



# 中华人民共和国国家标准

GB/T××××—××××

## 蜂蜜中 17-三十五烯含量的测定 气相色谱质谱法

Determination 17-pentatriacontene in honey—  
gas chromatography– mass spectrometry method

（征求意见稿）

20××-××-××发布

20××-××-××实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会



## 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》的规定起草。

本文件由全国蜂产品标准化工作组（SWG2）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

# 蜂蜜中 17-三十五烯含量的测定 气相色谱质谱法

## 1 范围

本文件规定了蜂蜜中17-三十五烯含量测定的气相色谱质谱法。

本文件适用于蜂蜜中17-三十五烯含量的测定。

## 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

试样用水溶解，石油醚提取，浓缩后经弗罗里硅土柱固相萃取净化，气相色谱-质谱法测定，外标法定量。

## 5 试剂和材料

### 5.1 试剂

5.1.1 异辛烷：色谱纯。

5.1.2 正己烷：色谱纯。

5.1.3 石油醚：色谱纯，沸程 35 °C - 60 °C。

5.1.4 水：GB/T 6682 规定的一级水。

### 5.2 标准品

5.2.1 17-三十五烯标准物质（CAS：6971-40-0）：17-Pentatriacontene， $C_{35}H_{70}$ ，纯度 $\geq 98\%$ 。

### 5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备液（1 mg/mL）：称取 17-三十五烯标准物质 10 mg，置于 10 mL 容量瓶中，加异辛烷溶解、稀释至刻度，配制成浓度为 1 mg/mL 的 17-三十五烯标准储备液。2-8 °C 保存，有效期 6 个月。

### 5.4 材料

5.4.1 弗罗里硅土固相萃取柱：1000 mg/6 mL，或相当者。

5.4.2 过滤膜：有机系，0.22  $\mu\text{m}$ 。

## 6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪：配有电子轰击源（EI）。

6.2 分析天平：感量 0.00001 g 和 0.001 g 各一台。

6.3 高速离心机。

6.4 固相萃取装置。

6.5 氮吹仪。

6.6 涡旋混合器。

## 7 试样制备与保存

7.1 试样的制备

对无结晶的实验室样品，将其搅拌均匀。对有结晶的样品，在密闭情况下，置于不超过 60 °C 的水浴中温热，振荡，待样品全部融化后搅匀，冷却至室温。分出 0.5 kg 作为试样。制备好的试样置于样品瓶中，密封，并做上标记。

7.2 试样的保存

将试样于常温下保存。

8 测定步骤

8.1 提取

称取试样 5 g（精确至 0.01 g）置于 50 mL 离心管，加入水 10 mL，涡旋混匀。加入石油醚 20 mL，振荡 30 min，10 000 r/min 离心 10 min，收集上清液。残渣中加石油醚 20 mL，重复提取 1 次，合并 2 次提取液，40 °C 水浴氮气吹干，用正己烷 2 mL 复溶，涡旋混匀，获得提取液备用。

8.2 净化

固相萃取柱用正己烷 6 mL 活化后，取提取液上样至固相萃取柱，用正己烷 10 mL 洗脱，收集所有流出物，40 °C 水浴氮气吹干，加入正己烷 1 mL，涡旋 1 min 溶解残余物，过滤至进样瓶，供气相色谱-质谱测定。

8.3 基质匹配标准曲线的配制

精密量取标准储备液适量，分别加入 6 份经提取和净化的空白试样残渣中，40 °C 水浴氮气吹干，加入正己烷 1 mL，涡旋溶解残余物，配制成浓度为 2.5 µg/mL、5 µg/mL、10 µg/mL、20 µg/mL、50 µg/mL、100 µg/mL 的基质匹配系列标准溶液，过滤至进样瓶，气相色谱-质谱仪测定。

8.4 测定

8.4.1 气相色谱条件

- a) 色谱柱：5%苯基-95%甲基聚硅氧烷（15 m×0.25 mm×0.25µm）石英毛细管柱，或相当者；
- b) 色谱柱温度：60 °C 保持 1 min，然后以 30 °C/min 升至 310 °C，保持 6 min；
- c) 载气：氦气，流速：1.5 mL/min；
- d) 进样口温度：310 °C；
- e) 进样量：1 µL；
- f) 进样方式：分流进样，分流比：10：1。

8.4.2 质谱条件

- a) 离子源温度：230 °C；
- b) 传输线温度：310 °C；
- c) 检测方式：选择离子扫描（SIM）；
- d) 选择离子扫描参数见表 1。

表 1 17-三十五烯选择离子扫描参数

| 中文名称    | 英文名称                | 选择离子                      | 定量离子  |
|---------|---------------------|---------------------------|-------|
| 17-三十五烯 | 17-Pentatriacontene | 97.1, 111.1, 125.1, 490.6 | 490.6 |

8.5 气相色谱-质谱测定

8.5.1 定性确证

在相同实验条件下，试样溶液中 17-三十五烯的保留时间与基质匹配标准溶液中该化合物的保留时间偏差在 ±2.5% 之内，所有离子都出现，且相对离子丰度与浓度相当的基质匹配标准溶液相对离子丰度

一致，其偏差应符合表 2 的要求。

表 2 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% |
| 允许的相对偏差 | ±20%  | ±25%      | ±30%      | ±50%  |

#### 8.5.2 定量测定

按照 8.4.1 和 8.4.2 设定仪器条件，以基质匹配标准溶液浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，作单点或多点校准，按外标法计算试样中药物的残留量。基质匹配标准溶液及试样溶液中的目标物响应值均应在仪器检测的线性范围内。

#### 8.5 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行试验测定。

#### 8.6 空白试验

除不加试样外，采用完全相同的测定步骤进行测定。。

### 9 结果计算

结果按式（1）计算：

$$X = C \times \frac{V}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X$  —— 试样中被测组分含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$C$  —— 从标准工作曲线上得到的被测组分溶液浓度，单位为毫克每升（μg/mL）；

$V$  —— 样品溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$  —— 所称试样的质量，单位为克（g）。

注：计算结果应扣除空白值，结果保留 3 位有效数字或小数点后 1 位。

### 10 定量限

本方法中17-三十五烯的定量限为1.0 mg/kg。

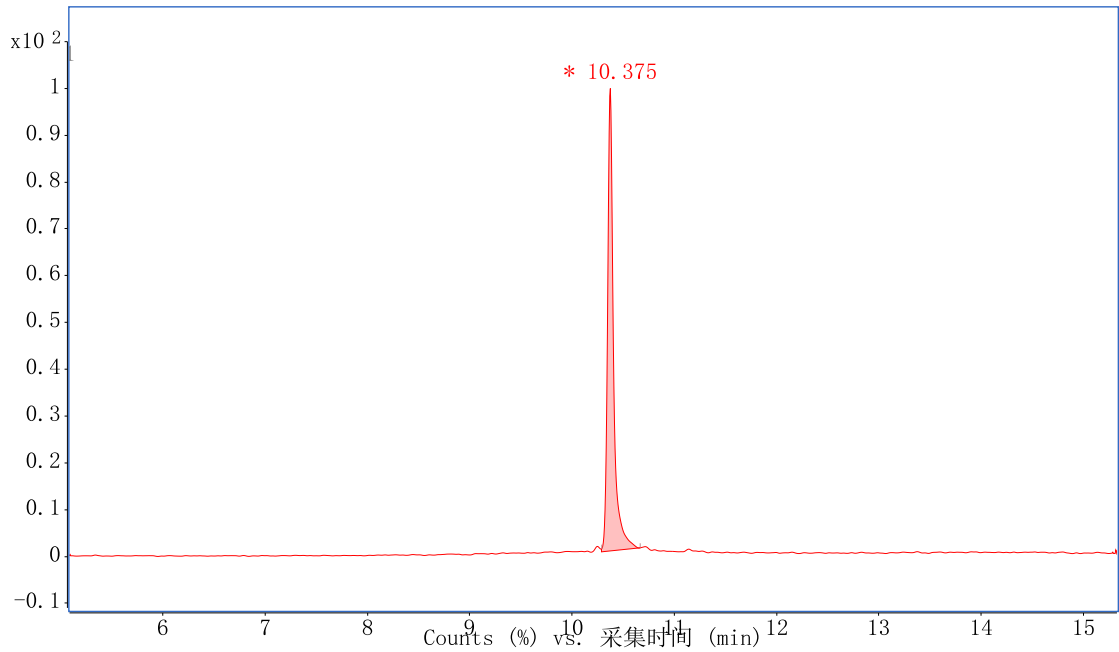
### 11 精密度

两次平行测量的标准偏差不超过其算数平均值的 15%。

附 录 A  
(资料性)

17-三十五烯的定量离子（490.6）色谱图

17-三十五烯的定量离子（490.6）色谱图见图A.1



图A.1 17-三十五烯（浓度为50  $\mu\text{g/mL}$ ）的定量离子（490.6）色谱图