

ICS **.***.**
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

草果精油

Caoguo JingYou

Essential Oil of Tsaoko Fructus (*Amomum tsao-ko*)

(文件类型：草案)

(完成时间：2023年3月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取工艺 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 3 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 70% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 黏度测定 | 3 |
| 6.9 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 3 |
| 8.2 | 4 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 8 |

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。请注意本文件中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。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基金组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

草果精油

1 范围

本文件规定了草果精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从草果干燥成熟果实中提取得到的草果精油。

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;不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T 11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0633 黏度测定法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

草果 *Tsaoko Fructus (Amomum tsao-ko)*

本品为姜科植物草果 *Amomum tsao-ko* Crevost et Lemaire 的干燥成熟果实。

3.2

草果精油 *Essential Oil of Tsaoko Fructus (Amomum tsao-ko)*

本品为经水蒸气蒸馏法从草果 *Amomum tsao-ko* Crevost et Lemaire 的干燥成熟果实中提取的挥发油。

4 提取工艺

4.1 提取工艺流程

原料—破碎—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.2 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 $\geq 1.5\text{Mpa}$ ，时间为5h~6h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在 $10^{\circ}\text{C}\sim 26^{\circ}\text{C}$ 的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用 $0.45\mu\text{m}$ 过滤器过滤，收集得精油

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1. 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|-----------|
| 外观 | 透明油状液体 |
| 色泽 | 淡黄绿色至淡黄色 |
| 香气 | 具有草果的特征香气 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2. 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|---|---|
| 相对密度 ($20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}$) | 0.8842~0.9257 |
| 折光指数 ($20\pm 0.2^{\circ}\text{C}$) | 1.4739~1.4841 |
| 旋光度 (20°C) | $-0.284^{\circ}\sim 7.367^{\circ}$ |
| 溶混度 ($20\pm 0.2^{\circ}\text{C}$) | 1体积的草果精油溶在1.72~14.0体积70% (体积分数) 乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/($\text{mg}\cdot\text{KOH}/\text{g}$) | 5.01~12.61 |
| 黏度 ($25\pm 0.1^{\circ}\text{C}$)/($\text{Pa}\cdot\text{s}$) | 2.77~3.55 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典（四部）通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含桉叶油醇不应少于12.91%、香叶醇不应少于4.46%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 70% (V/V) 乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1℃)条件下,按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)通则0663 黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器

6.9.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 草果精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用，不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A (规范性)

桉叶油醇和香叶醇检测方法

A.1 目的

建立桉叶油醇和香叶醇含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于桉叶油醇和香叶醇的含量测定。

A.3 对照品

桉叶油醇标准品、香叶醇标准品

A.4 试剂

无水乙醇（色谱纯）

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典（四部）》气相色谱法（通则0521）中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取桉叶油醇、香叶醇标准品适量，精密量取，分别加无水乙醇溶解，制得浓度为10 μ L/mL的桉叶油醇对照品溶液、香叶醇对照品溶液；稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取草果精油100 μ L，置10mL容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，加入适量无水Na₂SO₄，以0.22 μ m微孔滤膜过滤，即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱（柱长为30 m，内径为0.25 mm，膜厚度为0.25 μ m）；柱温为程序升温：起始温度70 $^{\circ}$ C，以0.5 $^{\circ}$ C/min升至75 $^{\circ}$ C，然后以5 $^{\circ}$ C/min升至100 $^{\circ}$ C，再以1 $^{\circ}$ C/min升至110 $^{\circ}$ C，再以8 $^{\circ}$ C/min升至150 $^{\circ}$ C，最后以10 $^{\circ}$ C/min升至200 $^{\circ}$ C，总时长35 min，检测器温度240 $^{\circ}$ C，N₂流速30mL/min，H₂流速30mL/min，O₂流速300 mL/min。进样口温度210 $^{\circ}$ C，进样量1 μ L，分流进样，分流比40:1，载气流速0.95mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μL，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中桉叶油醇、香叶醇的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

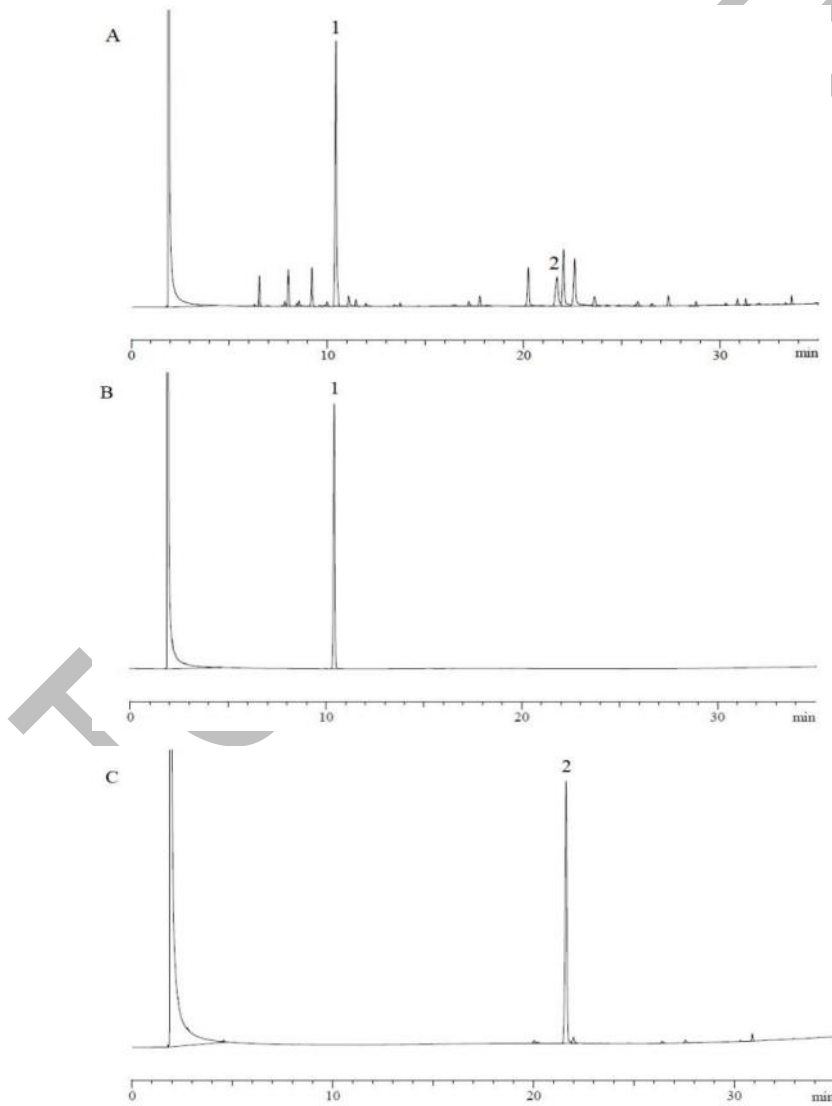
——W：试样中桉叶油醇、香叶醇的含量（%）；

——C₁：依据标准曲线计算得到的试样待测液中桉叶油醇、香叶醇的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）

——C₂：试样的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 草果精油和对照品的气相色谱图



- 1——桉叶油醇
- 2——香叶醇
- A——草果精油样品溶液
- B——桉叶油醇对照品溶液
- C——香叶醇对照品溶液

图 A.1 草果精油和对照品的气相色谱图

TCACM 公司 稿

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 沈华, 唐艺玲, 杜春燕等. 不同方法提取草果油的 GC-MS 分析[J]. 食品与发酵科技, 2021, 57(03):145-151.
- [4] 郝佳旭, 程炳铎, 查丽春等. 草果挥发油 GC-MS 指纹图谱的建立及化学识别模式研究[J/OL]. 中国医院药学杂志:1-10[2023-03-08].

ICS **.*.*.*
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

陈皮精油

Chenpi Jing You

Essential Oil of Citri Reticulatae Pericarpium

(文件类型：草案)

(完成时间：2023年3月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取要求 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 3 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 85% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 黏度测定 | 3 |
| 6.9 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 4 |
| 8.2 | 4 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 8 |

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。请注意本文件中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。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基金组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

陈皮精油

1 范围

本文件规定了陈皮精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从陈皮干燥成熟果皮中提取得到的陈皮精油。

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;不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T 11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0633 黏度测定法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.3

陈皮 *Citri Reticulatae Pericarpium*

本品为芸香科植物橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥成熟果皮。药材分为“陈皮”和“广陈皮”。采摘成熟果实,剥取果皮,晒干或低温干燥。

3.4

陈皮精油 *Essential Oil of Citri Reticulatae Pericarpium*

本品为经水蒸气蒸馏法从橘 *Citrus reticulata* Blanco 及其栽培变种的干燥成熟果皮中提取的挥发油。

4 提取要求

4.3 提取工艺流程

原料—破碎—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.4 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 $\geq 1.5\text{Mpa}$ ，时间为6h~7h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在 $10^{\circ}\text{C}\sim 26^{\circ}\text{C}$ 的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用 $0.45\mu\text{m}$ 过滤器过滤，收集得精油

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|-----------|
| 外观 | 澄清液体 |
| 色泽 | 淡黄色或黄色 |
| 香气 | 具有陈皮的特征香气 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|---|---|
| 相对密度 ($20^{\circ}\text{C}/20^{\circ}\text{C}$) | 0.8162~0.8459 |
| 折光指数 ($20\pm 0.2^{\circ}\text{C}$) | 1.4722~1.4940 |
| 旋光度 (20°C) | $76.387^{\circ}\sim 93.430^{\circ}$ |
| 溶混度 ($20\pm 0.2^{\circ}\text{C}$) | 1体积的陈皮精油溶在14.1~16.4体积85% (体积分数) 乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/($\text{mg}\cdot\text{KOH}/\text{g}$) | 1~5 |
| 黏度 ($25\pm 0.1^{\circ}\text{C}$)/($\text{Pa}\cdot\text{s}$) | 1.14~1.29 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典（四部）通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含D-柠檬烯不应少于53.30%、 γ -萜品烯不应少于2.80%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 85% (V/V) 乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1℃)条件下,按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)通则0663 黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

——色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
——毛细管色谱柱
——氢火焰离子化检测器

6.9.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 陈皮精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用，不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A (规范性)

D-柠檬烯、 γ -萜品烯检测方法

A.1 目的

建立D-柠檬烯、 γ -萜品烯含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于D-柠檬烯和 γ -萜品烯的含量测定。

A.3 对照品

D-柠檬烯标准品、 γ -萜品烯标准品

A.4 试剂

无水乙醇(色谱纯)

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取D-柠檬烯、 γ -萜品烯标准品适量,精密吸取,分别加入无水乙醇混溶,摇匀,制得浓度为0.01 mL/mL的D-柠檬烯、 γ -萜品烯溶液,即得对照品溶液,稀释不同浓度梯度,绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

取陈皮精油50 μ L,精密量取,置10mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,加无水硫酸钠适量,静置,以0.22 μ m微孔滤膜过滤,即得5 μ L/mL的样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30 m,内径为0.25 mm,膜厚度为0.25 μ m);柱温为程序升温:程序升温:起始温度60 $^{\circ}$ C,以3 $^{\circ}$ C/min升至100 $^{\circ}$ C(保留0 min),然后以25 $^{\circ}$ C/min升至220 $^{\circ}$ C(保留2 min)。进样口温度230 $^{\circ}$ C,检测器温度260 $^{\circ}$ C,分流进样,分流比40:1,进样量1 μ L,流速1 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μL，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中D-柠檬烯、γ-萜品烯的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

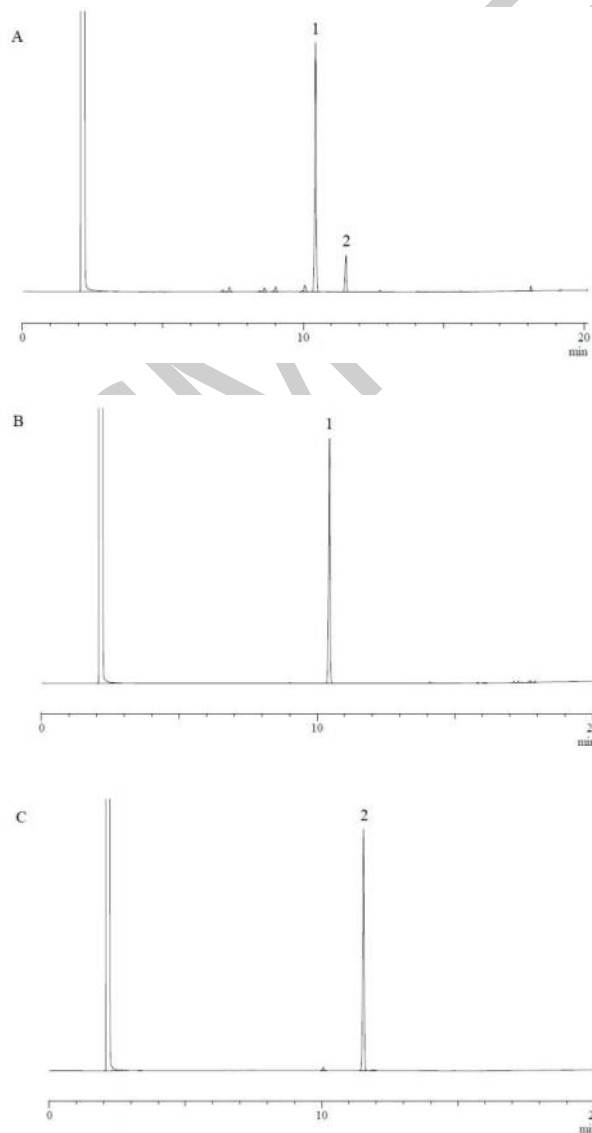
——W：试样中D-柠檬烯、γ-萜品烯的含量（%）；

——C₁：依据标准曲线计算得到的试样待测液中D-柠檬烯、γ-萜品烯的浓度，单位为微升每毫升（μL/mL）；

——C₂：试样的浓度，单位为微升每毫升（μL/mL）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 陈皮精油和对照品的气相色谱图



- 1—D-柠檬烯
- 2— γ -萜品烯
- A—陈皮精油样品溶液
- B—D-柠檬烯对照品溶液
- C— γ -萜品烯对照品溶液

图 A.1 陈皮精油和对照品的气相色谱图

TCACM 公司 版权所有

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 朱丽云, 柳小莉, 郑琴等. 陈皮挥发油质量标志物预测及 GC-MS 定量分析[J]. 中国中药杂志, 2021, 46(24): 6403-6409.
- [4] 刘丽娜, 傅曼琴, 徐玉娟等. 基于 GC-MS 技术分析不同贮藏年份陈皮挥发性成分差异[J]. 广东农业科学, 2020, 47(09): 114-120.
- [5] 梁奕尧, 陈柏忠, 杨玉华, 巢颖欣, 刘梦诗, 王康慧, 植美明, 郑国栋. 《中国药典》2020 版陈皮质量标准修订的研究[J]. 中国医院药学杂志, 2022, 42(02): 142-146.

ICS **. **. **
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

姜黄精油

Jianghuang JingYou

Essential oil of Curcumae Longae Rhizoma

(文件类型：草案)

(完成时间：2023年3月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取要求 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 2 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 80% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 黏度测定 | 3 |
| 6.9 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 3 |
| 8.2 | 3 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 7 |

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。请注意本文件中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。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基金组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

姜黄精油

1 范围

本文件规定了姜黄精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。
本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从姜黄干燥根茎中提取得到的姜黄精油。

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；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T 11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》. 四部. 2020年版. 通则. 0633 黏度测定法
- 《中华人民共和国药典》. 四部. 2020年版. 通则. 0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.5

姜黄 *Curcumae Longae Rhizoma*

本品为姜科植物姜黄 *Curcuma Longa* L. 的干燥根茎。冬季茎叶枯萎时采挖，洗净，煮或蒸至透心，晒干，除去须根。

3.6

姜黄精油 *Essential oil of Curcumae Longae Rhizoma*

本品为经水蒸气蒸馏法从姜黄 *Curcuma Longa* L. 的干燥根茎中提取的挥发油。

4 提取要求

4.5 提取工艺流程

原料—破碎—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.6 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 ≥ 1.5 Mpa，时间为9h~10h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在10℃～26℃的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用0.45 μm过滤器过滤，收集得精油

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|-------------|
| 外观 | 澄清液体 |
| 色泽 | 黄色 |
| 香气 | 具有类似姜黄的辛辣气味 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|--------------------|---|
| 相对密度（20℃/20℃） | 0.8980～0.9380 |
| 折光指数（20±0.2℃） | 1.4835～1.4977 |
| 旋光度（20℃） | -45.423°～32.954° |
| 溶混度（20±0.2℃） | 1体积的姜黄精油溶在8.5～19.8 体积80%（体积分数）乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/（mg·KOH/g） | 0.52～2.03 |
| 黏度（25±0.1℃）/（Pa·s） | 6.48～10.4 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典（四部）通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含桉叶油醇不应少于0.02%、芳姜黄酮不应少于12.38%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 80%(V/V)乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1℃)条件下,按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)通则0663黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器

6.9.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 姜黄精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用,不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A (规范性)

桉叶油醇和芳姜黄酮检测方法

A.1 目的

建立桉叶油醇和芳姜黄酮含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于桉叶油醇和芳姜黄酮的含量测定。

A.3 对照品

桉叶油醇标准品、芳姜黄酮标准品

A.4 试剂

无水乙醇(色谱纯)

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取桉叶油醇标准品适量,精密吸取,加入无水乙醇,摇匀,制得浓度为5.0 $\mu\text{L}/\text{mL}$ 的桉叶油醇对照品溶液,稀释不同浓度梯度,绘制标准曲线。取芳姜黄酮标准品适量,精密称取,加入无水乙醇溶解,定容,摇匀,制得浓度为0.5 mg/mL 的芳姜黄酮对照品溶液,稀释不同浓度梯度,绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取姜黄精油100 μL ,置10 mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,加入适量无水 Na_2SO_4 ,以0.22 μm 微孔滤膜过滤,即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30 m,内径为0.25 mm,膜厚度为0.25 μm);柱温为程序升温:起始温度70 $^{\circ}\text{C}$,以0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至75 $^{\circ}\text{C}$,然后以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至100 $^{\circ}\text{C}$,再以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至110 $^{\circ}\text{C}$,再以8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至150 $^{\circ}\text{C}$,最后以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至200 $^{\circ}\text{C}$,总时长35 min,检测器温度240 $^{\circ}\text{C}$, N_2 流速30 mL/min , H_2 流速30 mL/min , O_2 流速300 mL/min 。进样口温度210 $^{\circ}\text{C}$,进样量1 μL ,分流进样,分流比40:1,载气流速0.95 mL/min 。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μL，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中桉叶油醇、芳姜黄酮的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

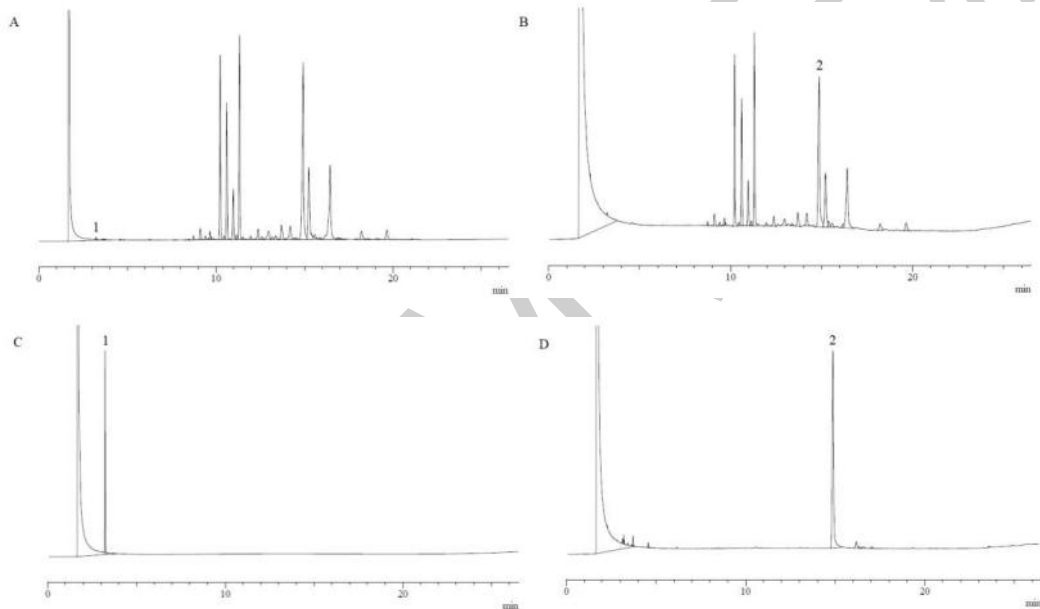
——W：试样中桉叶油醇、芳姜黄酮的含量（%）；

——C₁：依据标准曲线计算得到的试样待测液中桉叶油醇、芳姜黄酮的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）

——C₂：试样的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 姜黄精油和对照品的气相色谱图



- 1——桉叶油醇
 2——芳姜黄酮
 A——10 μL/mL 姜黄精油样品溶液
 B——1.0 μL/mL 姜黄精油样品溶液
 C——桉叶油醇对照品溶液
 D——芳姜黄酮对照品溶液

图 A.1 姜黄精油和对照品的气相色谱图

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 邹俊波, 张小飞, 史亚军等. 水蒸气蒸馏法提取姜黄挥发性成分的提取动力学考察[J]. 中华中医药杂志, 2020, 35(03): 1175-1180.
- [4] 仇瑜, 张洪兵, 郭虹等. 姜黄的研究进展及质量标志物(Q-Marker)的预测分析[J]. 中草药, 2021, 52(15): 4700-4710.
- [5] 黄惠芳, 陈跃新, 梁立娟等. 不同温度条件下分子蒸馏姜黄精油收率及其成分的GC-MS分析[J]. 食品工业科技, 2012, 33(01): 265-267.

T/CACM 公约标准
征求意见稿

ICS **. ***, **
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

生姜精油

Shengjiang JingYou

Essential oil of Zingiberis Rhizoma Recens

(文件类型：草案)

(完成时间：2023年3月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取要求 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 3 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 85% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 黏度测定 | 3 |
| 6.9 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 4 |
| 8.2 | 4 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 8 |

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。请注意本文件中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。

本文件与GB/T 39014-2020的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本文件做了具有技术性差异的调整，以引领我国中药精油产业化、市场化发展，调整的情况集中反应在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 增加引用了GB/T 14455.3-2008、GB/T 14455.5-2008

——补充了3.1生姜的定义，以满足行业生姜精油的应用需求。

——增加了第4章提取要求，以规范生姜精油的提取工艺条件。

——将GB/T 39014-2020的4.0“要求”增加了“乙醇溶混度”“酸值”“黏度”等“理化指标”（见5.1），以适应产业发展，提升产品技术水平。

——将GB/T 39014-2020的附录A和附录B合并（见附录A），以适应上下游产业的技术条件。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、国香生物科技（上海）有限公司、郑州雪麦龙食品香料有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基因组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、李思婷、赵旭、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

生姜精油

1 范围

本文件规定了生姜精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从生姜新鲜根茎中提取得到的生姜精油。

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;不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T 11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0633 黏度测定法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.7

生姜 *Zingiberis Rhizoma Recens*

本品为姜科植物姜 *Zingiber officinale* Rose. 的新鲜根茎, 秋、冬二季采挖, 除去须根和泥沙。

3.8

生姜精油 *Essential oil of Zingiberis Rhizoma Recens*

本品为用水蒸气蒸馏法从生姜 *Zingiber officinale* Rose. 的新鲜根茎中提取的挥发油。

4 提取要求

4.7 提取工艺流程

原料—破碎—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.8 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备, 气压 ≥ 1.5 Mpa, 时间为6h~10h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在10℃~26℃的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用0.45μm过滤器过滤，收集得精油

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|-----------|
| 外观 | 澄清液体 |
| 色泽 | 淡黄色至黄色 |
| 香气 | 具有生姜的特异香气 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|---------------------|---|
| 相对密度 (20±0.2℃) | 0.8603~0.8770 |
| 折光指数 (20±0.2℃) | 1.4642~1.4903 |
| 旋光度 (20℃) | -34.632° ~-2.558° |
| 溶混度 (20±0.2℃) | 1体积的生姜精油溶在16.3~19.6体积85% (体积分数) 乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/(mg·KOH/g) | 1.35~4.76 |
| 黏度 (25±0.1℃)/(Pa·s) | 3.08~4.10 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典（四部）通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含 α -蒎烯不应少于0.92%、蒎烯不应少于3.18%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 85%(V/V)乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1℃)条件下,按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)通则0663黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器

6.9.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 生姜精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用，不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A
(规范性)
 α -蒎烯和莜烯检测方法

A.1 目的

建立 α -蒎烯和莜烯含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于 α -蒎烯和莜烯的含量测定。

A.3 对照品

α -蒎烯标准品、莜烯标准品

A.4 试剂

无水乙醇（色谱纯）

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典（四部）》气相色谱法（通则0521）中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取 α -蒎烯标准品适量，精密量取，加无水乙醇混溶，摇匀，制得浓度为1.0 $\mu\text{L}/\text{mL}$ 的 α -蒎烯对照品溶液，稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。取莜烯标准品适量，精密称量，加入无水乙醇溶解，摇匀，制得浓度为2.53 mg/mL 的莜烯对照品溶液，稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取生姜精油100 μL ，置10 mL容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，加入适量无水 Na_2SO_4 ，以0.22 μm 微孔滤膜过滤，即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱（柱长为30 m，内径为0.25 mm，膜厚度为0.25 μm ）；柱温为程序升温：起始温度70 $^{\circ}\text{C}$ ，以0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至75 $^{\circ}\text{C}$ ，然后以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至100 $^{\circ}\text{C}$ ，再以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至110 $^{\circ}\text{C}$ ，再以8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至150 $^{\circ}\text{C}$ ，最后以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至200 $^{\circ}\text{C}$ ，总时长35 min，检测器温度240 $^{\circ}\text{C}$ ， N_2 流速30 mL/min， H_2 流速30 mL/min， O_2 流速300 mL/min。进样口温度210 $^{\circ}\text{C}$ ，进样量1 μL ，分流进样，分流比40:1，载气流速0.95 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μL，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中 α-蒎烯、蒎烯的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

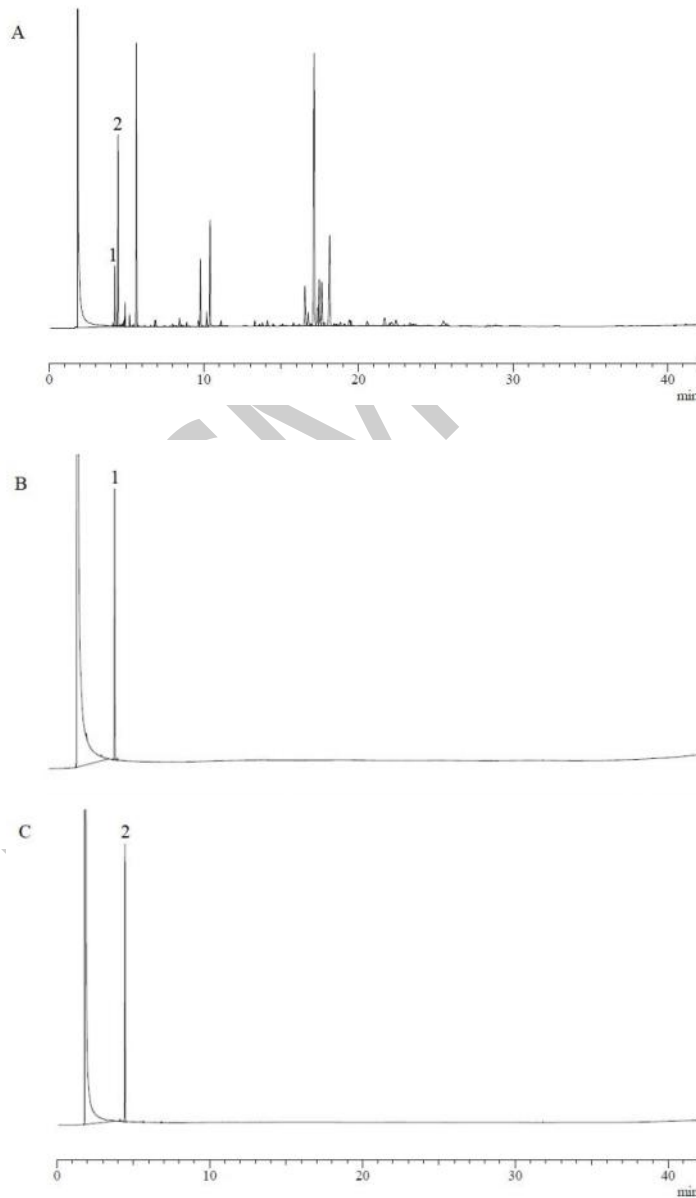
——W：试样中 α-蒎烯、蒎烯的含量（%）；

——C₁：依据标准曲线计算得到的试样待测液中 α-蒎烯、蒎烯的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）

——C₂：试样的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 生姜精油和对照品的气相色谱图



- 1— (-) - α -pinene
- 2— (+/-) -camphene
- A— 生姜精油样品溶液
- B— α -蒎烯对照品溶液
- C— 去氢木香内酯对照品溶液 蒎烯对照品溶液

图 A.1 生姜精油和对照品的气相色谱图

TCACM 公司 版权所有

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 许良佳, 薛艳丽, 侯王君. 不同生姜品种挥发油成分 GC-MS 分析[J]. 农业科技与装备, 2020, No. 298 (04): 4-7.
- [4] 李祖光, 孟微微, 王芳等. 超声微波协同水蒸气蒸馏-GC/MS 分析生姜挥发油化学成分[J]. 浙江工业大学学报, 2013, 41 (06): 614-619+645.

ICS **. **. **
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

木香精油

Muxiang JingYou

Essential Oil of Aucklandiae Radix

(文件类型：草案)

(完成时间：2023年3月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取要求 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 2 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 90% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 黏度测定 | 3 |
| 6.9 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 3 |
| 8.2 | 3 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 8 |

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。请注意本文件中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。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基金组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

木香精油

1 范围

本文件规定了木香精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从木香干燥根中提取得到的木香精油。

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；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》. 四部. 2020年版. 通则. 0633 黏度测定法
- 《中华人民共和国药典》. 四部. 2020年版. 通则. 0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.9

木香 *Aucklandiae Radix*

本品为菊科植物木香 *Aucklandia lappa* Decne. 的干燥根。秋、冬二季采挖，除去泥沙和须根，切段，大的再纵剖成瓣，干燥后撞去粗皮。

3.10

木香精油 *Essential Oil of Aucklandiae Radix*

本品为经水蒸气蒸馏法从木香 *Aucklandia lappa* Decne. 干燥根中提取的挥发油。

4 提取要求

4.9 提取工艺流程

原料—破碎—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.10 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 $\geq 1.5\text{Mpa}$ ，时间为9h~10h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在10℃~26℃的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用0.45 μm过滤器过滤，收集得精油。

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|-------------|
| 外观 | 澄清液体 |
| 色泽 | 黄色至棕色 |
| 香气 | 具有类似木香的特异香气 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|---------------------|--|
| 相对密度 (20℃/20℃) | 0.8909~0.9300 |
| 折光指数 (20±0.2℃) | 1.4037~1.5038 |
| 旋光度 (20℃) | -5.080° ~14.920° |
| 溶混度 (20±0.2℃) | 1体积的木香精油溶在5.3~17.9体积90% (体积分数) 乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/(mg·KOH/g) | 6.36~33.69 |
| 黏度 (25±0.1℃)/(Pa·s) | 8.78~58.23 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典(四部)通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含β-石竹烯不应少于3.38%、去氢木香内酯不应少于9.51%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 90% (V/V) 乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1℃)条件下,按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)通则0663 黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器

6.9.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 木香精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用,不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A (规范性)

β -石竹烯和去氢木香内酯检测方法

A.1 目的

建立 β -石竹烯和去氢木香内酯含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于 β -石竹烯和去氢木香内酯的含量测定。

A.3 对照品

β -石竹烯标准品、去氢木香内酯标准品

A.4 试剂

无水乙醇(色谱纯)

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取 β -石竹烯标准品适量,精密吸取,加入无水乙醇混溶,摇匀,即得浓度为50 $\mu\text{L}/\text{mL}$ 的 β -石竹烯对照品溶液;稀释不同浓度梯度,绘制标准曲线。取去氢木香内酯标准品适量,精密称取,加入无水乙醇适量,60 $^{\circ}\text{C}$ 超声10 min,无水乙醇定容,即得到浓度为2mg/mL的去氢木香内酯对照品溶液;稀释不同浓度梯度,绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取木香精油100 μL ,置10 mL容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,加入适量无水 Na_2SO_4 ,以0.22 μm 微孔滤膜过滤,即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱(柱长为30 m,内径为0.25 mm,膜厚度为0.25 μm);柱温为程序升温:起始温度70 $^{\circ}\text{C}$,以0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至75 $^{\circ}\text{C}$,然后以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至100 $^{\circ}\text{C}$,再以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至110 $^{\circ}\text{C}$,再以8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至150 $^{\circ}\text{C}$,最后以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至200 $^{\circ}\text{C}$,总时长35 min,检测器温度240 $^{\circ}\text{C}$, N_2 流速30 mL/min, H_2 流速30 mL/min, O_2 流速300 mL/min。进样口温度210 $^{\circ}\text{C}$,进样量1 μL ,分流进样,分流比40:1,载气流速0.95 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μL ，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中 β -石竹烯标准品、去氢木香内酯的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

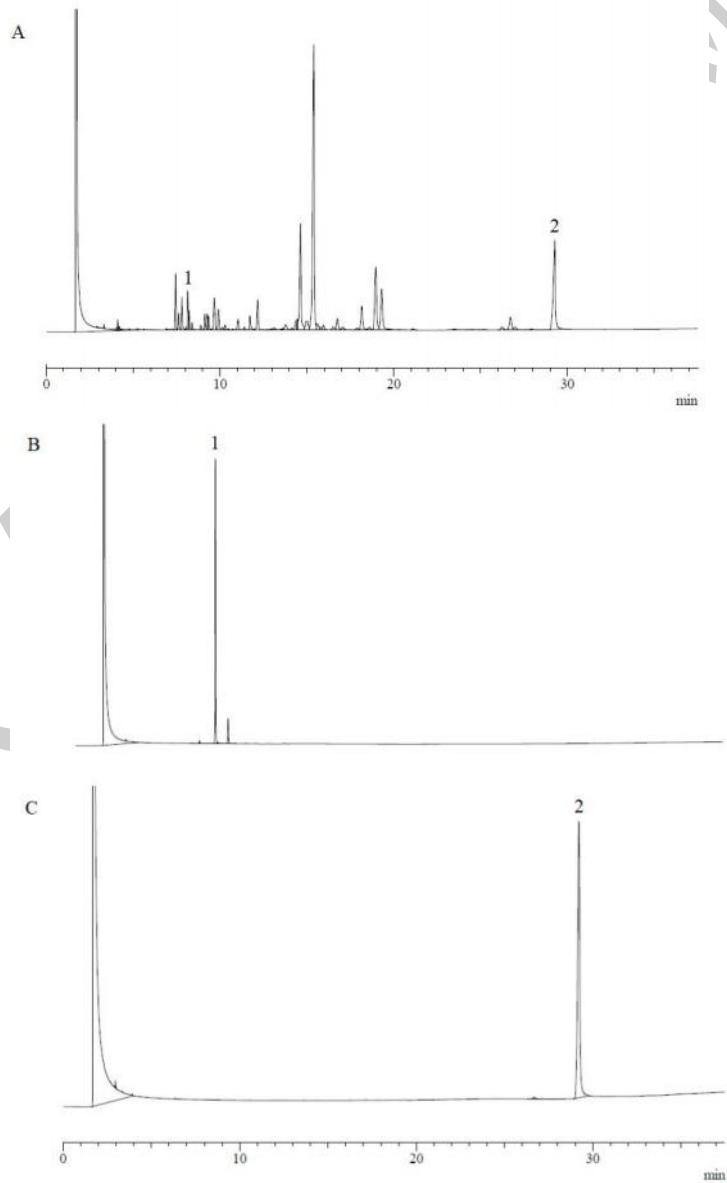
——W：试样中 β -石竹烯标准品、去氢木香内酯的含量（%）；

—— C_1 ：依据标准曲线计算得到的试样待测液中 β -石竹烯标准品、去氢木香内酯的浓度，单位为微升每毫升（ $\mu\text{L}/\text{ml}$ ）

—— C_2 ：试样的浓度，单位为微升每毫升（ $\mu\text{L}/\text{ml}$ ）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 木香精油和对照品的气相色谱图



- 1— β -石竹烯
- 2—去氢木香内酯
- A—木香精油样品溶液
- B— β -石竹烯对照品溶液
- C—去氢木香内酯对照品溶液

图 A.1 木香精油和对照品的气相色谱图

TCACM 公司 版权所有

参 考 文 献

[1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.

[2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.

[3] 郑加梅, 尚明越, 王嘉乐等. 木香的化学成分、药理作用、临床应用研究进展及质量标志物预测[J]. 中草药, 2022, 53(13):4198-4213.

ICS **.***.**
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

石菖蒲精油

Shichangpu JingYou

Essential oil of Acori Tatarinowii Rhizoma

(文件类型：草案)

(完成时间：2023年3月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取要求 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 3 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 70% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 4 |
| 8.2 | 4 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 8 |

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。请注意本文件中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。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基金组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

石菖蒲精油

1 范围

本文件规定了石菖蒲精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从石菖蒲干燥根茎中提取得到的石菖蒲精油。

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；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T 11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》. 四部. 2020年版. 通则. 0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.11

石菖蒲 *Acori Tatarinowii Rhizoma*

本品为天南星科植物石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott 的干燥根茎，秋、冬二季采挖，除去须根和泥沙，晒干。

3.12

石菖蒲精油 *Essential oil of Acori Tatarinowii Rhizoma*

本品为用水蒸气蒸馏法从石菖蒲 *Acorus tatarinowii* Schott 的干燥根茎中提取的挥发油。

4 提取要求

4.11 提取工艺流程

原料—破碎—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.12 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 ≥ 1.5 Mpa，时间为5h~6h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在10℃~26℃的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用0.45μm过滤器过滤，收集得精油

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|--------------|
| 外观 | 透明澄清液体 |
| 色泽 | 黄色或淡黄色 |
| 香气 | 具有类似石菖蒲的特异气味 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|---------------------------|---|
| 相对密度 (20±0.2℃) | 0.997~1.110 |
| 折光指数 (20±0.2℃) | 1.4900~1.5200 |
| 旋光度 (20℃) | 1.8243° ~20.2077° |
| 70% (V/V) 乙醇溶混度 (20±0.2)℃ | 1体积的石菖蒲精油溶在≥0.6 mL体积70% (体积分) 乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/(mg·KOH/g) | 1~5 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典(四部)通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含β-细辛醚不应少于5.7%、α-细辛醚不应少于0.2%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 70%(V/V)乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 含量测定

6.8.1 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器

6.8.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.8.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 石菖蒲精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用,不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A (规范性)

β -细辛醚、 α -细辛醚检测方法

A.1 目的

建立 β -细辛醚、 α -细辛醚含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于 β -细辛醚、 α -细辛醚的含量测定。

A.3 对照品

β -细辛醚标准品、 α -细辛醚标准品

A.4 试剂

甲醇(色谱纯)

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取 β -细辛醚、 α -细辛醚标准品适量,精密称取,加甲醇制成分别含 β -细辛醚4 mg/mL、 α -细辛醚2.56 mg/mL的混合对照品溶液,摇匀,即得。稀释不同浓度梯度,绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

取100 mg石菖蒲挥发油,精密称取,置于10 mL容量瓶中,加甲醇定容,摇匀,以0.22 μ m微孔滤膜过滤,即得浓度为10mg/mL样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

6%氰丙基苯基、94%二甲基聚硅氧烷为固定相的弹性石英毛细管柱(30 m ϕ 320 μ m ϕ 1.8 μ m);程序升温:起始温度50 $^{\circ}$ C,保持3 min,后运行70 $^{\circ}$ C,以10 $^{\circ}$ C/min 上升至120 $^{\circ}$ C,保持0 min,再以5 $^{\circ}$ C/min 上升至265 $^{\circ}$ C,保持3 min;进样口温度:260 $^{\circ}$ C,分流进样,分流比20:1,检测器温度:230 $^{\circ}$ C,进样量1 μ L,流速1 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μ L，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中 β -细辛醚、 α -细辛醚的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

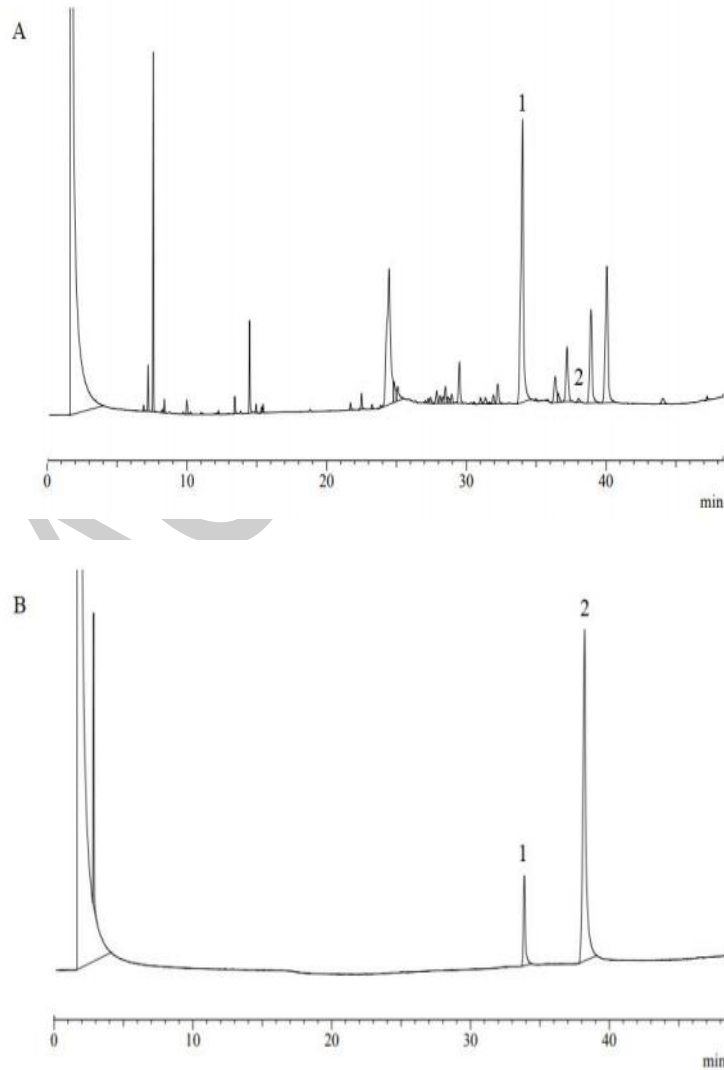
——W：试样中 β -细辛醚、 α -细辛醚的含量（%）；

—— C_1 ：依据标准曲线计算得到的试样待测液中 β -细辛醚、 α -细辛醚的浓度，单位为毫克每毫升（mg/ml）；

—— C_2 ：试样的浓度，单位为毫克每毫升（mg/ml）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 石菖蒲精油和对照品的气相色谱图



- 1—— β -细辛醚
- 2—— α -细辛醚
- A——石菖蒲精油样品溶液
- B—— β -细辛醚、 α -细辛醚混合对照品溶液

图 A.1 石菖蒲精油和对照品的气相色谱图

TCACM 公司 稿

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 赖利平,罗露,李玲惠等.湘产石菖蒲不同部位挥发性成分的GC-MS分析[J].中医药导报,2022,28(10):33-36.
- [4] 吴淑英,杨成梓,蔡沓栗,等.石菖蒲的本草考证[J].中药材,2016,39(09):2150-2156.
- [5] 董小萍,邓放.石菖蒲质量标准研究进展[J].成都中医药大学学报,2001(01):60-63
- [4]
- [5] 杨琴芳,赵筱斐,袁吕江.木香挥发油成分的GC-MS分析[J].现代盐化工,2019,46(01):60-62.
- [6] 马晓冲,姚辉,邬兰,向丽,陈晓辰,宋经元.木香、川木香、土木香、青木香和红木香药材的ITS2条形码分子鉴定[J].中国中药杂志,2014,39(12):2169-2175.
- [7] 杨辉,谢金伦,孙汉董.云木香化学成分及药理作用研究概况[J].天然产物研究与开发,1998,10(2):90-98.

ICS **. **. **
C**



团体标准

T/CACM ****—202*
代替 T/CACM ****—****

小茴香精油

Xiaohuixiang JingYou

Essential Oil of Foeniculi Fructus

(文件类型：草案)

(完成时间：2023 年 3 月)

20**-**-**发布

20**-**-**实施

中华中医药学会发布

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 提取工艺 | 1 |
| 4.1 提取工艺流程 | 1 |
| 4.2 提取工艺要求 | 1 |
| 5 技术要求 | 2 |
| 5.1 感官要求 | 2 |
| 5.2 理化指标 | 2 |
| 5.3 含量测定 | 2 |
| 6 试验方法 | 2 |
| 6.1 色状检定 | 2 |
| 6.2 香气评定 | 2 |
| 6.3 相对密度测定 | 3 |
| 6.4 折光指数测定 | 3 |
| 6.5 旋光度测定 | 3 |
| 6.6 70% (V/V) 乙醇溶混度评估 | 3 |
| 6.7 酸值测定 | 3 |
| 6.8 黏度测定 | 3 |
| 6.9 含量测定 | 3 |
| 7 检验规则 | 3 |
| 7.1 | 3 |
| 7.2 | 3 |
| 7.3 | 3 |
| 7.4 | 3 |
| 7.5 | 3 |
| 8 用途用法 | 3 |
| 8.1 | 3 |
| 8.2 | 4 |
| 9 标志、包装、运输、贮藏和保质期 | 4 |
| 9.1 标志 | 4 |
| 9.2 包装 | 4 |
| 9.3 运输 | 4 |
| 9.4 贮藏 | 4 |
| 9.5 保质期 | 4 |
| 附录 A | 5 |
| 参 考 文 献 | 8 |

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。请注意本文件中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。

本文件与QB/T 4656-2014的技术性差异及其原因如下：

——关于规范性引用文件，本文件做了具有技术性差异的调整，以引领我国中药精油产业化、市场化发展，具体调整情况集中反应如下：

● 第2章“规范性引用文件”中，增加引用了GB/T 14455.5-2008

——补充了3.1小茴香的定义，以满足行业小茴香精油的应用需求。

——增加了第4章提取要求，以规范小茴香精油的提取工艺条件。

——“试验方法”增加引用了2020年版中国药典（四部）通则0521 气相色谱法和《中华人民共和国药典（四部）》（2020年）通则0663 黏度测定法。

——将QB/T 4656-2014的4.0“要求”增加了“酸值”“黏度”，修改95%乙醇为75%乙醇检测“乙醇溶混度”等“理化指标”（见5.1），以适应产业发展，提升产品技术水平。

——将GB/T 39014-2020的附录A和附录B合并（见附录A），以适应上下游产业的技术条件。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限责任公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、国香生物科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基金组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药学院、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医学院、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：

杨明、黄小英、郑琴、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、李思婷、张帅杰、曹远东、李小锋；

本文件其他起草人：

严志宏、王芳、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、朱根华、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、韩丽、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

小茴香精油

1 范围

本文件规定了小茴香精油的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮藏和保质期。本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从小茴香干燥成熟果实中提取得到的小茴香精油。

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;不注明日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 14454.2-2008 香料 香气评定法
- GB/T 11540-2008 香料 相对密度的测定
- GB/T 14454.4-2008 香料 折光指数的测定
- GB/T 14454.5-2008 香料 旋光度的测定
- GB/T 14455.3-2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估
- GB/T 14455.5-2008 香料 酸值或含酸量的测定
- GB/T 11538-2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0633 黏度测定法
- 《中华人民共和国药典》.四部.2020年版.通则.0521 气相色谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.13

小茴香 *Foeniculi Fructus*

本品为伞形科植物茴香 *Foeniculum vulgare* Mill. 的干燥成熟果实, 秋季果实初熟时采割植株, 晒干, 打下果实, 除去杂质。

3.14

小茴香精油 *Essential Oil of Foeniculi Fructus*

本品为用水蒸气蒸馏法从茴香 *Foeniculum vulgare* Mill. 的干燥成熟果实中提取的挥发油。

4 提取工艺

4.13 提取工艺流程

原料—填料—水蒸气蒸馏—去除水分—静置—过滤—得精油

4.14 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备, 气压 $\geq 1.5\text{Mpa}$, 时间为7h~8h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在10℃~26℃的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置12h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用0.45μm过滤器过滤，收集得精油

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表1的规定。

表1 感官要求

| 感官指标 | 要求 |
|------|------------|
| 外观 | 澄清液体 |
| 色泽 | 淡黄色 |
| 香气 | 具有小茴香的特征香气 |

5.2 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

| 项目名称 | 技术要求 |
|---------------------|---|
| 相对密度 (20±0.2℃) | 0.9410~0.9686 |
| 折光指数 (20±0.2℃) | 1.5007~1.5379 |
| 旋光度 (20℃) | 7.157° ~13.267° |
| 溶混度 (20±0.2℃) | 1体积的小茴香精油溶在2.7~19.3体积75% (体积分数) 乙醇中，呈澄清溶液 |
| 酸值/(mg·KOH/g) | 0.34~1.88 |
| 黏度 (25±0.1℃)/(Pa·s) | 1.89~2.77 |

5.3 含量测定

含量测定应符合2020年版中国药典（四部）通则0521 气相色谱分析法的规定，本品含4-烯丙基苯甲醚不应少于2.14%、反式茴香脑不应少于30.03%。

6 试验方法

6.1 色状检定

色状按照目视比色法，取试样于25mL比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

履行GB/T 14454.2-2008第一法三角评析法测定。

6.3 相对密度测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 11540-2008描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14454.4-2008描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在20℃条件下,按GB/T 14454.5-2008描述的方法进行测定。

6.6 75% (V/V) 乙醇溶混度评估

在(20±0.2℃)条件下,按GB/T 14455.3-2008描述的方法进行测定。

6.7 酸值测定

按GB/T 14455.5-2008描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在(25±0.1℃)条件下,按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)通则0663黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按2020年版《中国药典(四部)》气相色谱法(通则0521)中的规定
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器

6.9.2 测定方法

按《中华人民共和国药典(四部)》(2020年)气相色谱法(通则0521)中外标法测定特征组分的含量。

6.9.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538-2006描述的方法进行测定,结果应符合要求。

7 检验规则

7.1 小茴香精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求。

7.2 验收单位有权按本标准的各项规定检验所收到的产品质量是否符合本文件的要求。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法为每批包装单位在100个以下抽取3个,100个以上增加部分再抽取3%。开启包装取样时,外观检查应无水分和杂质,然后振摇使其充分混匀,再用玻璃取样管每个吸取样品50mL~100mL,注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中,遮光保存。瓶上注明:生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求情况下应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量产生异议时,可由双方协议解决或由法定检测机构仲裁。

8 用途用法

8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。

8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用，不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及标准编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装于符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装于清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。逾期重新按照本标准进行检验，合格仍可使用。

附录 A (规范性)

4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑检测方法

A.1 目的

建立4-烯丙基苯甲醚和反式茴香脑含量测定的GC标准检验操作规程。

A.2 范围

适用于4-烯丙基苯甲醚和反式茴香脑的含量测定。

A.3 对照品

4-烯丙基苯甲醚标准品、反式茴香脑标准品

A.4 试剂

无水乙醇（色谱纯）

A.5 仪器

- 色谱仪、记录仪和积分仪按照2020版《中国药典（四部）》气相色谱法（通则0521）中的规定。
- 毛细管色谱柱
- 氢火焰离子化检测器
- 万分之一分析天平

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑标准品适量，精密量取，加无水乙醇混溶，摇匀，分别制得浓度为10 μL/mL的4-烯丙基苯甲醚对照品溶液和反式茴香脑对照品溶液；稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取小茴香精油100 μL，置10mL容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，加入适量无水Na₂SO₄，以0.22 μm微孔滤膜过滤，即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100%二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱（柱长为30 m，内径为0.25 mm，膜厚度为0.25 μm）；柱温为程序升温：起始温度70℃，以0.5℃/min升至75℃，然后以5℃/min升至100℃，再以1℃/min升至110℃，再以8℃/min升至150℃，最后以10℃/min升至200℃，总时长35 min，检测器温度240℃，N₂流速30 mL/min，H₂流速30mL/min，O₂流速300 mL/min。进样口温度210℃，进样量1 μL，分流进样，分流比40:1，载气流速0.95 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各1 μL，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式（1）进行计算：

$$W(\%) = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

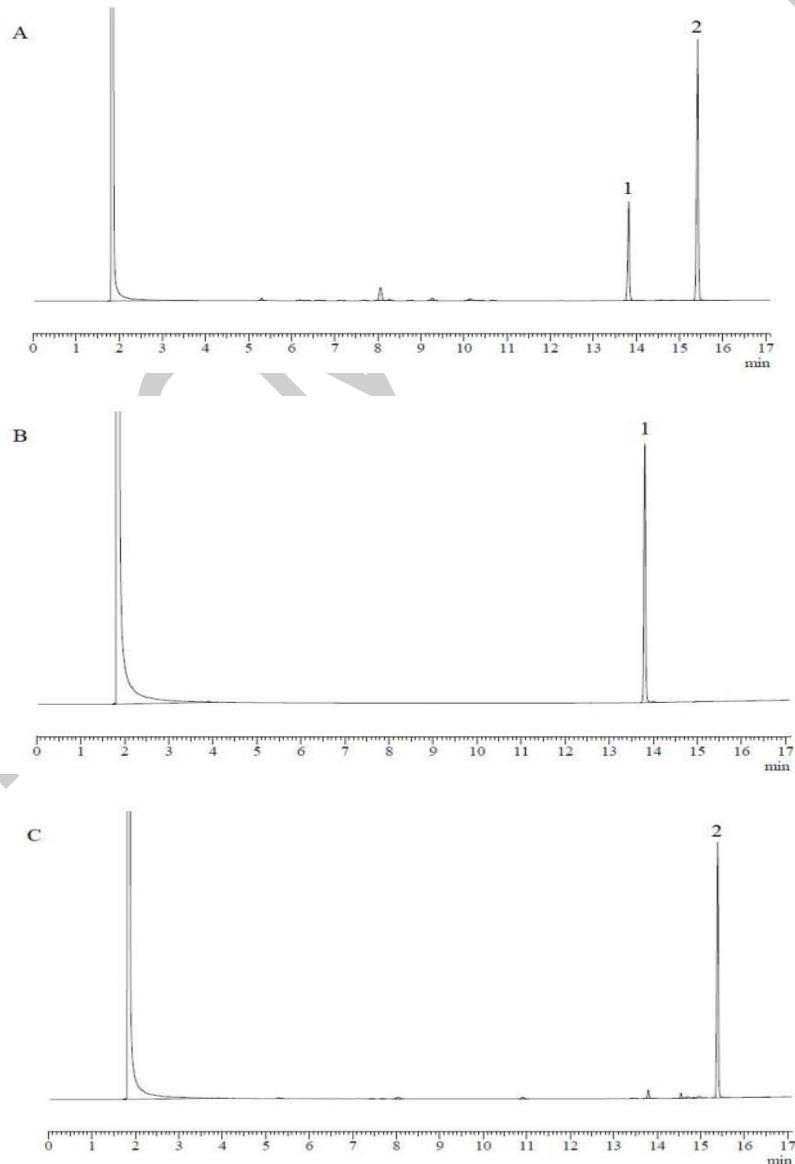
——W：试样中4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的含量（%）；

——C₁：依据标准曲线计算得到的试样待测液中4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）

——C₂：试样的浓度，单位为微升每毫升（μL/ml）。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 小茴香精油和对照品的气相色谱图



- 1——4-烯丙基苯甲醚
- 2——反式茴香脑
- A——小茴香精油样品溶液
- B——4-烯丙基苯甲醚对照品溶液
- C——反式茴香脑对照品溶液

图 A.1 小茴香精油和对照品的气相色谱图

TCACM 公司 稿

参考文献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 四部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [3] 郭婷婷, 从仁怀, 寇秀颖等. 不同产地小茴香挥发油成分分析及反式茴香脑含量的测定[J]. 中国调味品, 2018, 43(08):127-130.
- [4] 邹俊波, 张小飞, 邵佳等. 水蒸气蒸馏法提取小茴香挥发油类成分的提取动力学研究[J]. 中草药, 2018, 49(12):2855-2865.
- [5] 姜楠楠, 陈小亮, 董娜等. 小茴香精油成分测定及性能研究[J]. 中国调味品, 2019, 44(11):162-166.
- [6] 陈石梅, 黄锁义. 小茴香有效成分提取方法的研究进展[J]. 食品工业, 2020, 41(01):260-263.