

迷迭香水中微量芳香性化合物的测定
气相色谱法

Determination of trace aromatic compounds in rosemary hydrosol
Gas chromatography

2024 - 08 - 30 发布

2024 - 11 - 30 实施

目 次

前言.....	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法原理	1
5 试剂与材料	1
6 分析步骤	3
7 分析结果的表述	4
8 精密度	4
9 其他	4
附录 A（资料性） 24 种对照品典型色谱图及保留时间	5

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。

本文件由湖南省药品监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：湖南省产商品质量检验研究院、湖南省药品检验检测研究院、湖南先伟阳光生物科技有限公司、湖南一科生物科技有限公司、湖南志成食品技术服务有限公司、长沙德默生物科技有限公司、湖南农业大学、益阳市产商品质量监督检验研究院。

本文件主要起草人：何浩、周丛、苏家佑、潘小红、殷帅、石鹏途、罗伟、曹文豪、唐万勇、曾宪峰、刘抗、陈红军、李政、康峰、周耀渝、杨远、上官佳、胡艳君、吴海智、蒋青青、陈瑶、张露苗、杨京、张艺川、张英杰、宁静、卢桂英。

迷迭香水中微量芳香性化合物的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了气相色谱法测定迷迭香水中微量芳香性化合物测定的方法原理、试剂与材料、分析步骤、分析结果的表述、精密度等内容。

本文件适用于气相色谱法测定迷迭香水中 24 种微量芳香性化合物，包括： α -蒎烯、蒾烯、 β -蒎烯、月桂烯、 α -松油烯、柠檬烯、1,8-桉叶素、反式-2-己烯醛、 γ -萜品烯、4-异丙基甲苯、萜品油烯、甲基庚烯酮、顺式-3-己烯醇、樟脑、芳樟醇、乙酸芳樟酯、乙酸异龙脑酯、 β -石竹烯、4-萜烯醇、异龙脑、 α -松油醇、马鞭草烯酮、乙酸橙花酯、香叶醇。

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

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

迷迭香水 **rosemary hydrosol**

迷迭香水，也称迷迭香纯露，是以迷迭香（*Rosmarinus officinalis* L.）茎、叶、花为原料，以水蒸气蒸馏产生的气体经过冷凝后形成液体，分层后的下层液体。

4 方法原理

调节试样 pH 值为 4.0~5.0，用四氯化碳萃取芳香性化合物，离心分离，用气相色谱法测定，保留时间定性，外标法定量。

5 试剂与材料

5.1 通用要求

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，实验室用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规格。

5.2 试剂

5.2.1 氢氧化钠（NaOH）。

5.2.2 盐酸 (HCl)。

5.2.3 精密 pH 试纸, 范围: 3.8~5.4。

5.2.4 四氯化碳 (CCl₄): 色谱纯。

5.2.5 丙酮 (CH₃COCH₃): 色谱纯。

5.3 试剂配制

5.3.1 氢氧化钠溶液 (1 mol/L): 称取氢氧化钠 4 g, 加入 30 mL 水溶解, 再加入 70 mL 水, 混匀。

5.3.2 盐酸溶液 (1 mol/L): 量取盐酸 9 mL, 加入 100 mL 水, 混匀。

5.4 对照品

5.4.1 α-蒎烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 80-56-8), 纯度≥98.0%。

5.4.2 蒎烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 79-92-5), 纯度≥96.0%。

5.4.3 β-蒎烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 18172-67-3), 纯度≥99.0%。

5.4.4 月桂烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 123-35-3), 纯度≥98.0%。

5.4.5 α-松油烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 99-86-5), 纯度≥98.0%。

5.4.6 柠檬烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 5989-27-5), 纯度≥99.0%。

5.4.7 1,8-桉叶素 (C₁₀H₁₈O, CAS 号: 470-82-6), 纯度≥99.5%。

5.4.8 反式-2-己烯醛 (C₆H₁₀O, CAS 号: 6728-26-3), 纯度≥98.0%。

5.4.9 γ-萜品烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 99-85-4), 纯度≥95.0%。

5.4.10 4-异丙基甲苯 (C₁₀H₁₄, CAS 号: 99-87-6), 纯度≥99.5%。

5.4.11 萜品油烯 (C₁₀H₁₆, CAS 号: 586-62-9), 纯度≥97.0%。

5.4.12 甲基庚烯酮 (C₈H₁₄O, CAS 号: 110-93-0), 纯度≥98.0%。

5.4.13 顺式-3-己烯醇 (C₆H₁₂O, CAS 号: 928-96-1), 纯度≥98.0%。

5.4.14 樟脑 (C₁₀H₁₆O, CAS 号: 464-49-3), 纯度≥96.0%。

5.4.15 芳樟醇 (C₁₀H₁₈O, CAS 号: 78-70-6), 纯度≥98.0%。

5.4.16 乙酸芳樟酯 (C₁₂H₂₀O₂, CAS 号: 115-95-7), 纯度≥96.0%。

5.4.17 乙酸异龙脑酯 (C₁₂H₂₀O₂, CAS 号: 125-12-2), 纯度≥95.0%。

5.4.18 β-石竹烯 (C₁₅H₂₄, CAS 号: 87-44-5), 纯度≥98.0%。

5.4.19 4-萜烯醇 (C₁₀H₁₈O, CAS 号: 562-74-3), 纯度≥98.0%。

5.4.20 异龙脑 (C₁₀H₁₈O, CAS 号: 124-76-5), 纯度≥95.0%。

5.4.21 α-松油醇 (C₁₀H₁₈O, CAS 号: 98-55-5), 纯度≥98.0%。

5.4.22 马鞭草烯酮 (C₁₀H₁₄O, CAS 号: 1196-01-6), 纯度≥95.0%。

5.4.23 乙酸橙花酯 (C₁₂H₂₀O₂, CAS 号: 141-12-8), 纯度≥95.0%。

5.4.24 香叶醇 (C₁₀H₁₈O, CAS 号: 106-24-1), 纯度≥98.0%。

5.5 对照品溶液配制

5.5.1 对照品储备溶液的配制 (20 mg/mL): 分别称取 α-蒎烯等 24 种对照品 0.1 g (精确至 0.0001 g), 用少量丙酮溶解, 移入 5 mL 棕色容量瓶中, 用丙酮定容, 混匀。于 4 °C 贮存, 保质期 6 个月。

5.5.2 24 种混合对照品中间溶液 (800 μg/mL): 分别准确移取 24 种对照品储备溶液各 0.20 mL 至 5 mL 棕色容量瓶中, 用丙酮定容, 混匀。于 4 °C 贮存, 保质期 3 个月。

5.5.3 24 种混合对照品系列工作溶液: 准确吸取混合对照品中间溶液, 用丙酮逐级稀释至质量浓度分别为 0.0、2.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0、800.0 μg/mL 的混合对照品系列工作溶液。临用现

配。

5.6 材料

5.6.1 塑料锥形离心管：15 mL。

5.6.2 一次性塑料吸管：3 mL。

5.7 仪器和设备

5.7.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。

5.7.2 分析天平：感量为 0.001 g 和 0.0001 g。

5.7.3 涡旋混匀器。

5.7.4 离心机：转速大于 6000 r/min。

6 分析步骤

6.1 试样提取

准确移取 10 mL 试样于 15 mL 锥形离心管中，用氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节 pH 至 4.0~5.0，加入四氯化碳 1.0 mL，2800 r/min 涡旋 2 min，手动振摇 1 min，静置 3 min 后 6000 r/min 离心 3 min，用一次性塑料吸管吸取下层有机相，作为试样溶液，待气相色谱测定。

6.2 仪器参考条件

6.2.1 色谱柱：内涂聚乙二醇的石英毛细管柱（30 m×0.32 mm×0.25 μm），或等效色谱柱。

6.2.2 载气，高纯氮气（纯度≥99.999%）；恒流模式，柱流速 1.0 mL/min。

6.2.3 采用程序升温：柱初始温度 50 °C（保持 3 min），以 4 °C/min 升温至 160 °C，立即以 20 °C/min 升温至 240 °C（保持 5.5 min）。

6.2.4 进样口温度：250 °C。

6.2.5 检测器温度：300 °C。

6.2.6 进样量：1 μL。

6.2.7 进样方式：分流进样，分流比 20:1。

6.3 保留时间的确定

将 24 种各对照品储备溶液分别注入气相色谱仪中，以保留时间定性。

6.4 标准曲线的制作

将 24 种混合对照品系列工作溶液分别注入气相色谱仪中，测定相应的峰面积，以混合标准系列工作溶液的质量浓度（μg/mL）为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。24 种对照品典型色谱图附录 A 图 A.1，保留时间见表 A.1，附录 A 图 A.1 中数字代表的对照品与附录 A 表 A.1 中序号代表的对照品保持一致。

6.5 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线计算得到待测溶液中 24 种待测物的质量浓度。如果待测试样溶液某种待测物峰面积超过标准曲线线性范围，用丙酮稀释试样溶液后，再注入气相色谱仪中测定。

7 分析结果的表述

试样中 24 种待测物的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V_1}{V_0} \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中待测物含量，单位为毫克每升（mg/L）；

c ——由标准曲线得出的试样溶液中待测物的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V_1 ——四氯化碳体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——试样体积，单位为毫升（mL）；

$\frac{1000}{1000}$ —— $\mu\text{g/mL}$ 转化为 mg/L 的换算系数。

结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

9 其他

当取样量为 10 mL 时，24 种待测物的检出限均为 0.30 mg/L，定量限均为 1.0 mg/L。

附录 A

(资料性)

24 种对照品典型色谱图及保留时间

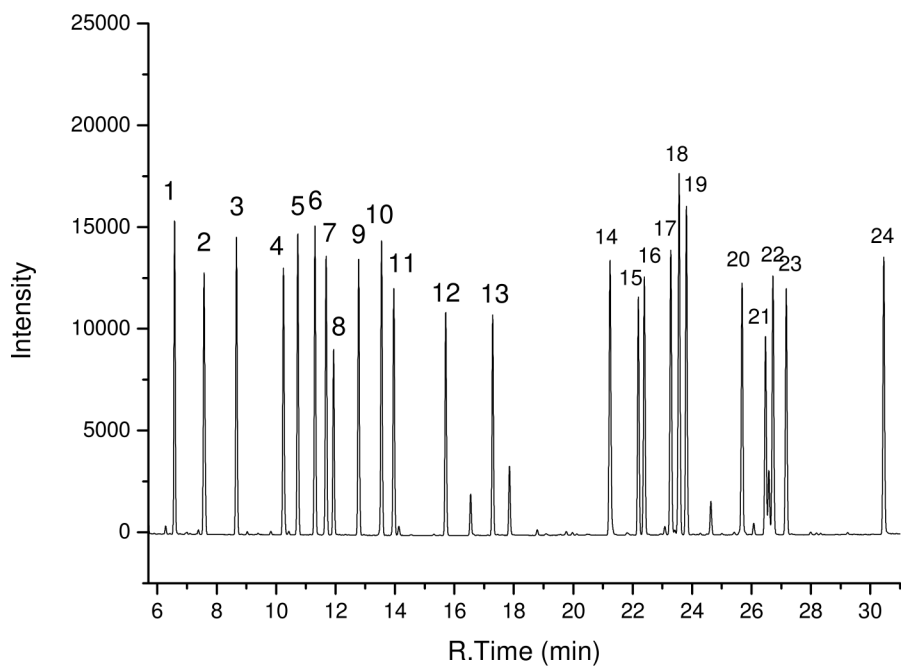


图 A. 1 24 种对照品（50.0 μg/mL）典型色谱图

表 A. 1 24 种对照品保留时间

序号	目标物质	保留时间（min）	序号	目标物质	保留时间（min）
1	α-蒎烯	6.589	13	顺式-3-己烯醇	17.298
2	桉烯	7.581	14	樟脑	21.248
3	β-蒎烯	8.674	15	芳樟醇	22.199
4	月桂烯	10.261	16	乙酸芳樟酯	22.401
5	α-松油烯	10.739	17	乙酸异龙脑酯	23.294
6	柠檬烯	11.318	18	β-石竹烯	23.575
7	1,8-桉叶素	11.693	19	4-萜烯醇	23.817
8	反式-2-己烯醛	11.945	20	异龙脑	25.690
9	γ-萜品烯	12.788	21	α-松油醇	26.479
10	4-异丙基甲苯	13.559	22	马鞭草烯酮	26.730
11	萜品油烯	13.972	23	乙酸橙花酯	27.174
12	甲基庚烯酮	15.720	24	香叶醇	30.458