

《砂仁中 19 种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法》

（征求意见稿）编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

2022 年 12 月，无限极（中国）有限公司向广东省食品流通协会提出了制定广东省食品流通协会团体标准《砂仁中 19 种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法》的项目申请，协会对该项目进行论证并批准立项。2022 年 12 月 20 日在《全国团体标准信息平台》完成了立项标准公示。广东省食品流通协会标准化专业委员会下达了《砂仁中 19 种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法》制定任务，开始该标准的研究制定工作，在组织上拟定了相关的措施，确定了本标准的制订思路。

2. 协作单位

本标准起草单位为无限极（中国）有限公司、广东省中药研究所、必维科技服务（西安）有限公司、广东省科学院生物与医学工程研究所等单位，由广东省食品流通协会归口。

3. 编制背景、必要性及意义

砂仁是姜科豆蔻属植物的干燥成熟果实，包括阳春砂同属海南砂仁、绿壳砂。岭南地区阳春附近区域所产的砂仁又称：阳春砂、春砂仁，阳春砂以品质上乘而闻名全国，被列为“四大南药之一”。但实际交易当中，砂仁的道地性如何鉴别，一直困扰着所有的从业者。目前，砂仁市场供不应求，价格不断攀高，一方面是中医药和食品保健等大健康产业的发展迅速，人们对砂仁的需求量日益增；另一方面是砂仁种植资源和种植技术的限制，由于砂仁植株本身不易自花传粉，产量较低，市场上出现以假乱真、以次充好的不良现象。假、劣砂仁在疗效、主治功等方面与春砂仁差别很大，且质量不稳定并存在潜在的安全不确定性，不能成为砂仁的替代品。砂仁规模化种植主要分布在广东、广西、云南、海南等地。研究表明，不同种植产地的砂仁在组成成分和质量功效上差别明显。

砂仁中药材原料除了中国药典等常规验收指标，缺乏其他手段评估中药材原料的真伪和质量优劣，导致中草药、存在品质保证稳定性的风险。本项目将针对砂仁原料进行研究，通过对比不同产地的砂仁挥发油含量，进一步建立气相色谱-质谱联用法分析砂仁挥发油成分，结合不同产地砂仁挥发油中的特征成分分析和共有成分分析，以共有成分的相关性分析和聚类分析方法，不同产地间砂仁组成的差异，采集不同品种的代表砂仁，建立不同产地砂仁标本图库，通过性状快速识别砂仁的特性，应用于砂仁原料的验收，保证砂仁原料的品质。

本项目拟优化并建立岭南产药用砂仁中挥发油成分的有效提取和 GC-MS 测定方法，利用 NIST 谱库检索鉴定各化学成分，经面积归一化法计算各样品中化学成分的相对含量，从而建立岭南产砂仁中挥发油的“成分-含量”的 GC-MS 谱库；之后通过数据挖掘技术（如主成分分析、判别分析、聚类分析、神经网络分析等），构建岭南砂仁人工识别的技术规范，为

岭南产砂仁药材人工智能识别模块提供分析方法和基础数据支持。

4. 主要工作过程

(1) 前期基础

广东省食品流通协会于2022年12月组织成立了标准起草小组,确定了工作进度时间表,并进行了分工。

(2) 标准编制组编制标准草案

2023年1月,起草小组进行了技术论证和技术规范内容探讨,确定了制定计划、制定原则、标准框架、标准基本内容。

(3) 标准编制组技术研讨会

2023年2-3月,起草小组对《砂仁中19种挥发性成分相对含量的测定 气相色谱-质谱法》的方法进行全面调研,收集相关技术资料,对生产企业砂仁中19种挥发性成分相对含量的测定进行调研汇总。起草小组根据现实需求完成了标准草案,并于2022年3月6日组织技术研讨会,对标准草案意见进行有必要的修改。

(4) 标准方法验证

2023年3月-9月,起草小组完成本方法的研究工作,根据相关参与单位修改意见,完成验证报告。收集相关验证样品,将验证样品分别寄往验证单位,进行标准方法的室内验证工作,同时形成标准征求意见稿和编制说明。

二、标准编制原则和标准主要内容

1、编制原则

(1) 通用性

充分考虑我国中药材砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发油成分的测定方法现状和现实情况,明确其测定原理、测定方法步骤,适用于砂仁中挥发油成分的测定。

(2) 规范性

按GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第一部分:标准的结构和编写规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分:试验方法标准》的要求进行编写制订。

(3) 注意与国际接轨

在制定本标准时,参考了现有的砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发油成分的分析方法等技术标准、指导原则,吸收了国内外几年来先进的分析手段、处理过程、反应条件等,对方法中的前处理条件,参数调整、数据准确性等进行优化,体现了标准的技术性、科学性和先进性。

(4) 协调一致性

与现行有效的相关砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发油成分测定的国家法律、法规、标准规范保持一致,对方法提要、分析步骤、结果计算和试验报告等要求作出相应的规定。

2、标准主要内容

本标准内容主要 9 个部分：范围、规范性引用文件、术语和定义、原理、试剂和材料、仪器和设备、测定步骤、结果计算和表述、附录。

三、主要试验（或验证）情况分析

本分析标准实验研究结果见实验技术报告。

四、标准中涉及专利的情况

本标准不涉及相关专利。

五、预期达到的社会效益、对产业发展的作用的情况

本标准与目前中药材行业科技、生产、工艺及管理水平的适应性强，标准化程度高，便于食品及中草药企业所引用。同时，该方法的确定可以有效的监控砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发油成分，也可作为中小企业生产中质量控制，为砂仁和砂仁挥发油提取物测定提供分析方法和基础数据支持。

六、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

目前，现行国家、行业标准中，无测定砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发性成分的方法，检测机构或者企业目前的参照方法有以下：《中国药典》2020 版 一部 砂仁 含量测定，该方法仅测定总挥发油的含量，未测定挥发油中的成分。故从实际出发，市场需要一种更为匹配，操作相对简单易行准确的方法。

本标准具有以上的特点，实验仅对样品按照中国药典方法提前挥发油后，直接由气相色谱-质谱连用仪检测，根据保留时间和峰面积进行定性和定量，操作简单，同时，测定的时使用普通的毛细管色谱柱，无需用到特定的色谱柱，有利于方法的推广使用。故该标准具有适用范围广、操作相对简单、准确性高、经济环保、推广性较强等特点。本标准能有利于砂仁药材中挥发性成分的测定，适合推荐作为行业团体标准分析方法，完善砂仁和砂仁挥发油提取物中挥发油成分的标准应用，在企业针对砂仁和砂仁挥发油提取物成分的定量方法多了一项选择，填补行业标准空缺，提高砂仁药材行业市场的正规性和公正性。

七、在标准体系中的位置，与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

本标准与《食品安全法》及现行的法律、法规和强制性食品安全国家标准及卫生标准的规定一致。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中，无重大分歧意见。

九、标准性质的建议说明

本标准广东省食品流通协会标准，属于团体标准，供协会会员和社会自愿使用。

十、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

本标准批准发布后建议在相关检测机构推广使用，以发挥标准的社会效益和经济效益。

十一、废止现行有关标准的建议

无

十二、其他应予说明的事项

无

标准化工作组

2022年9月