

# T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 1471—2026

---

## 榴莲中碱性嫩黄 O 的测定 液相色谱-串联 质谱法

Determination of Auramine O in durian — Liquid chromatography-tandem  
mass spectrometry method

2026 – 10 – 12 发布

2026 – 10 – 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 试样 ..... 2

    7.1 试样制备和保存 ..... 2

    7.2 样品前处理 ..... 2

8 分析步骤 ..... 3

    8.1 仪器参考条件 ..... 3

    8.2 标准工作曲线绘制 ..... 3

    8.3 定性确认 ..... 3

    8.4 定量测定 ..... 4

    8.5 空白试验 ..... 4

9 结果计算 ..... 4

10 回收率与精密度 ..... 4

    10.1 灵敏度 ..... 4

    10.2 正确度 ..... 4

    10.3 精密度 ..... 4

11 试验报告 ..... 4

附录 A（资料性） 碱性嫩黄 O 标准溶液特征离子色谱图（1 ng/mL） ..... 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。

本文件由中国检验认证集团广西有限公司提出并宣贯。

本文件由广西标准化协会归口。

本文件起草单位：中国检验认证集团广西有限公司、南宁海关技术中心、凭祥海关综合技术服务中心、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、中国检验认证集团越南有限公司、广西中检验检测技术服务有限公司、东兴海关综合技术服务中心、广西大学、广西环保产业发展研究院有限公司、防城港市知识产权保护中心、钦州市检验检测中心、广西标准化协会。

本文件主要起草人：兰淑惠、金其扬、黄秋琳、陆子君、任鹏炜、付敏、司露露、段保屹、曹振、覃浩杰、韦映梅、刘欢群、冯华怡、黄素萍、谭灵、韦鑫、黄崇杏、王爱、白永庆、黄嵩、霍伶、梁凤珍、蓝冬丽、李晨曦、梁家立、禰锦升、杨波、苏子华。



# 榴莲中碱性嫩黄O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

本文件描述了榴莲果皮和榴莲果肉中碱性嫩黄O的液相色谱-串联质谱定性定量测定方法。本文件适用于榴莲果皮和榴莲果肉中碱性嫩黄O的测定，榴莲制品可参照执行。

## 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

试样用0.1%甲酸乙腈提取，榴莲果皮提取液不净化，榴莲果肉提取上清液经分散固相萃取净化后，均用液相色谱-三重四极杆质谱联用仪检测，采用外标法定量。

## 5 试剂和材料

### 5.1 试剂

除另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1.1 乙腈 ( $C_2H_5N$ )：色谱纯。

5.1.2 乙酸铵 ( $CH_3COONH_4$ )：色谱纯。

5.1.3 甲酸 ( $HCOOH$ )：优级纯。

5.1.4 无水硫酸镁 ( $MgSO_4$ )。

5.1.5 无水硫酸钠 ( $Na_2SO_4$ )。

### 5.2 溶液配制

5.2.1 0.1%甲酸水溶液（含5 mmol/L 乙酸铵）：称取0.385 g 乙酸铵（5.1.2），加入适量水溶解，再加入1 mL 甲酸（5.1.3），用水定容至1 000 mL。

5.2.2 0.1%甲酸乙腈溶液：量取适量乙腈（5.1.1），加入1 mL 甲酸（5.1.3），用乙腈（5.1.1）定容至1 000 mL。

### 5.3 标准品

碱性嫩黄O：( $C_{17}H_{22}ClN_3$ ，CAS号：2465-27-2)：纯度 $\geq 90\%$ ，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 标准品储备液（1 mg/mL）：准确称取标准品（5.3）10 mg（精确至0.01 mg），用乙腈溶解定容

至 10 mL，配制成质量浓度为 1 mg/mL 的标准品储备液，0℃~4℃保存，有效期 3 个月。

5.4.2 标准中间液 I 的配制（10 μg/mL）：准确移取标准品储备液（5.4.1）0.1 mL，置于 10 mL 容量瓶中，用乙腈（5.1.1）定容至刻度，混匀，0℃~4℃保存，有效期 1 个月。

5.4.3 标准中间液 II 的配制（1 μg/mL）：准确移取标准中间液 I（5.4.2）1 mL，置于 10 mL 容量瓶中，用乙腈（5.1.1）定容至刻度，混匀，配制成质量浓度为 1 μg/mL 的标准中间液，0℃~4℃保存，有效期 1 周。

5.4.4 标准系列工作溶液的配制：吸取适量体积的标准中间液 II（5.4.3）用乙腈（5.1.1）稀释成浓度为 0.1 ng/mL、0.2 ng/mL、0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 的标准工作溶液，临用现配。

注：在配制标准品储备液时，要注意将标准品纯度折算进储备液浓度中。

## 5.5 材料

5.5.1 聚丙烯离心管：15 mL，50 mL。

5.5.2 PTFE 微孔滤膜（有机系）：0.22 μm，0.45 μm。

5.5.3 十八烷基硅烷键合硅胶（C18）：40 μm~100 μm。

5.5.4 QuEChERS 净化粉末：每份含 C<sub>18</sub>（5.5.3）150 mg、MgSO<sub>4</sub>（5.1.4）300 mg。

## 6 仪器和设备

6.1 液相色谱-三重四极杆串联质谱仪，配有电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量分别为 0.01 mg 和 1 mg。

6.3 组织研磨仪。

6.4 匀浆机。

6.5 离心机：转速≥4 000 r/min。

6.6 超声波提取仪，超声功率不低于 500 W。

6.7 涡旋混合器。

## 7 试样

### 7.1 试样制备和保存

7.1.1 将榴莲果肉与果皮分离后，分别制样。

7.1.2 榴莲果皮制样：取代表性榴莲果皮样品，切去白色软质内果皮，留下刺状外壳和厚度小于 5 mm 的硬质皮，将其切成小块，用四分法取不少于 200 g 的样品用组织研磨仪（6.3）均质至样品完全均匀粉碎，放入聚乙烯瓶或袋中，置于-18℃冰箱中保存，待检。

7.1.3 榴莲果肉的制样：取代表性榴莲果肉（可食部分，不少于 200 g），去核，置于洁净的匀浆机（6.4）匀浆后，装入洁净的聚乙烯样品瓶或密封袋中，于-18℃冰箱中保存，待检。

注：重点关注防止样品之间的交叉污染，防止果肉与果皮之间相互污染。在制样过程中，样与样之间勤换手套，使用 70℃ 以上的水清洗制样工具。

### 7.2 样品前处理

#### 7.2.1 榴莲果皮

7.2.1.1 称取 2 g 榴莲果皮（7.1.2）（精确至 0.001 g），置于 50 mL 聚丙烯离心管（5.5.1）中，准确加入 10.0 mL 的 0.1% 甲酸乙腈溶液（5.2.2），再加入 2 g 无水硫酸钠（5.1.5），涡旋混合器（6.7）混匀 5 min，超声波提取仪（6.6）超声 10 min，用离心机（6.5）设置转速 4 000 r/min，离心 5 min。

7.2.1.2 吸取榴莲果皮提取液（7.2.1.1）过 PTFE 微孔滤膜（5.5.2），可根据样品实际浓度用 0.1% 甲酸乙腈溶液（5.2.2）适当稀释至线性范围内，供液相色谱-三重四极杆串联质谱仪测定。

#### 7.2.2 榴莲果肉

7.2.2.1 称取 2 g 榴莲果肉（7.1.3）（精确至 0.001 g），其他操作按 7.2.1.1 的规定执行。

7.2.2.2 吸取 5 mL 榴莲果肉提取液 (7.2.2.1)，置于含有 QuEChERS 净化粉末 (5.5.4) 的 15 mL 聚丙烯离心管 (5.5.1) 中，涡旋混合器 (6.7) 涡旋振荡 5 min，用离心机 (6.5) 设置转速 4 000 r/min 离心 5 min，取上清液过 PTFE 微孔滤膜 (5.5.2)，可根据样品实际浓度用 0.1% 甲酸乙腈溶液 (5.2.2) 适当稀释至线性范围内，供液相色谱-三重四极杆串联质谱仪测定。

## 8 分析步骤

### 8.1 仪器参考条件

#### 8.1.1 液相色谱参考条件为：

- 色谱柱： $C_{18}$ ，2.1×100 mm，1.9  $\mu\text{m}$ ，或性能相当者；
- 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 进样量：2  $\mu\text{L}$ ；
- 流速：0.3 mL/min；
- 流动相：A 相为 0.1% 甲酸水溶液（含 5 mmol/L 乙酸铵）(5.2.1)，B 相为乙腈 (5.1.1)，梯度洗脱详见表 1。

表1 流动相组成及梯度洗脱程序

| 梯度时间/min | 流动相 A/% | 流动相 B/% |
|----------|---------|---------|
| 0        | 80      | 20      |
| 5.0      | 10      | 90      |
| 5.1      | 80      | 20      |
| 7.0      | 80      | 20      |

#### 8.1.2 质谱参考条件为：

- 离子源：电喷雾电离 (ESI)；
- 扫描方式：正离子扫描；
- 扫描模式：多反应监测 (MRM)；
- 雾化气流量：3 L/min；
- 加热气流量：10 L/min；
- 接口温度：300  $^{\circ}\text{C}$ ；
- 干燥气流量：10 L/min；
- 定性、定量离子对和质谱分析参数见表 2。

表2 化合物的定性、定量离子对和质谱分析参数

| 化合物名称               | 电离方式             | 母离子（前体离子）（m/z） | 子离子（产物离子）（m/z）     | 碰撞能量（eV） |
|---------------------|------------------|----------------|--------------------|----------|
| 碱性嫩黄 O              | ESI <sup>+</sup> | 267.7          | 147.1 <sup>a</sup> | 28       |
|                     |                  | 267.7          | 252.2              | 32       |
| <sup>a</sup> 为定量离子。 |                  |                |                    |          |

### 8.2 标准工作曲线绘制

将标准系列工作溶液 (5.4.4) 分别注入液相色谱-串联质谱仪中，测定相应的峰面积，以标准系列工作液中目标化合物的浓度为横坐标，以定量离子色谱峰的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

### 8.3 定性确认

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  $\pm 2.5\%$  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化合物。

表3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

| 相对丰度（基峰） | >50% | >20%~50% | >10%~20% | ≤10% |
|----------|------|----------|----------|------|
| 最大允许偏差   | ±20% | ±25%     | ±30%     | ±50% |

8.4 定量测定

将标准工作溶液（5.4.4）和试样溶液注入液相色谱-串联质谱仪中，用标准工作曲线（8.2）计算试样溶液中被测组分的浓度。被测物的响应值应在仪器检测的线性范围内，如果含量超过标准曲线范围，应当稀释到标准曲线范围内进行检测。碱性嫩黄O标准溶液特征离子色谱图（1 ng/mL）见附录A图A.1。

8.5 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

9 结果计算

试样中被测组分的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times 1000}{m \times 1000} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——被测组分的含量，单位为微克每千克（μg/kg）；
- ρ ——从标准工作曲线得到的目标化合物的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- ρ<sub>0</sub> ——从标准工作曲线得到空白试验的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- V ——最终定容体积，单位为毫升（mL）；
- m ——最终定容试样溶液所代表试样的质量，单位为克（g）；
- f ——稀释倍数；
- 1 000——换算系数。

注：榴莲果皮和榴莲果肉中碱性嫩黄O含量的结果分别出具，结果保留3位有效数字。

10 回收率与精密度

10.1 灵敏度

本方法榴莲果皮、榴莲果肉中碱性嫩黄O的检出限为0.5 μg/kg，定量限为1.0 μg/kg。

10.2 正确度

在0.5 μg/kg~5 μg/kg的添加浓度水平时，榴莲果皮中的碱性嫩黄O含量回收率范围为82.6%~120%，榴莲果肉中的碱性嫩黄O含量回收率范围为73.5%~120%。

10.3 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

11 试验报告

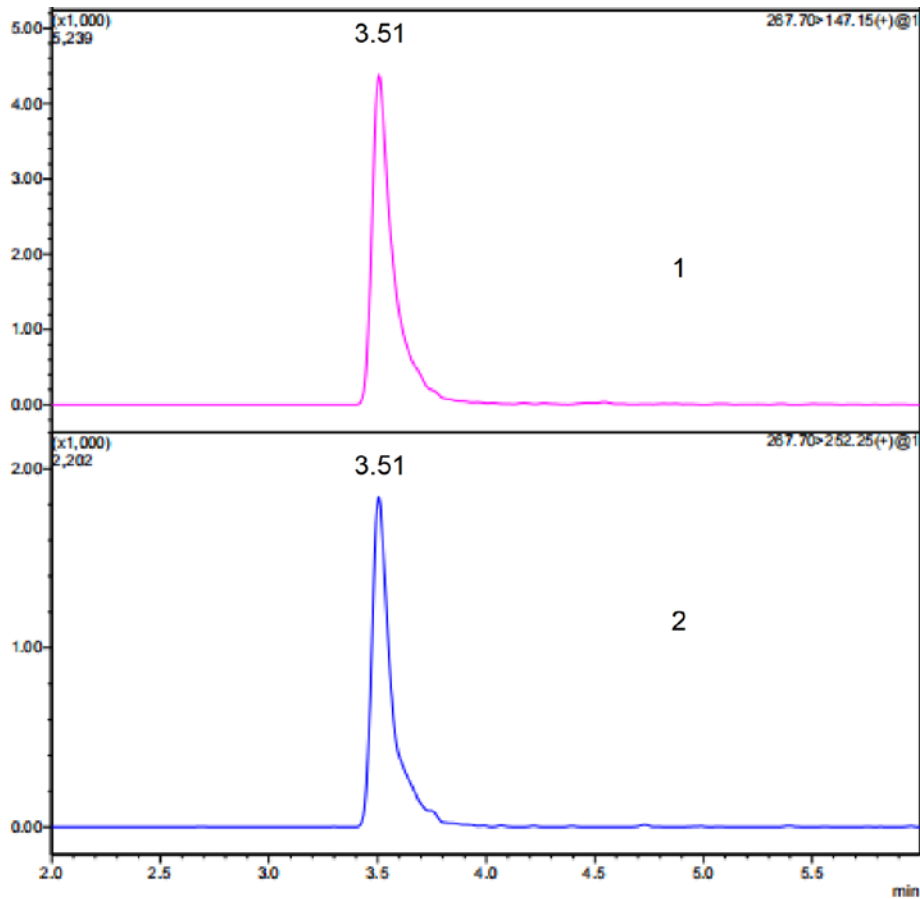
试验报告的内容包括但不限于：

- 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)；
- 检出限；
- 结果；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A  
(资料性)

碱性嫩黄 O 标准溶液特征离子色谱图 (1 ng/mL)

碱性嫩黄O标准溶液特征离子色谱图 (1 ng/mL) 见图A. 1。



标引序号说明:

1——碱性嫩黄O定量离子对质量色谱图(267.70 / 147.15);

2——碱性嫩黄O定性离子对质量色谱图(267.70 / 252.25)。

图A. 1 碱性嫩黄 O 标准溶液特征离子色谱图 (1 ng/mL)

中华人民共和国团体标准  
榴莲中碱性嫩黄O的测定 液相色谱-串联质谱法  
T/GXAS 1471—2026  
广西标准化协会统一印制  
版权专有 侵权必究