

# 团 体 标 准

T/GDFCA 103—2024

T/GDFCA 103—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-mass spectrometry

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2024 - 12 - XX 发布

2024 - 12 - 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 .....	2
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。

本文件代替T/GDFCA 103—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》，与T/GDFCA 103—2023相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) “范围”3.1中，增加了“，包括方法的原理、”。

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、广东省中药研究所、广州数维科技有限公司、广东省科学院生物与医学工程研究所、必维科技服务（西安）有限公司、广州食协技术服务有限公司、广州华生检测技术服务有限公司、广州绿洲科技技术有限公司、广州睿芯科技服务有限公司、广东省食品流通协会。

本文件主要起草人：苏杰雄、武俊超、刘凤松、陆智、董华壮、梁立兴、李亚贤、赖勇利、高智、陈树东、钟秋萍、高裕锋、王桂华、黄敏兴、杨李胜、曾秋霞、郑冰仪、徐日益、文钰、庞无瑕、刘丽梅、许可、李萌、王冀成、余慧英、黄鉴雄、叶映朵、谢天恩。

# 砂仁中 19 种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法

**警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。**

## 1 范围

本文件描述了砂仁中  $\beta$ -罗勒烯、茨烯、 $\beta$ -蒎烯、月桂烯、水芹烯、柠檬烯、2-萜烯、左旋樟脑、蒎烯、异龙脑、消旋龙脑、4-萜烯醇、 $\alpha$ -松油醇、乙酸异龙脑酯、 $\alpha$ -蒎烯、Beta-榄香烯、甘香烯、 $\alpha$ -檀香醇、Bergamotenol 19种挥发性成分相对含量的气相色谱-质谱的测定方法，包括方法的原理、试剂和材料、仪器和设备、测定步骤、结果计算和表述等要求。

本文件适用于砂仁和砂仁挥发油提取物中19种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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

5.1 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。

5.2 丙酮（ $C_3H_6O$ ，CAS 号：67-64-1）：色谱纯。

## 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。

6.3 高速粉碎机，转速  $\geq 10000$  rpm。

6.4 挥发油测定器装置（同中华人民共和国药典 2020 年版通则 2204，以下简称中国药典）。

6.5 其他实验室常用器皿：如离心管，移液器等。

## 7 测定步骤

### 7.1 样品制备

按照GB/T 12729.2抽取样品后，去除样品所含杂物后，取种子团按照GB/T 12729.3制成粉末样品，过50目筛，备用。为了减少挥发性成分损失，样品制备后应尽快进行提取。

### 7.2 样品提取

按中国药典2020年版通则2204挥发油测定法，热套中缓缓加热至沸，并保持微沸约5 h，至测定器中油量不再增加，停止加热，放置至室温后，收集取供试品约30 g，称定重量（准确至0.01 g），置烧瓶中，加水500 ml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。置电测定器中的挥发油。取挥发油样品0.5 g，用丙酮（见5.1）定容至5.0 ml，经0.22 μm微孔有机相滤膜过滤，作为待测试样溶液，待测试样溶液应尽快测定，否则应密封、冷藏保存。

### 7.3 色谱-质谱参考条件

#### 7.3.1 色谱条件

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

7.3.1.2 载气条件：载气为高纯氮气，流速1.0 mL/min。

7.3.1.3 进样口温度：250℃，接口温度280℃。

7.3.1.4 进样量：1 μL，分流比30:1。

#### 7.3.2 质谱条件

7.3.2.1 检测方式：质量全扫描模式，扫描范围40 amu~550 amu。

7.3.2.2 电离方式：电子轰击电离源(EI源，电子能量70 eV)。

7.3.2.3 离子源温度：离子源温度230℃。

7.3.2.4 传输线温度：250℃。

7.3.2.5 溶剂延迟：2 min。

### 7.4 成分测定

将待测试样注入气相色谱-质谱联用仪中，设定质谱自动识别信噪比>100的色谱峰，使用NIST数据库定性。质谱图的相似度≥80%色谱峰，砂仁典型挥发性成分总离子流见附录图A.1，典型挥发性化合物的出峰时间见附录表A.1，相对含量结果按式(1)计算。

## 8 结果计算和表述

8.1 试样中某种挥发性物质的相对含量按照(1)计算：

$$C_i = \frac{A_{si}}{\sum A_{si}} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$C_i$ ——试样中某种挥发性物质的相对含量（以挥发油中的含量计），单位为%；

$A_{si}$ ——试样中挥发性成分*i*的峰面积；

$\sum A_{si}$ ——试样中各挥发性风味成分的峰面积之和。

8.2 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。

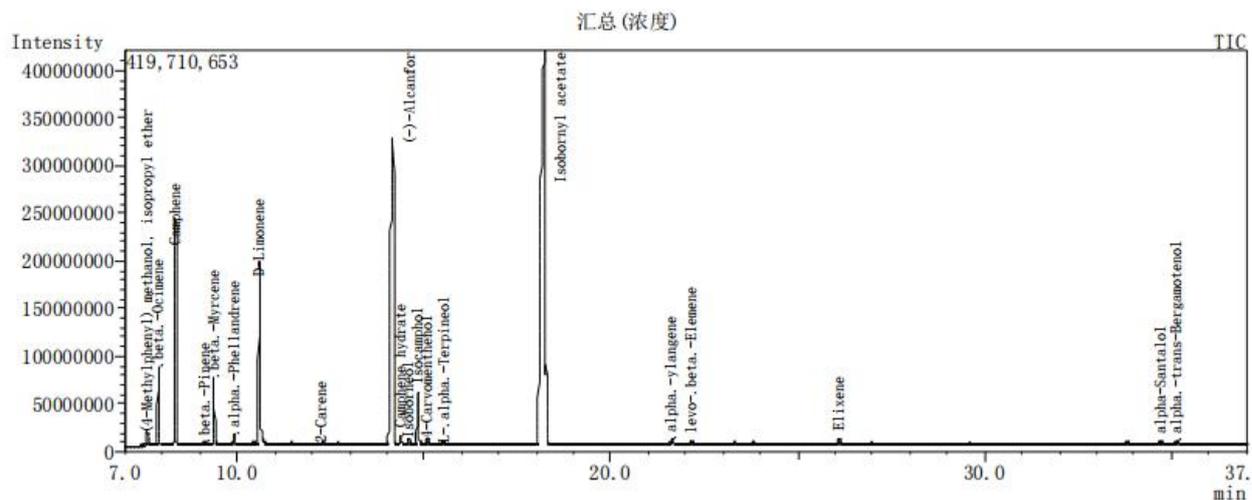


图 A.1 砂仁典型挥发性成分总离子流色谱图 (TIC)

A.2 砂仁典型挥发性成分质谱鉴定结果见表 A.1。

表 A.1 砂仁典型挥发性化合物信息

序号	保留时间/min	化合物	CAS 号	英文名
1	7.882	$\beta$ -罗勒烯	13877-91-3	beta-Ocimene
2	8.342	菝烯	79-92-5	( $\pm$ )-Camphene
3	9.113	$\beta$ -蒎烯	127-91-3	beta-Pinene
4	9.373	月桂烯	123-35-3	Myrcene
5	9.902	水芹烯	99-83-2	alpha-Phellandrene
6	10.592	柠檬烯	138-86-3	Limonene
7	12.261	2-萜烯	4497-92-1	(+)-2-Carene
8	14.173	左旋樟脑	464-48-2	(-)-Camphor
9	14.350	菝烯	79-92-5	( $\pm$ )-Camphene
10	14.579	异龙脑	124-76-5	Isoborneol

表A.1 砂仁典型挥发性化合物信息（续）

序号	保留时间/min	化合物	CAS 号	英文名
11	14.827	消旋龙脑	507-70-0	<i>endo</i> -Borneol
12	15.075	4-萜烯醇	562-74-3	Terpinen-4-ol
13	15.535	$\alpha$ -松油醇	10482-56-1	(-)- $\alpha$ -Terpineol
14	18.207	乙酸异龙脑酯	125-12-2	Isobornyl acetate
15	21.626	$\alpha$ -蒎烯	3856-25-5	Copaene
16	22.146	Beta-榄香烯	515-13-9	beta-Elemene
17	26.089	甘香烯	3242-08-8	Elixene
18	34.703	$\alpha$ -檀香醇	11031-45-1	Santalol
19	35.135	Bergamotenol	88034-74-6	alpha-trans-Bergamotenol