

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 1341—2026

八角及其制品中莽草毒素含量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of anisatin in star anise and its products—
liquid chromatograph-tandem mass spectrometry

2026-06-12 发布

2026-06-18 实施

广西标准化协会 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

 5.1 试剂 1

 5.2 标准品 1

 5.3 溶液配制 1

 5.4 标准溶液配制 1

 5.5 材料 2

6 仪器和设备 2

7 分析步骤 2

 7.1 试样制备 2

 7.2 试样前处理 2

 7.3 仪器参考条件 3

 7.4 标准曲线的制作 4

 7.5 定性测定 4

 7.6 定量测定 4

 7.7 空白试验 4

8 分析结果的表述 4

9 检出限、定量限、精密度 4

 9.1 检出限及定量限 4

 9.2 精密度 5

10 试验报告 5

附录 A（资料性） 莽草毒素标准溶液多反应监测（MRM）典型色谱图 6

前 言

本文件参照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。

本文件由广西—东盟食品检验检测中心[国家市场监督管理总局技术创新中心(天然香料香精)]提出和宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

本文件起草单位：广西—东盟食品检验检测中心[国家市场监督管理总局技术创新中心(天然香料香精)]、中国农业大学食品科学与营养工程学院、岛津企业管理(中国)有限公司、广西药食同源资源开发重点实验室、广西壮族自治区产品质量检验研究院、贺州市检验检测中心、广西壮瑶药技术创新中心、崇左市食品药品检验所、广西壮族自治区农业科学院、广西中医药大学公共卫生与管理学院、广西庚源香料有限责任公司、越南巴节桂一成员有限责任公司、泰国东盟企业家协会。

本文件主要起草人：杨黎、韦环、兰斌、黄高武、冯广福、廖夏云、刘珈伶、吕晨艳、胡王艳、何善廉、农毅清、覃志高、王先锋、王警、陈宁周、蒋湘、赵就彬、苏俞有、陈明媚、韦尚升、卢恩、黄玲、张言、黄钰婷、李华冰、韦福广、覃文霞、曾令阳、冯婷、陆石英、王海波、陈清、陈佳丽、李枝文、赵莉莉、黄春媛、刘双斌、蒙韦玲、李昌宝、周主贵、叶冬青、于迪、范丽丽、陈惠莉、Pitichon Piamboiboon、DUONG THI HOA。

八角及其制品中莽草毒素含量的测定 液相色谱-串联质谱法

警示—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

本文件描述了液相色谱-串联质谱法测定八角及其制品中莽草毒素含量的方法。

本文件适用于八角、八角茴油、含八角植物饮料、含八角复合调味料制品中莽草毒素含量的测定。其他含八角制品可参照执行。

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经甲醇提取，供液相色谱-串联质谱仪测定，保留时间、特征离子丰度比定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

5.1.2 甲酸（HCOOH）：色谱纯。

5.2 标准品

莽草毒素（C₁₈H₂₂O₆，CAS号为23056-26-0）：纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3 溶液配制

0.1%甲酸水溶液：准确量取1.0 mL甲酸溶液（5.1.2），加入1 000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀备用。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 标准储备溶液（1.00 mg/mL）

准确称取10 mg（精确至0.0001 g）莽草毒素标准品（5.2），用甲醇（5.1.1）溶解并定容至10 mL棕色容量瓶中，配制成1.00 mg/mL的标准储备液，-4 ℃下避光保存，有效期30 d。

5.4.2 标准中间溶液 (1.00 μg/mL)

准确吸取0.1 mL标准储备溶液(5.4.1)，置于100 mL棕色容量瓶中，用甲醇(5.1.1)稀释至刻度，配制成质量浓度为1.00 μg/mL的标准中间溶液。

5.4.3 标准工作溶液

分别准确吸取标准中间溶液(5.4.2) 0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL置于7个10 mL棕色容量瓶中，用甲醇(5.1.1)定容至刻度，配制成质量浓度为1 μg/L、2 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L的系列标准工作溶液。

5.5 材料

5.5.1 HLB固相萃取小柱：60 mg，3 mL。

5.5.2 微孔滤膜：0.22 μm，有机系。

6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱-串联质谱仪：带电喷雾离子源(ESI)。

6.2 天平：感量分别为0.0001 g和0.001 g。

6.3 涡旋混合器。

6.4 低温高速离心机：转速≥10 000 r/min。

6.5 超声波清洗器：控温范围为20℃~80℃。

6.6 粉碎机。

7 分析步骤

7.1 试样制备

试样制备方法如下，制备好的试样放入聚乙烯袋中保存备用：

——液态试样应摇匀；

——基质均匀的半固态试样和粉状试样应分别混合均匀；

——其他试样应进行匀浆或粉碎均匀，用粉碎机(6.6)粉碎均匀。

7.2 试样前处理

7.2.1 提取

7.2.1.1 八角

称取试样0.5 g(精确至0.001 g)于50 mL具塞离心管中，加入50 mL甲醇(5.1.1)，涡旋混匀30 s，40℃以下超声提取30 min，于10 000 r/min、4℃离心10 min，取上清液至250 mL棕色容量瓶中；重复提取1次，合并2次提取液至250 mL棕色容量瓶中，用甲醇(5.1.1)定容至刻度，混匀，待净化。

7.2.1.2 固体、半固体试样(含八角复合调味料、火锅料)

称取试样0.5 g(精确至0.001 g)于50 mL具塞离心管中，加入25.0 mL甲醇(5.1.1)，涡旋混匀30 s，40℃以下超声提取30 min，于10 000 r/min、4℃离心10 min，取上清液至50 mL棕色容量瓶中；重复提取1次，合并2次提取液至50 mL棕色容量瓶中，用甲醇(5.1.1)定容至刻度，混匀，待净化。

7.2.1.3 液体试样(含八角植物饮料、八角茴油)

称取试样1.0 g(精确至0.001 g)于10 mL具塞离心管中，加入5 mL甲醇(5.1.1)，涡旋混匀30 s，40℃以下超声提取10 min，用甲醇(5.1.1)定容至刻度，混匀，待净化。

7.2.2 活化

HLB固相萃取小柱(5.5.1)使用前先分别加入5 mL甲醇(5.1.1)、5 mL水进行活化。

7.2.3 净化

准确吸取提取液3 mL，以0.5 mL/min~1 mL/min的流速通过HLB固相萃取小柱（5.5.1），然后过0.22 μm微孔滤膜（5.5.2），上机测定。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- 色谱柱： C_{18} 柱（2.1 mm×150 mm，2.7 μm），或性能相当者；
- 流动相：A相为0.1%甲酸水溶液，B相为甲醇，梯度洗脱程序见表1；
- 流速：0.5 mL/min；
- 柱温：40 ℃；
- 进样量：2 μL。

表1 流动相洗脱参考梯度

时间(min)	流速(mL/min)	A相(%)	B相(%)
0.0	0.5	90	10
1.0	0.5	90	10
10.0	0.5	70	30
11.0	0.5	2	98
15.0	0.5	2	98
15.1	0.5	90	10
18.0	0.5	90	10

7.3.2 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- 离子源：电喷雾离子源（ESI 源）；
- 雾化气流速：3.0 L/min；
- 接口电压：4 kV；
- 干燥气流速：10.0 L/min；
- 加热气流速：10.0 L/min；
- 碰撞气：氦气；
- 接口温度：300 ℃；
- DL 温度：250 ℃；
- 加热模块温度：400 ℃；
- 扫描模式：多反应监测；
- 参考保留时间、母离子、子离子和质谱分析参数，见表2。

表2 化合物的参考保留时间、母离子、子离子和质谱分析参数

化合物	扫描方式	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Q1 pre (V)	碰撞能量 (eV)	Q3 pre (V)
莽草毒素	ESI-	5.820	372.95	164.95 ^a	26	14	18
				149.80	14	36	28
注：本方法提供的质谱条件供参考，当实验室采用不同质谱仪器时，仪器参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。							
^a 为定量离子。							

7.4 标准曲线的制作

将系列标准工作溶液（5.4.3）分别注入液相色谱-串联质谱仪，测定相应的峰面积。以系列标准工作溶液中莽草毒素浓度为横坐标，以定量离子峰面积响应值为纵坐标，绘制标准曲线。莽草毒素标准溶液色谱图见附录A中图A.1~A.2。

7.5 定性测定

在相同试验条件下，试样中被测组分的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内；且试样中被测组分定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过表3规定的范围，则可判定为试样中存在对应的被测物。

表3 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	>20~50	>10~20	≤10
允许相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.6 定量测定

将试样溶液注入液相色谱-串联质谱仪中，得到相应的峰面积，根据标准曲线得到试样溶液中莽草毒素的浓度。若试样浓度超出线性范围，用甲醇（5.1.1）进行相应地稀释，在线性范围内检测。

7.7 空白试验

除不加试样外，均按试样同法操作。

8 分析结果的表述

试样中莽草毒素的含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{\rho \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——试样中莽草毒素的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- ρ ——由标准曲线得出的试样溶液中目标化合物的浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- V ——定容体积，单位为毫升（mL）；
- f ——稀释倍数；
- m ——试样的质量，单位为克（g）；
- 1 000——单位换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留3位有效数字。

9 检出限、定量限、精密度

9.1 检出限及定量限

9.1.1 八角

当称样量为0.5 g，定容体积为250 mL时，本方法中莽草毒素的检出限为0.2 mg/kg，定量限为0.5 mg/kg。

9.1.2 八角茴油

当称样量为1.0 g，定容体积为10 mL时，本方法中莽草毒素的检出限为0.01 mg/kg，定量限为0.05 mg/kg。

9.1.3 含八角植物饮料

当称样量为1.0 g，定容体积为10 mL时，本方法中莽草毒素的检出限为0.01 mg/kg，定量限为0.05 mg/kg。

9.1.4 含八角复合调味料

当称样量为0.5 g，定容体积为50 mL时，本方法中莽草毒素的检出限为0.05 mg/kg，定量限为0.2 mg/kg。

9.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的15%。

10 试验报告

试验报告的内容包括但不限于：

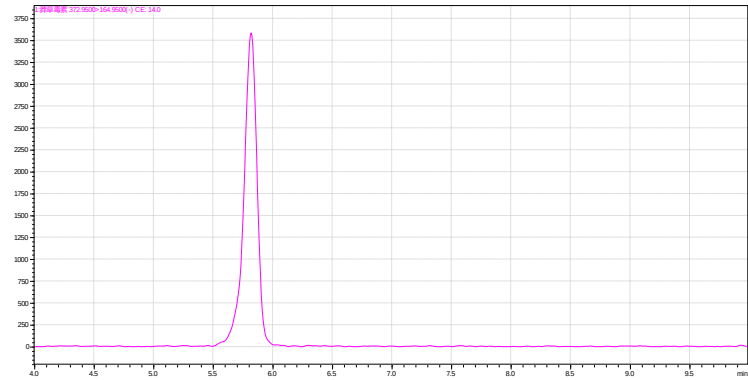
- 试验对象；
- 所使用的标准（包括发布或出版年号）；
- 所使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。



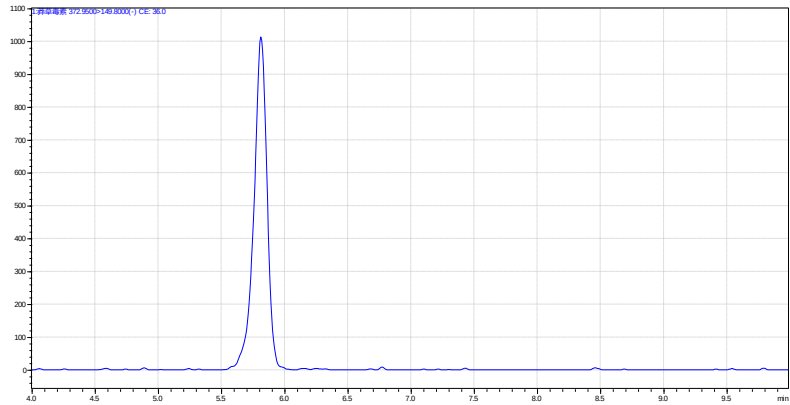
附 录 A
(资料性)

莽草毒素标准溶液多反应监测 (MRM) 典型色谱图

莽草毒素标准溶液多反应监测 (MRM) 典型色谱图见图A. 1、图A. 2。



图A. 1 莽草毒素提取离子 (372.95>164.95) 典型色谱图(10 ng/mL)



图A. 2 莽草毒素提取离子 (372.95>149.8) 典型色谱图(10 ng/mL)

中华人民共和国团体标准

八角及其制品中莽草毒素含量的测定 液相色谱-串联质谱法

T/GXAS 1327—2026

广西标准化协会统一印制

版权专有 侵权必究