

## GC-MS 应用于茶叶中咖啡因的测定

### 1、实验步骤:

将干茶叶碾碎,精密称取 6g,置于 20mL 的顶空瓶中,压紧瓶盖。放置到顶空进样器上,一定温度下加热至设定时间,用气密进样针取样,进 GC/MS 分析。

### 2、仪器及参数

MSQ8100 GC/MS 气质联用仪 (上海舜宇恒平科学仪器有限公司);

配 DB-5ms 30m × 0.25mm × 0.25um 毛细管柱;

进样口温度: 210℃;

柱温: 初始温度 50℃ 保持 2min, 以升温速率 5℃, 升温至 140℃, 再以升温速率 10℃, 末温 250℃ 保持 4min;

柱流量: 1mL/min (恒流);

分流比: 10: 1;

传输线温度: 250℃ ;

离子源温度: 200℃;

质量扫描范围: 35~250amu;

电离能量: 70eV;

电子倍增器电压: 1400V;

#### 顶空法条件

装置: DJ-200T 顶空进样器;

温度: 100℃ ;

平衡时间: 45min;

进样量: 200uL;

### 3、实验结果

通过对分析结果进行谱库检索，初步鉴定出 27.573min 为咖啡因，且匹配度为 82.1%。

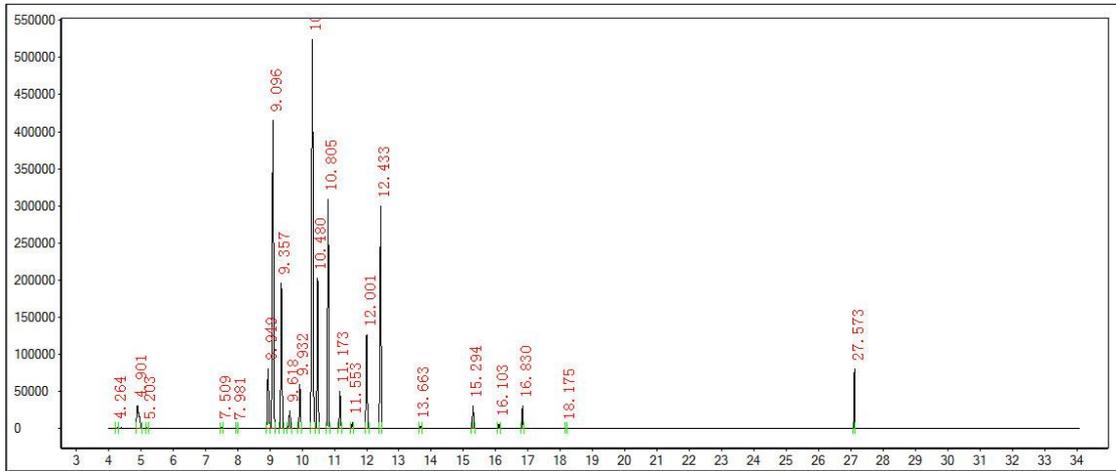


图 1 茶叶顶空气体的 TIC 图

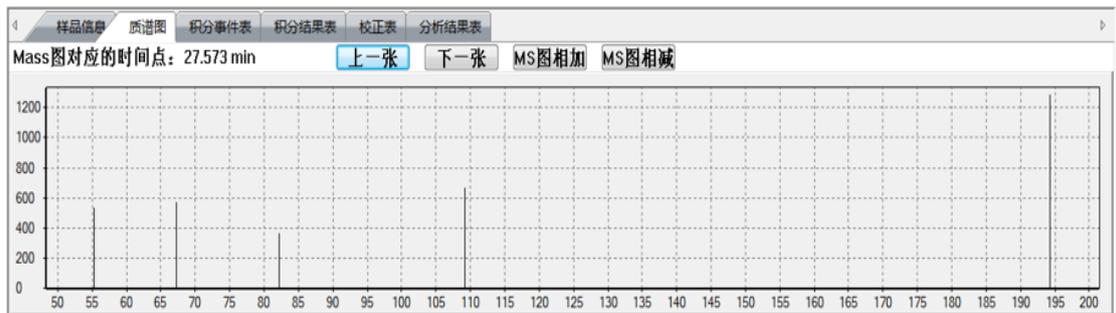


图 2 27.573min 时检索出的质谱图

No.	条目号	化合物名称	分子式	CAS号	分子量	匹配度
1	142426	Caffeine	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	58-08-2	194	821
2	142552	1,4-Dimethyl...	C <sub>8</sub> H <sub>10</sub> N <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	130063-15-9	194	722
3	142427	2-Fluorobenz...	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> FN		237	619
4	100896	2H-Pyridin-3-...	C <sub>13</sub> H <sub>23</sub> NO		209	611
5	143175	Dodecahydro...	C <sub>12</sub> H <sub>21</sub> NO		195	606
6	142646	2-(1,3-Dimet...	C <sub>14</sub> H <sub>21</sub> N <sub>5</sub> O <sub>3</sub>		307	601
7	142475	2-(1,3-Dimet...	C <sub>11</sub> H <sub>11</sub> N <sub>7</sub> O <sub>3</sub> S		321	601
8	3642	2(1H)-Napht...	C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> O	775-54-2	194	596
9	127486	2-(1,3-Dimet...	C <sub>13</sub> H <sub>15</sub> N <sub>7</sub> O <sub>4</sub> S		365	595
10	112380	13-Oxadispir...	C <sub>12</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	26870-38-2	194	585
11	142632	Proxiphylline	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>4</sub> O <sub>3</sub>	603-00-9	238	576

标记化合物

图 3 谱库检索结果