

团 体 标 准

T/GDFCA XXX—2023

砂仁中 19 种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法

Determination of volatile flavoured compounds in Amomi fructus
Gas chromatography-tadem mass spectrometry method

2023 - XX - XX 发布

2023 - XX - XX 实施

广东省食品流通协会 发布

目 次

前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	1
7 测定步骤	1
8 结果计算和表述	2
附 录 A （资料性） 砂仁典型挥发性成分特征谱图.....	3

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广东省食品流通协会提出并归口。

本文件起草单位：无限极（中国）有限公司，广东省食品流通协会。

本文件主要起草人：XXXX。

本文件为首次发布。

砂仁中 19 种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本文件描述了砂仁样品中挥发性成分相对含量检测的气相色谱-质谱法测定方法。
本文件适用于砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发性成分相对含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 12729.2 香辛料和调味品取样方法
- GB/T 12729.3 香辛料和调味品分析用粉末试样的制备
- 《中华人民共和国药典》（2020年版）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的挥发性成分经水蒸气蒸馏提取后，通过气相色谱柱分离，质谱检测器检测定性，采用面积归一化法对挥发性风味物质组分相对含量进行测定。

5 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

- 5.1 丙酮（C₃H₆O，CAS 号：67-64-1）：色谱纯。
- 5.2 二甲苯（C₈H₁₀，CAS 号：1330-20-7）：分析纯。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪：EI 源。
- 6.2 分析天平：感量 0.001 g 和 0.000 1 g。
- 6.3 高速粉碎机，转速≥10000 rpm。
- 6.4 挥发油测定器装置（同《中国药典》四部 通则 2204 挥发油测定法）。
- 6.5 其它实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

7 测定步骤

7.1 样品预处理

7.1.1 砂仁样品制备

按照GB/T 12729.2抽取样品后，去除样品所含杂物后，按照GB/T 12729.3制成粉末样品备用。

7.1.2 砂仁中挥发油的提取

照《中国药典》2020年版四部通则中2204 挥发油测定法，取供试品约30g，称定重量(准确至0.01g)，置烧瓶中，加水500ml与玻璃珠数粒，振摇混合后，连接挥发油测定器与回流冷凝管。自冷凝管上端加水使充满挥发油测定器的刻度部分，并溢流入烧瓶时为止。置电热套中缓缓加热至沸，并保持微沸约5小时，至测定器中油量不再增加，停止加热，放置至室温后，收集测定器中的挥发油。取挥发油样品0.5g，用丙酮(5.1)定容至5.0ml，经0.22μm微孔滤膜过滤，作为待测试样溶液。

7.1.3 挥发油成分的检测

将待测试样注入气相色谱-质谱连用仪中，设定质谱自动识别信噪比大于100的色谱峰，使用NIST数据库定性。质谱图的相似度≥80%色谱峰，按峰面积归一化法，计算各挥发性风味物质组分的相对含量。

7.2 色谱条件

7.2.1 色谱柱：HP-5MS (30 m×250 μm×0.1 μm)毛细管气相色谱柱或等效柱；

7.2.2 载气条件：载气为高纯氦气，流速 1.0 mL/min；

7.2.3 进样口温度：250℃，接口温度 280℃；

7.2.4 进样量：1μL，分流比 30:1；

7.2.5 柱温箱升温程序：初始为温度 50℃，保持 1 min，以 5℃/min 升温至 130℃，保持 4 min，然后以 5℃/min 升温到 150℃保持 5 min，以 5℃/min 升温至 200℃，保存 1min，以 50℃/min 升温至 300℃，保持 2min。

7.3 质谱条件

7.3.1 检测方式：质量全扫描模式，扫描范围 40~550 amu；

7.3.2 电离方式：电子轰击电离源(EI源，电子能量 70 eV)；

7.3.3 离子源温度：离子源温度 230℃；

7.3.4 传输线温度：250℃；

7.3.5 溶剂延迟：2 min。

8 结果计算和表述

试样中某种挥发性风成分的相对含量 C_i 以该成分对应的峰面积对所有成分峰面积总和的分数计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$X = \frac{As_i}{\sum As_i} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中挥发性物质*i*的峰面积分数，以百分数表示(%)；

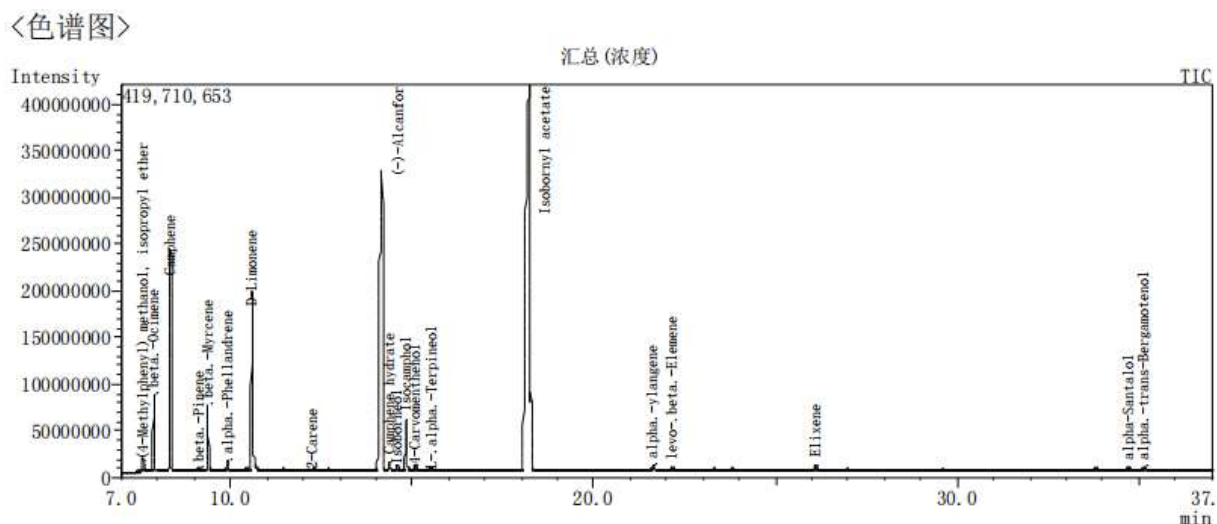
As_i ——试样中挥发性成分*i*的峰面积；

$\sum As_i$ ——试样中各挥发性风味成分的峰面积之和。

计算结果以重复性条件下绝对差值不大于算术平均值5%的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留小数点后2位数字。

附录 A
(资料性)
砂仁典型挥发性成分特征谱图

A.1 砂仁典型挥发性成分总离子流色谱图(TIC)见图 A.1,砂仁典型挥发性成分质谱鉴定结果见表 A.1。



序号	保留时间(min)	化合物	CAS 号	英文名
1	7.882	β-罗勒烯	13877-91-3	.beta.-Ocimene
2	8.342	菝烯	79-92-5	Camphene
3	9.113	β-蒎烯	2437-95-8	.beta.-Pinene
4	9.373	月桂烯	123-35-3	.beta.-Myrcene
5	9.902	水芹烯	99-83-2	.alpha-Phellandrene
6	10.592	d-柠檬烯	138-86-3	D-Limonene
7	12.261	2-萜烯	4497-92-1	2-Carene
8	14.173	左旋樟脑	464-48-2	(-)-Alcanfor
9	14.350	菝烯	79-92-5	Camphene hydrate
10	14.579	异龙脑	124-76-5	Isoborneol
11	14.827	异龙脑	124-76-5	Isocamphol

12	15.075	4-萜烯醇	562-74-3	4-Carvomenthenol
13	15.535	α -松油醇	10482-56-1	L- α -Terpineol
14	18.207	乙酸异龙脑酯	125-12-2	Isobornyl acetate
15	21.626	α -蒎烯	3856-25-5	α -ylangene
16	22.146	Beta-榄香烯	515-13-9	levo- β -Elemene
17	26.089	甘香烯	3242-08-8	Elixene
18	34.703	檀香醇	11031-45-1	α -Santalol
19	35.135	Bergamotenol	88034-74-6	α -trans-Bergamotenol

表 A. 1 砂仁典型挥发性成分质谱鉴定结果