

# T/HBSF

林 业 团 体 标 准

T/HBSF 029—2024

## 康养植物芬多精的测定 直接热脱附-气质联用法

Determination of Phytoncide in health and wellness plants  
direct thermal desorption chromatography-mass spectrometry

2025 - 12 - 31 发布

2026 - 01 - 01 实施

湖北省林学会 发布

## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	3
2 规范性引用文件 .....	3
3 术语和定义 .....	3
4 方法原理 .....	3
5 实验材料 .....	3
5.1 样品收集与制备材料 .....	3
5.2 试剂与气体 .....	4
6 仪器和设备 .....	4
6.1 气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS) .....	4
6.2 热脱附仪 .....	4
6.3 校准流量计 .....	4
6.4 分析天平 .....	4
7 样品制备 .....	4
7.1 样品采集与预处理 .....	4
7.2 样品干燥与保存 .....	5
7.3 样品管制备 .....	5
8 分析步骤 .....	5
8.1 仪器参考条件 .....	5
8.2 样品测定 .....	6
9 结果计算与表示 .....	7
9.1 定性分析 .....	7
9.2 计算与结果表示 .....	7
9.3 结果统计 .....	7
9.4 记录与报告 .....	7
10 质量保证与质量控制 .....	7
10.1 基本要求 .....	7
10.2 全流程质量控制措施 .....	8
10.3 数据质量要求 .....	8
10.4 数据审核与报告 .....	8

## 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。

本文件由湖北省林业标准化技术委员会提出、归口及宣贯。

本文件起草单位：湖北省林业科学研究院、湖北大学、湖北省森林康养研究会。

本文件主要起草人：李光荣、王义勋、孙丽娟、陈晓瑚、蔡芳、胡佳阳、王晓荣、黄颖、胡迎澳。

本文件实施应用中存在疑问或修改意见，可咨询或反馈至湖北省林学会，联系电话：027-87698180，  
邮箱：hbsf2023@126.com。



# 康养植物芬多精的测定 直接热脱附-气质联用法

## 1 范围

本文件规定了康养植物芬多精测定的方法原理、实验材料、仪器设备、样品制备、分析步骤、结果计算与表示、质量保证与质量控制等内容。

本文件适用于康养植物枝叶样品的采集与芬多精成分分析，其他类型植物或康养植物其他部位样品芬多精的测定可参照使用。

## 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。

HJ 644 环境空气 挥发性有机物的测定 吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法  
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**康养植物 wellness plants**

康养植物是指那些能够通过视觉、嗅觉、触觉、听觉等多种感官途径，或通过园艺活动、食用药用等方式，改善人的心理和生理状态，从而达到舒缓压力、促进健康目标的植物。

### 3.2

**芬多精 phytoncide**

是由植物释放的挥发性有机化合物的总称，主要成分为萜烯类、醇类和醛酮类化合物，具有抗菌、抗真菌和驱虫等生物活性作用。

### 3.3

**萜烯类化合物 terpenoids**

是指由异戊二烯单元(C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>)首位相连的聚合体以及其含氧饱和程度不等的衍生物的总称。

## 4 方法原理

将样品置于聚焦管中，通过热脱附仪，高温脱附样品中挥发性有机化合物，并低温聚集到热脱附仪的冷阱中，脱附完成后集中注入气相色谱中分离，用质谱进行检测，通过与 NIST (National Institute of Standards and Technology) 标准质谱图库中的谱图对比，匹配度（相似度）≥ 800（或80%）且匹配度最高的物质为目标物质，通过 CAS (Chemical Abstracts Service Registry Number) 号确定化合物的名称及种类，面积归一法确定化合物的相对含量。

## 5 实验材料

### 5.1 样品收集与制备材料

测定样品的收集及制备需要以下基本材料。

- 聚焦管：不锈钢或玻璃材质，其尺寸应与所用热脱附仪的样品管规格匹配；
- 堵封件：用于固定聚焦管中的吸附剂或样品。应为石英棉、不锈钢网或玻璃纤维等材质，其有机物背景值应满足分析要求，且干扰目标化合物的吸附与脱附；

- c) 密封头：与聚焦管配套的不锈钢螺帽或聚四氟乙烯（PTFE）帽，聚焦管装入样品后用于密封其两端；
- d) 样品处理工具：用于处理植物样品的专用剪刀、镊子等，其材质应不含挥发性有机物，使用前需经蒸馏水清洗；
- e) 防护手套：无粉丁腈或乳胶手套，使用前应验证其不释放干扰测定的挥发性有机物；
- f) 样品容器：用于盛装植物样品的棕色广口玻璃瓶或惰性材质袋，具气密性盖或阀，内壁应清洁且不吸附目标化合物。

## 5.2 试剂与气体

测定需要的试剂、气体及要求主要包括。

- a) 载气：高纯氦气（He），纯度 $\geq 99.999\%$ ；
- b) 冷却气：高纯氮气（N<sub>2</sub>）或液氮，纯度 $\geq 99.999\%$ ，用于热脱附仪的低温聚焦；
- c) 干燥剂：用于气体或样品干燥，如变色硅胶、五氧化二磷等，其有机物背景值应满足分析要求；
- d) 密封材料：高真空硅脂或凡士林，用于玻璃器皿接口密封，其有机物背景值应满足分析要求；
- e) 实验用水：应符合 GB/T 6682 规定的一级水要求。

## 6 仪器和设备

### 6.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）

由气相色谱单元、质谱检测器及数据处理系统组成。

#### 6.1.1 气相色谱仪

毛细管柱，30 m（长） $\times$  0.25 mm（内径） $\times$  0.25  $\mu$ m（膜厚），固定相为5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷，或其它等效的弱极性色谱柱。色谱柱应能满足目标化合物（萜烯类等）的基线分离要求。可程序升温。

#### 6.1.2 质谱仪

配电子轰击（EI）电离源，带NIST谱库及谱库检索功能。

### 6.2 热脱附仪

应具有二级脱附功能，并能与GC-MS在线联用。其性能指标应符合HJ 644-2013中5.4相关技术要求。

### 6.3 校准流量计

用于校准热脱附仪，其量程应涵盖采样流量范围，精度应优于 $\pm 2\%$ 。使用前需经计量部门检定或校准。

### 6.4 分析天平

感量0.0001 g。

## 7 样品制备

### 7.1 样品采集与预处理

#### 7.1.1 采集

在选定康养植物上，随机采集成熟、健康、无病虫害的叶片，总量不少于200 g。

#### 7.1.2 清洗

用低于30 °C的符合GB/T 6682规定的一级水快速冲洗叶片表面，去除明显灰尘与附着物。

#### 7.1.3 表面干燥

将洗净的叶片平铺于洁净的无机材质托盘（如玻璃、不锈钢）上，置于温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、无强直射光且通风良好的环境中，使其表面水分自然挥发。此阶段终点以叶片表面无明显水渍、触感干燥为准，不追求绝对含水率。

## 7.2 样品干燥与保存

### 7.2.1 干燥

取约100 g经7.1处理后的叶片样品，置于以五氧化二磷或变色硅胶为干燥剂的干燥器中。将干燥器放入 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温箱内，干燥24 h~36 h。

### 7.2.2 保存

将干燥后的样品迅速移入洁净的棕色广口玻璃瓶中，瓶口可用聚四氟乙烯（PTFE）膜或铝箔衬垫，并旋紧瓶盖密封。样品应于 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下避光冷藏保存。

### 7.2.3 保存期

制备好的干燥样品应在1个月内用于分析样品管制作。未干燥的原始叶片样品不宜长期保存。

## 7.3 样品管制备

### 7.3.1 样品称量

用洁净的不锈钢剪刀或刀片，将7.2中保存的干燥叶片剪碎成尺寸约为2 mm~30 mm长、1 mm~3 mm左右宽的样品。使用经校准的分析天平，精确称取此碎片样品 $20.0\text{ mg}\pm 0.2\text{ mg}$ （记为 $M_0$ ）。

### 7.3.2 装填

按照7.3.1的方法称量后，样品装填的步骤如下：

- 取一根洁净的聚焦管，在一端填入少量石英棉作为底层堵封件。
- 将称量好的样品（ $M_0$ ）全部转移至聚焦管内。
- 在样品上方再填入少量石英棉，轻轻压实。装填后的样品应位于聚焦管的可加热区域中心。

### 7.3.3 密封

用对应的密封头（如不锈钢螺帽或PTFE帽）立即密封聚焦管的两端。

### 7.3.4 时效性

制备完成的样品管应在3 h内完成热脱附-气相色谱/质谱分析。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器参考条件

#### 8.1.1 热脱附仪参考条件

热脱附仪操作参数建议如下，具体设置可根据仪器型号进行调整，但需确保目标化合物完全脱附且无残留。

- a) 一次脱附（聚焦管脱附）：
  - 脱附温度： $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
  - 脱附时间：30 min；
  - 脱附流量： $30\text{ ml/min}\sim 60\text{ ml/min}$ （氦气）；
  - 分流比：根据样品浓度设定，建议范围10:1~80:1。
- b) 冷阱聚焦：
  - 吸附温度： $-30\text{ }^{\circ}\text{C}\sim -10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；
  - 吸附剂：一般为Tenax TA等。
- c) 二次脱附（冷阱快速脱附）：
  - 脱附温度： $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

- 脱附时间：3 min；
- 升温速率：最大速率（如  $> 40^{\circ}\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ ）；
- 传输线温度：180  $^{\circ}\text{C}$ ~210  $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 载气：高纯氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- e) 其他：具体阀路切换时间与流量需根据仪器手册和方法验证结果确定。

### 8.1.2 气相色谱参考条件

气相色谱操作参数建议如下，应确保目标化合物（萜烯类）获得基线分离：

- a) 色谱柱：弱极性毛细管柱，如 30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu\text{m}$  (5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷)；
- b) 载气：高纯氦气，恒定流速模式，流速 1.0 ml/min；
- c) 进样口：
  - 温度：250  $^{\circ}\text{C}$ ；
  - 模式：不分流进样。
- d) 柱温箱升温程序：
  - 初始温度：40  $^{\circ}\text{C}$ ，保持1 min；
  - 以5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至200  $^{\circ}\text{C}$ ；
  - 以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至250  $^{\circ}\text{C}$ ，保持 20 min。
- e) 总运行时间：约 58 min。

### 8.1.3 质谱仪参考条件

质谱检测器操作参数建议如下：

- a) 离子源：
  - 电离方式：电子轰击电离(EI)；
  - 电离能量：70 eV；
  - 离子源温度：280  $^{\circ}\text{C}$ 。
- b) 接口：传输线温度 270  $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 检测器：倍增器电压根据仪器调谐结果设定，通常为相对调谐电压 + 200 V - + 400 V。
- d) 数据采集模式：
  - 全扫描 (Scan) 模式：用于定性分析，质量扫描范围 40 m/z - 650 m/z；
  - 选择离子监测 (SIM) 模式：用于高灵敏度定量分析，需根据目标化合物的特征离子设定监测组。
- e) 溶剂延迟：设置 2.0 min，避免大量溶剂或空气干扰。

## 8.2 样品测定

### 8.2.1 仪器准备

启动气相色谱-质谱联用仪及热脱附仪，按8.1设定的参考条件设定仪器参数。待仪器基线稳定并完成必要的性能检查（如调谐通过、无显著污染峰）后，即可进行样品测定。

### 8.2.2 测定及数据采集

样品的测定包括装样、启动分析及数据采集，具体过程如下：

- a) 装样：将按第7章制备好的样品管正确安装至热脱附仪的样品管位；
- b) 启动分析：启动热脱附-气相色谱/质谱联用分析程序。程序将自动按序执行以下过程：
  - 热脱附：样品管在设定温度下脱附，芬多精被载气（氦气）吹扫出来；
  - 冷阱聚焦与二次脱附：脱附出的芬多精在低温冷阱中被捕集、聚焦，随后被快速加热并全部转移至气相色谱进样口；
  - 色谱分离与质谱检测：芬多精在毛细管色谱柱中分离后，依次进入质谱检测器。
- c) 数据采集：质谱仪在设定的扫描范围内持续采集数据，获得目标化合物的总离子流色谱图及质谱图。

## 9 结果计算与表示

### 9.1 定性分析

#### 9.1.1 目标物定性及分类方法

将样品总离子流色谱图中各色谱峰对应的质谱图与NIST标准质谱库进行检索比对。当检索匹配度（相似度） $\geq 800$ （或80%）时，可初步定性。优先采纳匹配度最高的化合物名称及CAS号。

注：对于匹配度低于800（或80%）或检索结果存疑的色谱峰，应结合保留指数（RI）进行辅助定性验证。

#### 9.1.2 目标物统计范围

纳入统计的目标化合物，其色谱峰面积之和应占总可识别色谱峰（扣除溶剂峰和明显背景干扰峰）面积的95%以上。

### 9.2 计算与结果表示

#### 9.2.1 相对含量计算方法

采用面积归一化法计算各目标化合物的相对含量，按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{A_i}{A} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中，

$X_i$  — 目标化合物*i*的相对含量（%）；

$A_i$  — 目标化合物*i*的峰面积；

$A$  — 9.1.2 中定义的所有纳入统计的目标化合物的色谱峰面积之和。

#### 9.2.2 结果计算与表示

结果计算与表示包括以下内容：

- 平行样品测定：每个样品应至少制备三个平行样品管进行测定；
- 最终结果：取各平行样测定结果的平均值作为该植物样品的最终测定结果；
- 数值修约：各化合物的相对含量计算结果保留至小数点后两位。类别含量计算结果同此要求。

### 9.3 结果统计

#### 9.3.1 按化合物类别统计

根据定性鉴定结果，将各目标化合物按其化学类别（如萜烯类、醇类、醛类、酯类、酸类、烷类、其他类等）进行归类。按公式（2）计算任一类别化合物的总相对含量：

$$X_c = \sum_{i=1}^n X_i \dots \dots \dots (2)$$

式中，

$X_c$  — 某类别化合物（如萜烯类）的总相对含量，%；

$X_i$  — 归属于该类别的单个化合物*i*的相对含量，%。

### 9.4 记录与报告

完整记录定性的原始数据与计算结果，报告内容至少应包括：

- a) 样品基本信息；
- b) 各目标化合物的名称、CAS号、保留时间、相对含量；
- c) 按类别汇总的总相对含量（特别是萜烯类）。

## 10 质量保证与质量控制

### 10.1 基本要求

应建立并实施全面的质量控制程序，覆盖从样品采集、制备、分析到数据报告的整个过程。所有操作人员应经过方法培训，仪器设备应定期检定/校准并处于有效状态。

## 10.2 全流程质量控制措施

### 10.2.1 样品采集与制备

样品采集与制备过程中质量控制措施主要包括以下内容：

- 样品采集应具有代表性，记录采集点位、植物种类、生长状态及环境信息；
- 样品清洗应使用符合 GB/T 6682 规定的一级水；
- 样品干燥、剪碎、称量等制备过程应防止交叉污染，并使用洁净的专用工具；
- 样品装载量 ( $M_0$ ) 的控制偏差应不超过  $\pm 0.5$  mg。

### 10.2.2 实验室分析

实验室分析过程中质量控制措施主要包括以下内容：

- a) 仪器性能检查：每日分析前或每批次样品分析前，应进行仪器调谐（如使用全氟三丁胺 PFTBA），调谐结果需满足仪器制造商规定标准或相关方法要求；
- b) 空白实验：
  - 系统空白：每日或每批次分析前，应运行一个仅装填石英棉的空白聚焦管，确认分析系统无目标化合物污染或干扰；
  - 过程空白：每10个或每批次样品至少应带一个与样品同步制备（除不加植物样品外，经历完全同步步骤）的实验室空白样品管，以监控制备过程的污染。
- c) 平行样测定：每个植物样品应至少制备并测定3个平行样品管。平行样间目标化合物相对含量的相对标准偏差（RSD）应不大于15%。

## 10.3 数据质量要求

数据质量要求包括以下内容：

- 目标化合物的定性匹配度（相似度）应不低于800（80%）；
- 纳入统计的色谱峰面积之和应占可识别总面积的95%以上；
- 所有质量控制记录（如空白、平行样）应完整、可追溯。

## 10.4 数据审核与报告

所有原始数据、质控数据及计算结果均需经第二人独立审核。最终报告应包含必要的质量控制结果，并声明是否符合本方法的质量控制要求。