

ICS 67.100

CCS C 144

团体标准

T/ NAIA XXX—2026

枸杞叶中挥发性萜类化合物的测定 气相色谱-串联质谱法

Determination of Volatile Terpenes in Lycium barbarumL Leaves by

GC-MS/MS

2026-XX-XX 发布

2026-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会 发布

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》规定编写。

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。

本文件由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

枸杞叶中挥发性萜类化合物的测定 气相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了枸杞叶中挥发性萜类化合物（橙花醇、芳樟醇、 α -松油醇、叶绿醇、茶香螺烷、 β -环香茅醛、反式- β -紫罗兰酮，香叶基丙酮）的气相色谱-串联质谱检测方法。

本文件适用于枸杞叶中挥发性萜类化合物（橙花醇、芳樟醇、 α -松油醇、叶绿醇、茶香螺烷、 β -环香茅醛、反式- β -紫罗兰酮，香叶基丙酮）含量的测定

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经乙酸乙酯超声提取后，经分散固相萃取净化，色谱柱分离，气相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

5 试剂和材料

本方法所用的试剂，除另有规定外，均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙酸乙酯：色谱纯。

5.1.2 分散固相萃取（QuEChERS）试剂：石墨化碳黑 GCB（30 mg）、十八烷基硅烷键合硅胶 C18（30 mg），纯度均 \geq 98%。

5.2 材料

5.2.1 有机微孔滤膜，孔径 0.22 μ m，或相当者。

5.2.2 离心管：50mL。

5.3 标准品

5.3.1 标准品：橙花醇（cis-3,7-Dimethyl-2,6-octadienol，CAS 号 106-25-2， $C_{10}H_{18}O$ ）、芳樟醇（Linalool，CAS 号 78-70-6， $C_{10}H_{18}O$ ）、 α -松油醇（alpha-Terpineol，CAS 号 98-55-5， $C_{10}H_{18}O$ ），叶绿醇（Phytol，

CAS 号 150-86-7, $C_{20}H_{40}O$)、茶香螺烷 (Theaspirane, CAS 号 36431-72-8, $C_{13}H_{22}O$)、 β -环香茅醛 (β -Cyclocitral, CAS 号 432-25-7, $C_{10}H_{16}O$)、反式- β -紫罗兰酮 (trans- β -Ionone, CAS 号 79-77-6, $C_{13}H_{20}O$)、香叶基丙酮 (Geranylacetone, CAS 号 3796-70-1, $C_{13}H_{22}O$) 纯度均 \geq 98%。

5.3.2 标准储备液 (100 μ g/mL): 分别准确称取橙花醇, 芳樟醇, α -松油醇, 叶绿醇, 茶香螺烷, β -环香茅醛, 反式- β -紫罗兰酮, 香叶基丙酮标准品各 1mg 于 10mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯 (5.1.1) 溶解并定容至刻度, 4 $^{\circ}$ C 保存。

5.3.3 标准混合中间液 (1000ng/mL): 分别准确吸取 100 μ g/mL 混合标准储备液 (5.3.2) 0.1mL 于 10mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯 (5.1.1) 定容, 4 $^{\circ}$ C 保存。

5.3.4 标准混合使用液: 分别吸取一定量标准混合中间液 (5.3.3) 用乙酸乙酯定容, 配制适当浓度的标准混合工作液浓度为 5ng/mL, 10ng/mL, 50ng/mL, 200ng/mL, 500ng/mL, 1000ng/mL, 临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-串联质谱仪 (GC-MS/MS): 配备电子轰击电源(EI)。

6.2 分析天平: 感量 0.1mg 和 0.01g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 离心机: 转速 10000r/min。

6.5 超声波发生器 (150W)。

7 分析步骤

7.1 试样制备

取已经烘干的枸杞叶粉研磨均匀分装, 密闭常温或冷藏保存。

7.2 试样的提取

称取试样 1.0g (精确到 0.01g) 置于 50mL 离心管中, 加入乙酸乙酯溶液 10mL, 超声提取 25min 后, 8000r/min 离心 10min, 加入 QuEChERS 萃取填料 (5.1.2), 震荡摇匀, 8000r/min 离心 10min, 上清液经 0.22 μ m 微孔滤膜过滤后, 供 GC-MS/MS 分析。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 气相色谱参考条件

7.3.1.1 色谱柱: 石英毛细管柱, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m 或性能相当者。

7.3.1.2 进样口温度: 250 $^{\circ}$ C。

7.3.1.3 色谱柱温度: 60 $^{\circ}$ C 保持 2 min, 以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 140 $^{\circ}$ C, 保持 2 min, 再以 15 $^{\circ}$ C/min 升温至 290 $^{\circ}$ C。

7.3.1.4 进样方式: 液体分流进样。

7.3.1.5 载气: 氦气。

7.3.1.6 进样量: 1 μ L。

7.3.1.7 分流比: 1:20。

7.3.2 质谱参考条件

7.3.2.1 电离方式: 电子轰击电离 (EI)。

7.3.2.2 电离电压：70eV。

7.3.2.3 采集模式：多反应监测（MRM）。

7.3.2.4 离子源温度：230℃。

7.3.2.5 接口温度：300℃。

7.3.2.6 定性离子对、定量离子对、碰撞能量等参数参见附录 A。

7.4 定性测定

相同测定条件下，试样中被测物质量色谱峰保留时间与标准物质一致，扣除背景后所选定性离子均出现，离子相对丰度比与标准物质的偏差符合表 1 规定，即可判定试样中含有被测物。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%至 50%	>10%至 20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.5 定量测定

根据样液中被测物含量情况，选取浓度相近的混合标准工作溶液，混合标准工作溶液与待测样液中被测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内，超出线性范围时应根据测定浓度进行适当倍数稀释后再进行分析。混合标准工作溶液与样液采用等体积进样方式进行测定，二者均按照 7.3.1 和 7.3.2 规定的仪器条件进行检测。若样液中出现与混合标准工作溶液中被测物保留时间一致的色谱峰（保留时间相对误差≤±2.5%），应对其进行定性确证；橙花醇、芳樟醇、α-松油醇、叶绿醇、茶香螺烷、β-环香茅醛、反式-β-紫罗兰酮、香叶基丙酮的参考保留时间见表 2，上述各被测物标准品的多反应监测（MRM）色谱图参见附录 B。定量采用标准曲线外标法，以峰面积为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线进行定量计算。

表 2 参考保留时间

被测物名称	保留时间/（min）
芳樟醇	7.541
α-松油醇	10.016
β-环香茅醛	10.571
橙花醇	10.571
茶香螺烷-1	12.679
茶香螺烷-2	13.090
香叶基丙酮	16.425
反式-β-紫罗兰酮	17.313
叶绿醇	24.990

8 分析结果的表述

试样中橙花醇，芳樟醇，α-松油醇，叶绿醇，茶香螺烷，β-环香茅醛，反式-β-紫罗兰酮，香叶基丙酮含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times v \times 1000}{m \times 1000} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X ——样本中各种化合物含量，单位为微克每千克（μg/kg）；

C ——测定溶液浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

C_0 ——空白基质溶液浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——样本溶液提取溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

注：计算结果应扣除空白值，测定结果用平行测定的算数平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

10 定量限

本方法的橙花醇，芳樟醇， α -松油醇，叶绿醇，茶香螺烷， β -环香茅醛，反式- β -紫罗兰酮，香叶基丙酮定量限为 0.005 mg/kg。

附录 A
(GC-MS/MS 依据附录)

表 A 橙花醇, 芳樟醇, α -松油醇, 叶绿醇, 茶香螺烷, β -环香茅醛, 反式- β -紫罗兰酮, 香叶基丙酮的质谱参数

被测物名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量 (eV)
橙花醇	93	77*	77
		91	91
		51	51
芳樟醇	93	77*	77
		91	91
		51	51
α -松油醇	93	77*	15
		91	9
	121	93	9
叶绿醇	123	81*	9
	81	79	12
	95	57	12
茶香螺烷	138	96*	6
		82	12
		50	9
β -环香茅醇	137	109*	6
	109	67	6
	152	121	6
香叶基丙酮	107	91*	9
	136	121	9
	151	93	12
反式 β -紫罗兰酮	177	145*	21
		161	15
	172	91	27

注: *为定量离子对

附录 B
(资料性附录)

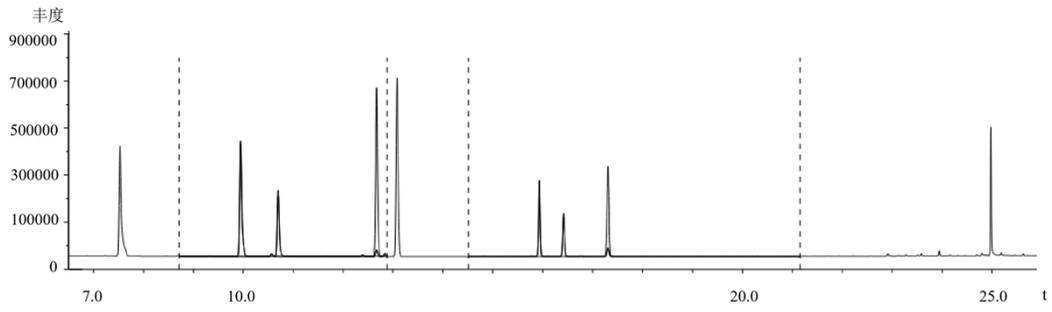
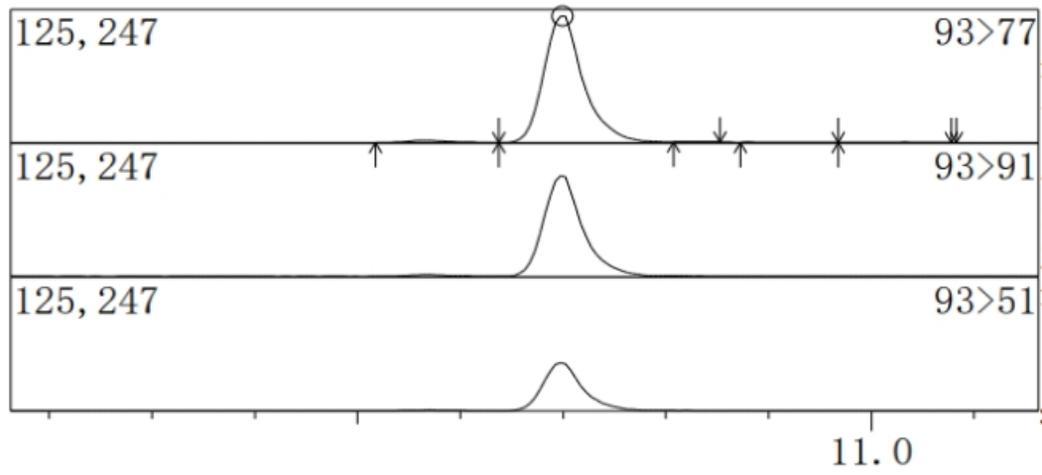
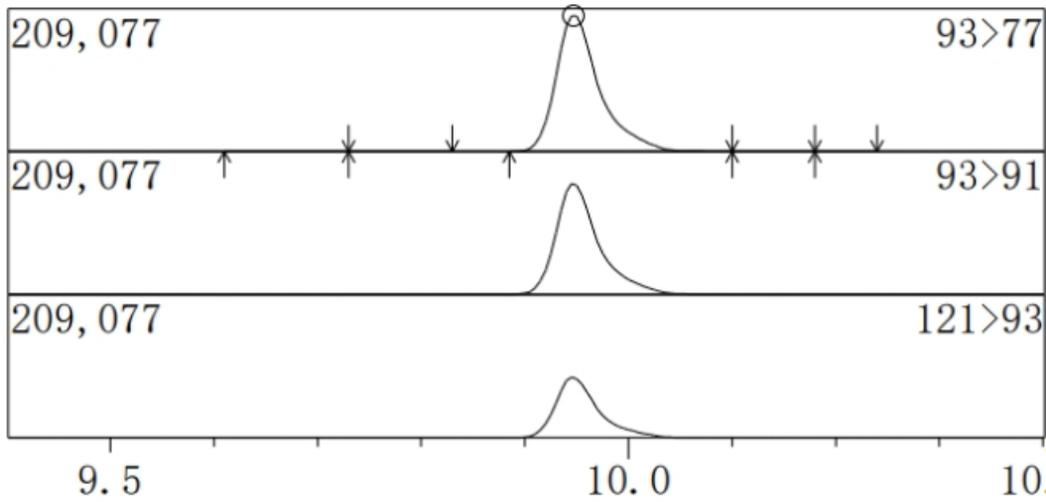


图 B.1 橙花醇, 芳樟醇, α -松油醇, 叶绿醇, 茶香螺烷, β -环香茅醛, 反式- β -紫罗兰酮, 香叶基丙酮的多反应监测 (MRM) 总离子流图

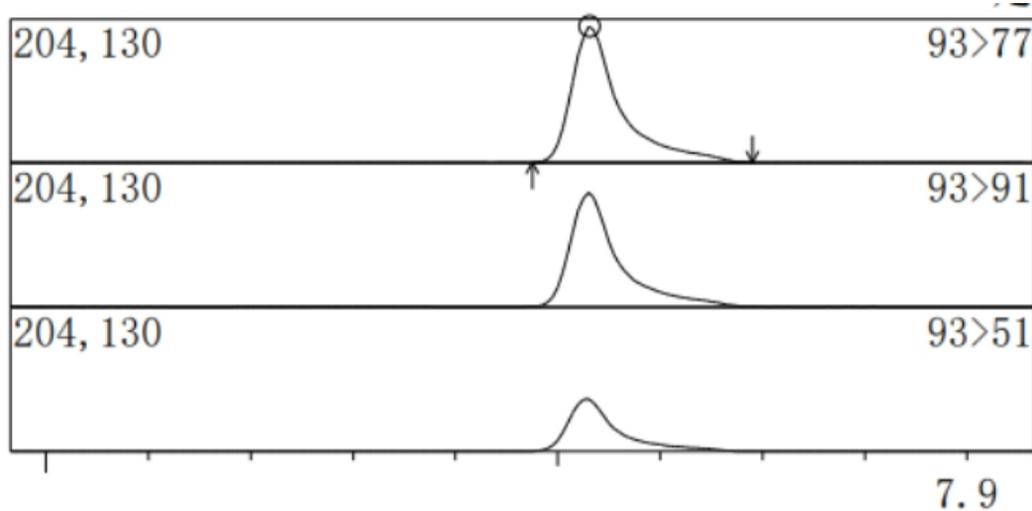
α -松油醇



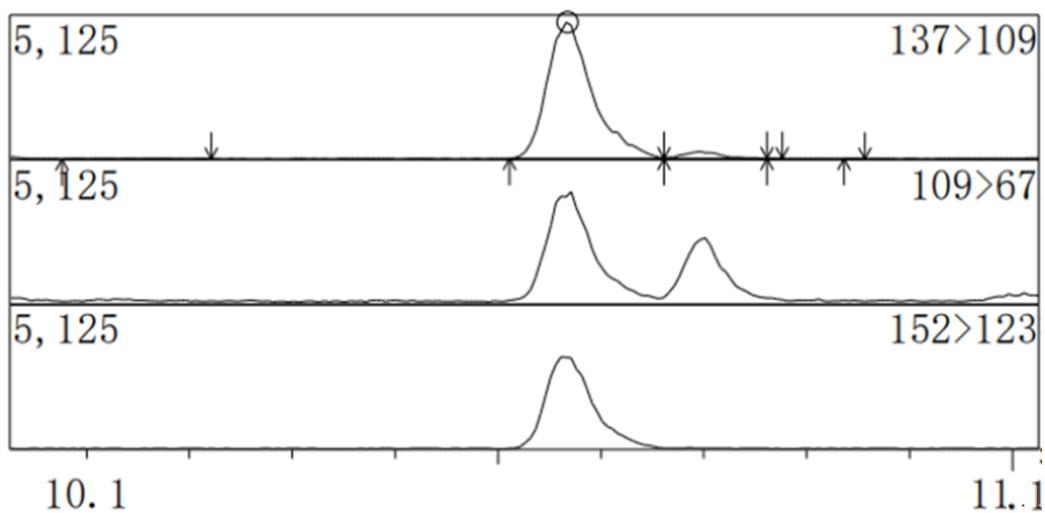
橙花醇



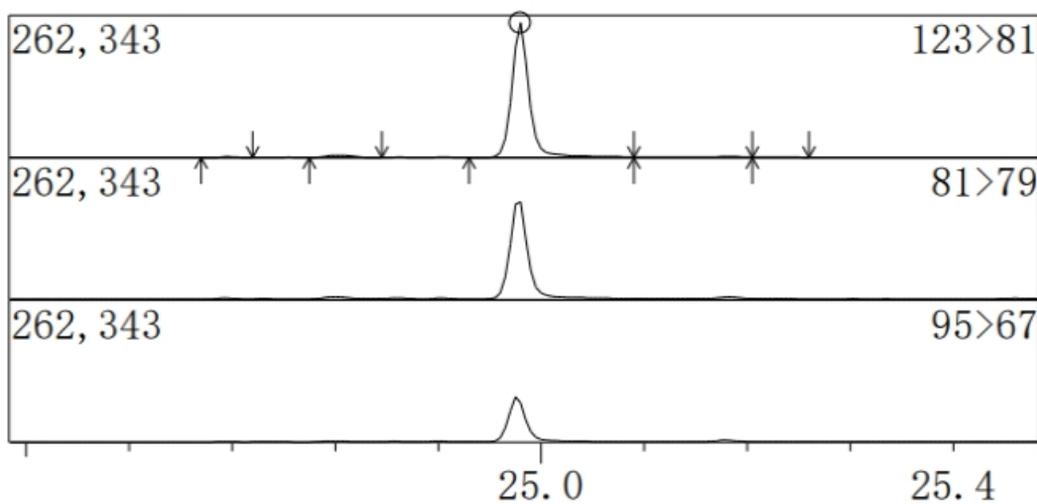
芳樟醇



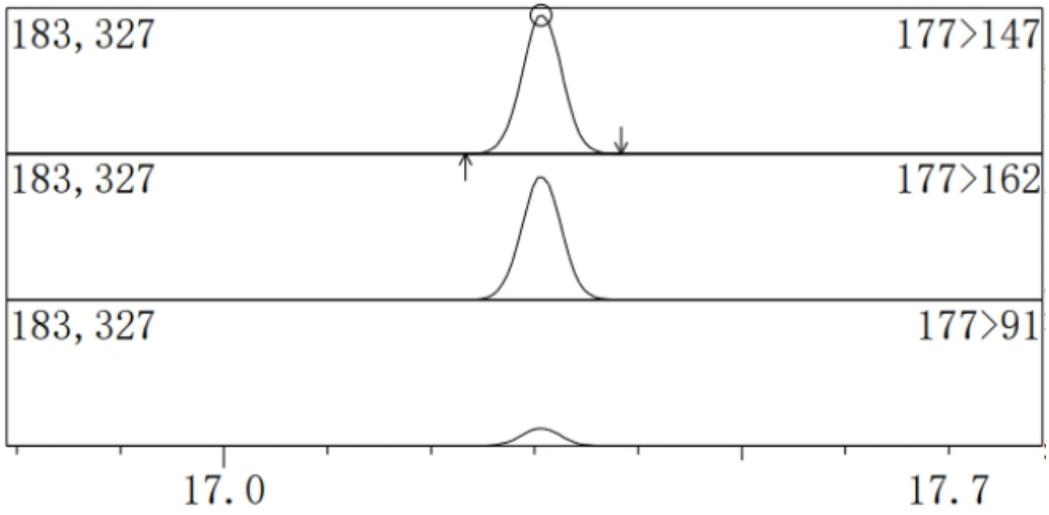
β -环香茅醛



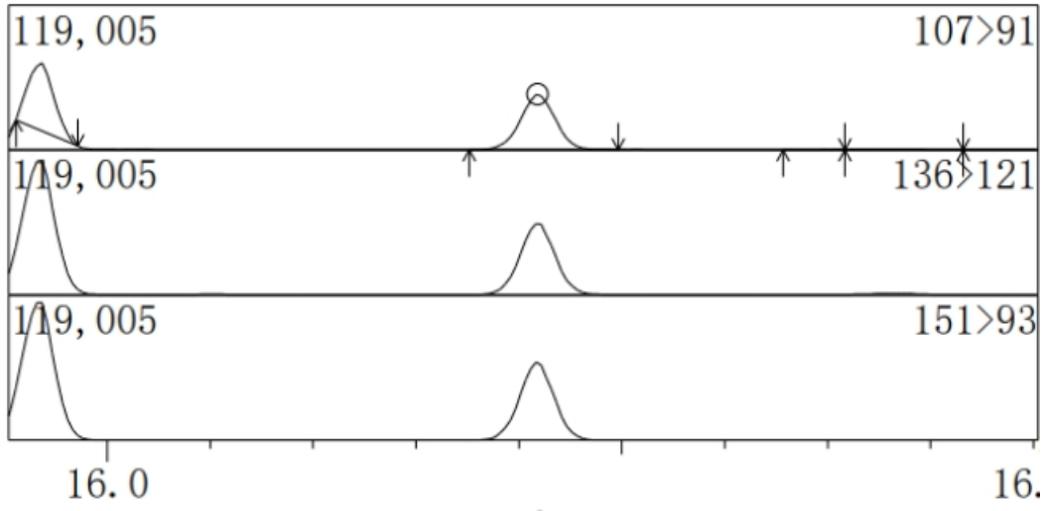
叶绿醇



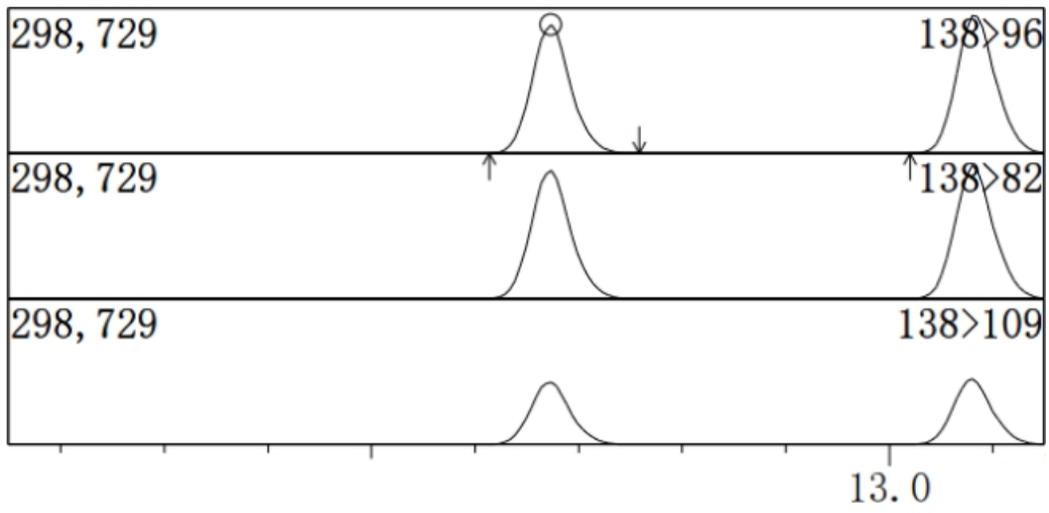
反式- β -紫罗兰酮



香叶基丙酮



茶香螺烷



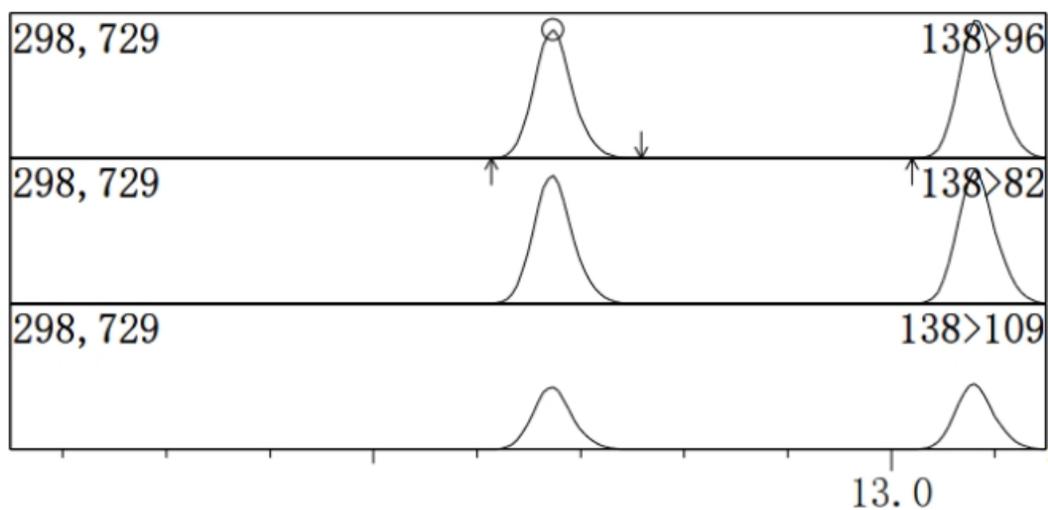


图 B.2 橙花醇, 芳樟醇, α -松油醇, 叶绿醇, 茶香螺烷, β -环香茅醛, 反式- β -紫罗兰酮, 香叶基丙酮的多反应监测 (MRM) 色谱图