

# T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 1343—2026

---

## 肉桂及其制品中香豆素含量的测定 液相色谱-串联质谱法

Determination of coumarin content in cinnamon and its products—  
Liquid chromatography-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 溶液配制 ..... 1

    5.3 标准品 ..... 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 ..... 2

    7.4 标准曲线的制作 ..... 3

    7.5 定性测定 ..... 3

    7.6 定量测定 ..... 3

    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 ..... 4

10 试验报告 ..... 4

附录 A（资料性） 香豆素标准溶液多反应监测（MRM）典型色谱图 ..... 5

## 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。

本文件主要起草人：杨黎、覃文霞、陈麒宇、黄高武、廖夏云、陆石英、冯广福、张言、韦升坚、吕晨艳、刘珈伶、黄玲、何善廉、农毅清、兰斌、杨方方、刘星、李华冰、王先锋、覃志高、陈宁周、廖浩、冯婷、王警、赵就彬、李海霞、陈清、胡王艳、韦福广、苏俞有、黄钰婷、万涛、杨慧晶、陈佳丽、李枝文、赵莉莉、黄春媛、于迪、范丽丽、陈惠莉。

# 肉桂及其制品中香豆素含量的测定 液相色谱-串联质谱法

## 1 范围

本文件描述了液相色谱-串联质谱法测定肉桂及其制品中香豆素含量的方法。

本文件适用肉桂、香油、肉桂奶茶、调味料及其制品中香豆素的测定。其他含肉桂制品可参照执行。

## 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

试样经乙腈提取，分散固相萃取净化后，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 甲酸 ( $\text{HCOOH}$ )：色谱纯。

5.1.2 乙腈 ( $\text{CH}_3\text{CN}$ )：色谱纯。

5.1.3 盐酸 ( $\text{HCl}$ )：优级纯。

5.1.4 氯化钠 ( $\text{NaCl}$ )。

### 5.2 溶液配制

5.2.1 0.5%甲酸水溶液：准确量取甲酸 (5.1.1) 5 mL，用水稀释至 1 000 mL。

5.2.2 盐酸溶液 (1 mol/L)：吸取 8.33 mL 盐酸 (5.1.3)，溶于水并稀释至 100 mL。

### 5.3 标准品

香豆素 ( $\text{C}_9\text{H}_6\text{O}_2$ , CAS号：91-64-5)：纯度 $\geq 97\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

### 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) 香豆素标准品 (5.3)，用乙腈 (5.1.2) 溶解并定容至10 mL容量瓶中，配制质量浓度为1.00 mg/mL的标准储备溶液， $-18\text{ }^\circ\text{C}$ 下避光保存，有效期8个月。

#### 5.4.2 标准中间溶液 (1.00 $\mu\text{g/mL}$ )

准确吸取0.1 mL标准储备溶液 (5.4.1)，置于100 mL容量瓶中，用乙腈 (5.1.2) 稀释至刻度，配制质量浓度为1.00  $\mu\text{g/mL}$ 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）0.02 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL置于7个10 mL容量瓶中，用乙腈（5.1.2）定容至刻度，配制成质量浓度为2 μg/L、5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L的系列标准工作溶液。

### 5.5 材料

5.5.1 微孔滤膜：0.22 μm，有机相。

5.5.2 QuEChERS 净化管：每份含 MgSO<sub>4</sub> 100 mg、PSA 50 mg、C<sub>18</sub> 50 mg。

## 6 仪器和设备

6.1 高效液相色谱-串联质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI 源）。

6.2 电子天平：感量分别为 0.0 001 g 和 0.001 g。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 超声波清洗仪。

6.5 离心机：转速≥8 000 r/min。

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

准确称取试样1.0 g（精确至0.001 g）于50 mL具塞离心管中，加2.5 mL水，震荡摇匀后加入10 mL乙腈（5.1.2）和0.25 mL的盐酸溶液（5.2.2），涡旋振荡器（6.3）震荡5 min，超声波清洗仪（6.4）超声提取15 min，离心机（6.5）在8 000 r/min下离心5 min，将上清液转移至另一干净离心管，加入10 mL乙腈重复提取1次，离心后合并上清液，加入5 g氯化钠（5.1.4），振摇1 min，8 000 r/min离心5 min，上层有机层作为待净化液。

#### 7.2.2 净化

取7.2.1的待净化液1.5 mL，置于QuEChERS净化管（5.5.2）中，涡旋振荡器（6.3）震荡1 min，离心机（6.5）在8 000 r/min下离心5 min，上清液用微孔滤膜（5.5.1）过滤，即为待测液，可根据实际浓度适当用乙腈（5.1.2）稀释至标准工作溶液线性范围内，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：

a) 色谱柱：C<sub>18</sub>柱（100 mm×2.1 mm，1.7 μm），或性能相当者；

b) 流动相：A为0.5%甲酸水溶液（5.2.1），B为乙腈（5.1.2），梯度洗脱程序见表1；

c) 流速：0.3 mL/min；

d) 柱温：40 ℃；

e) 进样量：5 μL。

表1 液相色谱梯度洗脱条件

| 时间 (min) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|----------|-----------|-----------|
| 0.0      | 70        | 30        |
| 4.0      | 40        | 60        |
| 5.0      | 2         | 98        |
| 6.0      | 2         | 98        |
| 6.1      | 70        | 30        |
| 8.0      | 70        | 30        |

7.3.2 质谱参考条件

- 质谱参考条件如下：
- a) 离子源：电喷雾离子源（ESI 源）；
  - b) 扫描方式：多反应监测（MRM）；
  - c) 接口温度：300 ℃；
  - d) DL 温度：250 ℃；
  - e) 加热块温度：400 ℃；
  - f) 雾化气流量：3.00 L/min；
  - g) 加热气流量：10.00 L/min；
  - h) 干燥气流量：10.00 L/min；
  - i) 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

| 化合物名称                                                    | 扫描方式 | 保留时间<br>(min) | 母离子<br>(m/z) | 子离子<br>(m/z)       | Q1 pre<br>(V) | 碰撞能量<br>(eV) | Q3 pre<br>(V) |
|----------------------------------------------------------|------|---------------|--------------|--------------------|---------------|--------------|---------------|
| 香豆素                                                      | ESI+ | 2.817         | 147.10       | 91.20 <sup>a</sup> | -6.0          | -27          | -36.0         |
|                                                          |      |               |              | 103.00             | -6.0          | -18          | -10.0         |
| 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。 |      |               |              |                    |               |              |               |
| <sup>a</sup> 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。以系列标准工作液中香豆素浓度为横坐标，以定量离子峰面积响应值为纵坐标，绘制标准曲线。香豆素标准溶液色谱图见附录A中图A.1。

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香豆素的浓度。若检测样品浓度超出线性范围，应进行相应地稀释，使之在线性范围内再检测。

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

试样中香豆素的含量按公式（1）计算：

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

式中：

- $X$  ——试样中待测组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- $\rho$  ——从标准曲线得到的香豆素的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；
- $V$  ——试样溶液体积，20 mL；
- $f$  ——稀释倍数；
- $m$  ——样品称样量，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

当称样量为1 g，定容体积为20 mL时，本方法中香豆素的检出限为0.6  $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为1.8  $\mu\text{g/kg}$ 。

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得超过算术平均值的15%。

10 试验报告

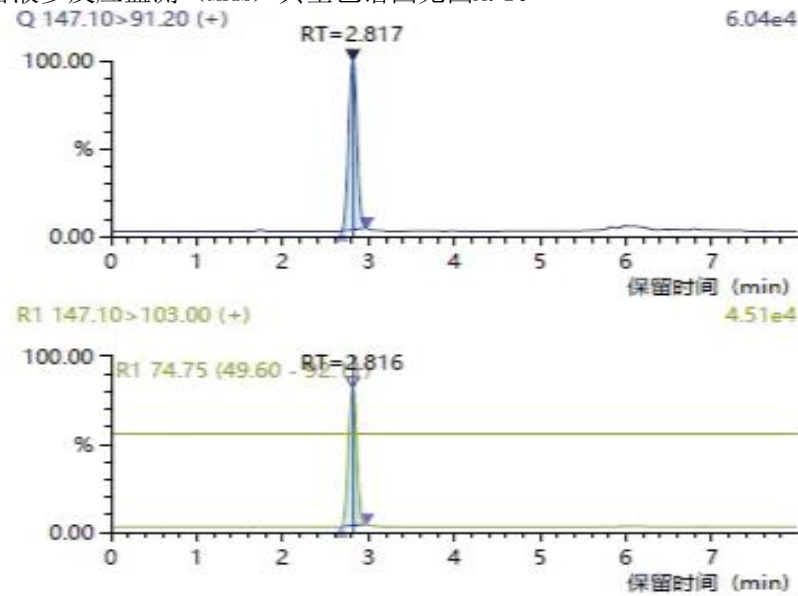
试验报告的内容包括但不限于：

- 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)

香豆素标准溶液多反应监测（MRM）典型色谱图

香豆素标准溶液多反应监测（MRM）典型色谱图见图A. 1。



图A. 1 香豆素标准溶液多反应监测（MRM）典型色谱图（50 ng/mL）

中华人民共和国团体标准  
肉桂及其制品中香豆素含量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
T/GXAS 1343—2026  
广西标准化协会统一印制  
版权专有 侵权必究