



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5730—2025

出口水产品中丁香酚、异丁香酚、 甲基丁香酚和甲基异丁香酚的测定 气相色谱—质谱法

Determination of eugenol, isoeugenol, methyl eugenol, methyl isoeugenol in
aquatic products for export — GC-MS method

2025-12-11 发布

2026-07-01 实施

中华人民共和国海关总署 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》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。

本文件由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本文件起草单位：中华人民共和国湛江海关、湛江市食品药品检验所。

本文件主要起草人：黄武、孙良娟、丁秀琼、李红权、刘建芳、高平、刘骁、唐媛媛、孙艳波。

出口水产品中丁香酚、异丁香酚、 甲基丁香酚和甲基异丁香酚的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了出口水产品中丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚的气相色谱-质谱测定方法。

本文件适用于罗非鱼、鲳鱼、对虾、蟹、贝类可食组织中丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚的测定，其他水产品参照执行。

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

试样中丁香酚类化合物用乙腈提取，经吸附剂分散固相萃取净化后，采用气相色谱-质谱仪检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除特殊注明外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈：色谱纯。

5.1.2 氯化钠。

5.1.3 无水硫酸镁：550℃灼烧4 h，在干燥器中冷却至室温，贮于密封瓶中备用。

5.2 标准品

5.2.1 丁香酚（ $C_{10}H_{12}O_2$ ，CAS号：97-53-0），纯度均 $\geq 97\%$ 。

5.2.2 异丁香酚（ $C_{10}H_{12}O_2$ ，CAS号：97-54-1），纯度均 $\geq 97\%$ 。

5.2.3 甲基丁香酚（ $C_{11}H_{14}O_2$ ，CAS号：93-15-2），纯度均 $\geq 97\%$ 。

5.2.4 甲基异丁香酚 ($C_{11}H_{14}O_2$, CAS号: 93-16-3), 纯度均 $\geq 97\%$ 。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 标准储备溶液: 分别准确称取适量的丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚4种标准品(5.2), 用乙腈(5.1.1)配制成浓度均为1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的单一标准储备溶液。 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下条件避光保存, 有效期6个月。

5.3.2 标准中间溶液: 分别移取适量的丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚标准储备溶液(5.3.1), 用乙腈(5.1.1)稀释成浓度为丁香酚(10.0 $\mu\text{g/mL}$)、异丁香酚(10.0 $\mu\text{g/mL}$)、甲基丁香酚(10.0 $\mu\text{g/mL}$)、甲基异丁香酚(10.0 $\mu\text{g/mL}$)混合标准中间溶液。 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下条件避光保存, 有效期3个月。

5.3.3 系列标准工作溶液: 根据需要, 用乙腈(5.1.1)稀释上述混合标准中间溶液(5.3.2), 配制成最终浓度为20 ng/mL 、50 ng/mL 、100 ng/mL 、200 ng/mL 、400 ng/mL 的系列混合标准溶液, 临用时配制。

5.4 材料

5.4.1 *N*-丙基乙二胺(PSA): 粒径40 μm ~63 μm 。

5.4.2 十八烷基键合硅胶(C18): 粒径40 μm ~63 μm 。

5.4.3 石墨化碳黑(GCB): 粒径38 μm ~125 μm 。

5.4.4 微孔滤膜: 0.22 μm , 有机相滤膜。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱仪: 配有电子轰击电离(EI)离子源。

6.2 分析天平: 感量分别为0.000 1 g和0.001 g。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 超声波清洗机。

6.5 离心机: 转速不低于4 000 r/min。

6.6 均质仪。

7 试样制备与保存

7.1 试样制备

取代表性的样品, 鱼类清洗后, 去鱼鳞、头、骨、内脏得鱼肉; 虾类清洗后, 去虾头、虾皮、肠腺得虾肉; 蟹类清洗后去壳得蟹肉; 贝类清洗后收集全部软组织和体液。试样可食部分用食品绞肉机捣碎均匀, 将试样均分成两份, 分别装入样品瓶中, 密封, 并标明标记。一份作为试验样, 另一份留存样。

7.2 试样保存

$-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷冻保存。

8 分析步骤

8.1 提取

称取试样5.0 g(精确至0.001 g)于50 mL离心管中, 加入2 mL水, 再用移液器准确移入10 mL乙腈(5.1.1), 均质混匀后, 加入3 g氯化钠(5.1.2)、5 g无水硫酸镁(5.1.3), 盖紧塑料旋塞, 充分涡旋混匀后超声5 min, 4 000 r/min离心10 min。取上层提取液待净化。

8.2 净化

称取 200 mg 无水硫酸镁（5.1.3）、100 mg PSA（5.4.1）、50 mg C₁₈（5.4.2）及 15 mg GCB（5.4.3）置于 10 mL 玻璃离心管中，吸取上层提取液 2 mL 加入玻璃离心管中，在涡旋振荡器上混合 1 min，4 000 r/min 离心 5 min，上层溶液约 1 mL 过 0.22 μm 有机滤膜（5.4.4），供 GC-MS 分析。

8.3 测定

8.3.1 气相色谱-质谱法参考条件

仪器参考条件如下：

- a) 色谱柱：DB-5MS 5% 苯基-甲基聚硅氧烷毛细管色谱柱（30 m × 0.25 μm × 0.25 μm），或性能相当者。
- b) 柱温度程序：初始温度 100 ℃，保持 1 min，以 10 ℃/min 升温至 280 ℃，保持 6 min；
- c) 进样口温度：280 ℃；
- d) 色谱-质谱接口温度：280 ℃；
- e) 离子源温度：230 ℃；
- f) 载气：氦气，纯度 ≥ 99.999%，控制方式：恒压，压力：60.4 kPa ~ 77.5 kPa；
- g) 电离方式：EI 源；
- h) 电离能量：70 eV；
- i) 测定方式：选择离子监测方式；
- j) 进样方式：不分流进样；
- k) 进样量：1.0 μL；
- l) 溶剂延迟：4.5min。

8.3.2 定性测定

如果试样待测液中检出的色谱峰保留时间与标准工作溶液相一致（±0.5%），并且选择离子的相对丰度与标准工作溶液的相对丰度的相对偏差符合表 1 的要求，可定性判定目标化合物存在。在上述色谱条件下，丁香酚类化合物的参考保留时间、定量离子、定性离子见表 2。

表 1 GC-MS 定性确证相对离子丰度的最大允许偏差

相对丰度（基峰）/%	>50	>20 ~ 50（含）	>10 ~ 20（含）	≤ 10
允许的相对偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

表 2 丁香酚类化合物的参考保留时间、定量离子、定性离子和丰度比

序号	化合物名称	保留时间 min	选择离子	
			定量离子	定性离子
1	丁香酚	5.38	164	149, 131
2	甲基丁香酚	5.92	178	107, 147
3	异丁香酚	6.49	164	149, 103
4	甲基异丁香酚	7.01	178	107, 163

8.3.3 定量测定

分别移取适量的系列标准工作溶液（5.3.3）和样品溶液（8.2），按照 8.3.1 的条件进行分析。以系

列标准工作溶液的浓度为横坐标，以定量离子色谱峰的峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。样品溶液中各组分的响应值均应在标准曲线范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析。

8.4 空白实验

除不称取样品外，均按上述测定条件和步骤进行。

8.5 结果计算和表述

试样中各种丁香酚类化合物含量按公式（1）计算。

$$X = \frac{c \times V}{m \times 1000} \times f \quad (1)$$

式中：

X ——样品中被测组分的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——样品溶液中被测组分的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

V ——样品提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品的质量，单位为克（g）；

f ——稀释倍数。

计算结果应扣除空白试验值。

9 检出限和定量限

本方法丁香酚、甲基丁香酚、异丁香酚和甲基异丁香酚的检出限为0.02 mg/kg。

本方法丁香酚、甲基丁香酚、异丁香酚和甲基异丁香酚的定量限为0.05 mg/kg。

10 回收率和精密度

在添加浓度为0.05 mg/kg ~ 0.50mg/kg的范围内，回收率在70.0% ~ 120%之间，相对标准偏差小于20%。

附 录 A
(资料性)
4 种丁香酚类化合物色谱和质谱图

4 种丁香酚类化合物色谱和质谱图见图 A.1~图 A.4。

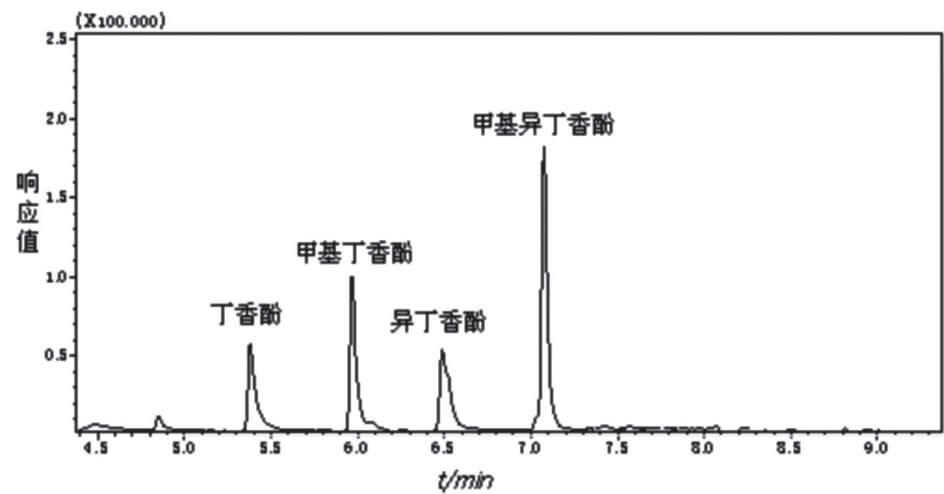


图 A.1 4 种丁香酚类化合物气质联用总离子流图 (2.0 $\mu\text{g/mL}$)

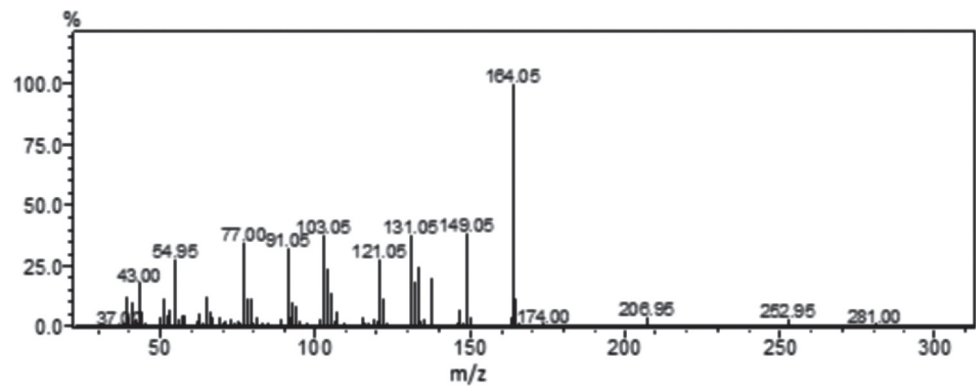


图 A.2 丁香酚质谱图

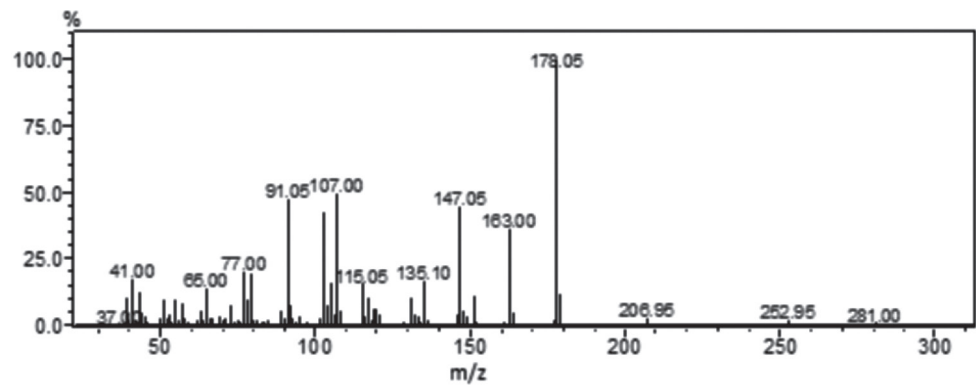


图 A.3 甲基丁香酚质谱图

以正式出版文本为准

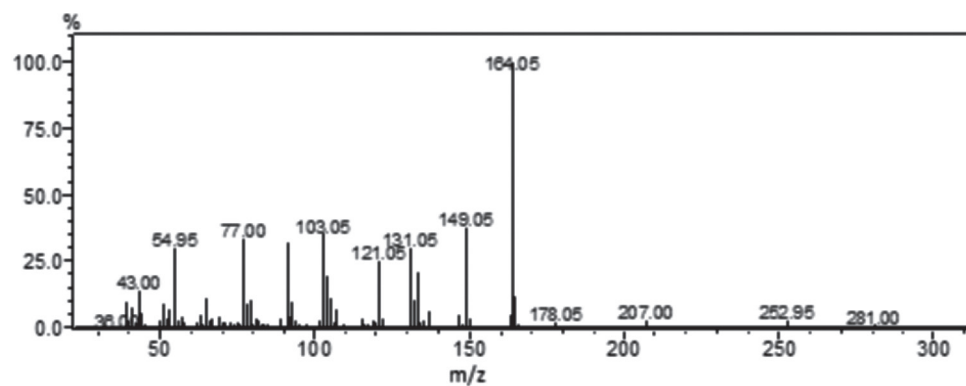


图 A.4 异丁香酚质谱图

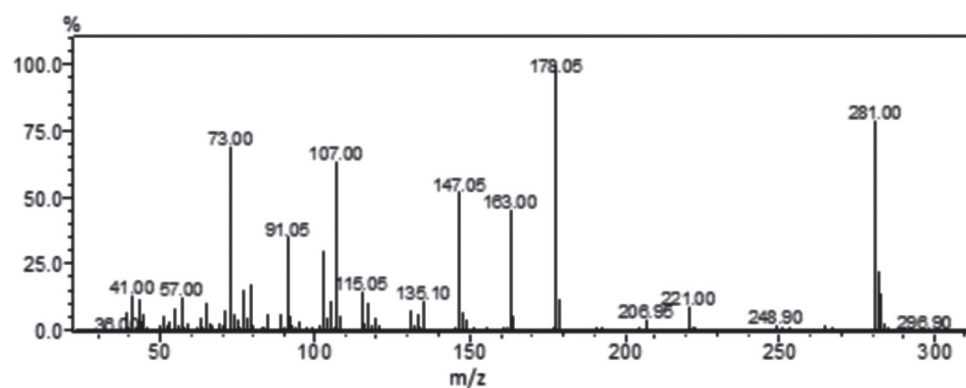


图 A.5 甲基异丁香酚质谱图

以正式出版文本为准

以正式出版文本为准

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口水产品中丁香酚、异丁香酚、
甲基丁香酚和甲基异丁香酚的测定
气相色谱 – 质谱法
SN/T 5730—2025

*

中国海关出版社有限公司出版发行
北京市朝阳区东四环南路甲1号(100023)
编辑部: (010) 65194242-7530

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2026年1月第一版 2026年1月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155175·1243 定价 16.00 元



SN/T 5730-2025