



**GCMTI RD-3:2020**

## 政府中藥檢測中心方法



外用中藥藥油中的  
桂皮醛、香茅醛、丁香酚、芳樟醇、  
乙酸芳樟酯和百里香酚的氣相色譜儀鑒定

## 外用中藥藥油中的桂皮醛、香茅醛、丁香酚、芳樟醇、乙酸芳樟酯和百里香酚的氣相色譜儀鑒定

**安全預防措施：**本檢測方法涉及危險物品，處理有關物品時，檢測人員應採取適當的防護措施，戴上護眼及護手用具，並在有需要時在抽氣櫃進行檢測工作。

### 1 引言

本方法載列檢測外用中藥藥油中常見的 6 種化學指標(桂皮醛、香茅醛、丁香酚、芳樟醇、乙酸芳樟酯和百里香酚)所涉的程式。樣本提取後以乙醇稀釋，利用氣相色譜質譜聯用法或氣相色譜串聯質譜法，定性測定其有關化學指標成分。<sup>1)</sup>

本方法適用於含有 6 種指標中任何一種的中藥藥油，最低適用水準為 5 毫克／克。

### 2 試劑

除非另有說明，否則必須使用分析純級別或同等級別的試劑。

#### 2.1 乙醇

2.2 氮氣，純度最少 99.999%。

2.3 標準品：桂皮醛、香茅醛、丁香酚、芳樟醇、乙酸芳樟酯和百里香酚，純度最少 95%。

---

1) 本方法旨在提供一種可靠的測試方法，作為含有 6 種化學指標中任何一種或多種(如肉桂油、香茅油、丁香油、熏衣草油和百里香油)為主要有效成分的中藥藥油的品質控制方法。在採用本方法時，使用者有責任評估其中藥藥油產品是否適用於本測試方法，特別是其產品中的其他成分或輔料是否含有選定的 6 種化學指標的任何一種或多種，以及其他中藥材或中藥材提取物的影響。

#### 2.4 個別標準儲備溶液 I Std-Stock I (10 000 毫克／升)

準確地稱出香茅醛、丁香酚、芳樟醇、乙酸芳樟酯和百里香酚的標準品(2.3)，每種約 100 毫克，分別放進 5 個 10 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

(個別標準儲備溶液 I Std-Stock I 可於室溫下妥當儲存 3 個月而不會出現降解跡象。)

#### 2.5 個別標準儲備溶液 II Std-Stock II (20 000 毫克／升)

準確地稱出桂皮醛標準品(2.3)約 20 毫克，放進 10 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

(個別標準儲備溶液 II Std-Stock II 須新鮮製備。)

#### 2.6 混合標準中間溶液 I Std-Int I (500 毫克／升)

用移液器把 1 毫升的香茅醛、丁香酚、芳樟醇、乙酸芳樟酯和百里香酚個別標準儲備溶液 I Std-Stock I 和 5 毫升的桂皮醛個別標準儲備溶液 Std-Stock I 放進 20 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

#### 2.7 混合標準中間溶液 II Std-Int II (10 毫克／升)

用移液器把 0.2 毫升混合標準中間溶液 I Std-Int I (2.6)放進 10 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度。

#### 2.8 控制點標準溶液 Std-Ctrl (0.5 毫克／升)

用移液器把 0.5 毫升混合標準中間溶液 II Std-Int II (2.7)放進 10 毫升的容量瓶(3.2)，加入乙醇(2.1)至刻度。

### 3 器具

3.1 分析天秤，感量為 0.1 毫克

3.2 10 和 20 毫升容量瓶

3.3 移液器

3.4 超聲波清洗器

### 3.5 0.45 微米聚四氟乙烯過濾薄膜

### 3.6 聚乙二醇固定相的熔融石英毛細管柱(30 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)

### 3.7 配備品質選擇檢測器(氣相色譜質譜聯用法)或串聯質譜儀(氣相色譜串聯質譜法)的氣相色譜儀

## 4 程式

### 4.1 配製樣本

準確地稱出約 0.1 克樣本，把樣本放進 10 毫升的容量瓶溶解(必要時可藉助超聲波清洗器)，並加入乙醇至刻度。必要時用乙醇進一步稀釋。用移液器把 0.1 毫升所得溶液轉移至 10 毫升容量瓶中，並加入乙醇至刻度，再以 0.45 微米聚四氟乙烯過濾薄膜過濾而得出樣本溶液。

### 4.2 氣相色譜分析

參照儀器說明書，裝配氣相色譜系統。按照以下條件，在氣相色譜質譜聯用系統或氣相色譜串聯質譜儀系統注入控制點標準溶液 Std-Ctrl(2.8)和樣本溶液(4.1)：

進樣量：1 微升

進樣模式：分流模式，分流比 50:1

流速：1.0 毫升 / 分鐘

升溫程式：初始 60°C，保持 10 分鐘後，以每分鐘 15°C 升至 180°C，保持 6 分鐘；再以每分鐘 40°C 升至 220°C，保持 3 分鐘(總執行時間 28 分鐘)

氣相色譜質譜聯用法

指標成分	選擇離子監測模式—選定離子(m/z)		
	基峰	特徵離子 1	特徵離子 2
桂皮醛	131	132	103
香茅醛	69	41	95
丁香酚	164	149	103
芳樟醇	71	93	80

乙酸芳樟酯	93	80	121
百里香酚	135	150	91

## 氣相色譜串聯質譜法

指標成分	多重反應監測對		CE (eV)
	母離子(m/z)	子離子(m/z)	
桂皮醛	131	77	25
	131	103	10
香茅醛	95	55	15
	109	67	5
丁香酚	164	149	10
	164	131	10
芳樟醇	121	93	5
	121	77	20
乙酸芳樟酯	136	93	10
	136	121	10
百里香酚	135	91	15
	150	135	10

## 5 鑒別要求

比較樣本溶液中選定離子或離子對的保留時間、信號反應和相對豐度與三次重複進樣控制點標準溶液 Std-Ctrl 所確立的控制水準，可鑒別樣本中的目標分析物。正確鑒別結果應符合以下條件：

- 5.1 樣本中目標分析物的保留時間不應與控制點標準溶液 Std-Ctrl 中該分析物的平均保留時間相差多於 2%。
- 5.2 樣本中目標分析物的選定離子或離子對的基峰信號反應應等於或大於控制點標準溶液 Std-Ctrl 中該分析物的平均信號反應的 70%，而檢測峰的信噪比應大於 5:1。
- 5.3 若採用氣相色譜質譜聯用法，應比較樣本中與標準溶液中目標分析物特徵碎片離子的相對豐度。有關的相對強度應符合以下的偏差範圍：

與基峰的 相對強度(%)	最大允許偏差
> 50%	± 10%
> 20 to 50%	± 15%
> 10 to 20%	± 20%
≤ 10%	± 50%

注：標準溶液特徵碎片離子的相對豐度是指控制點標準溶液 Std-Ctrl 3 次重複進樣的平均相對豐度

- 5.4 若採用氣相色譜串聯質譜法，應比較樣本中與標準溶液中多重反應監測離子對的相對豐度。有關的相對強度須符合以下的偏差範圍：

與基峰的 相對強度(%)	最大允許偏差
> 50%	± 20%
> 20 to 50%	± 25%
> 10 to 20%	± 30%
≤ 10%	± 50%

注：標準品多重反應監測離子對的相對豐度是指控制點標準溶液 Std-Ctrl 3 次重複進樣的平均相對豐度

## 6 參考資料

國家藥典委員會：《中華人民共和國藥典》2015 年版一部，中國醫藥科技出版社。

國家食品藥品監督管理局：《國家藥品標準·活絡油》WS3-868(Z-166) – 2005 (Z) – 2009。

Analytical Method to Quantify 57 Suspected Allergens (and-Isomers) in Ready to Inject Fragrance Materials by Gas Chromatography and Mass spectrometry, The International Fragrance Association (2016).

經濟部標準檢驗局台南分局：《以氣相層析法檢測香茅油中香茅醛含量之探討》，2016 年 12 月。

李英、劉麗等：〈頂空氣相色譜-質譜聯用法測定蠟燭中香茅油的含量〉，《香料香精化妝品》，第3期(2005年6月)，頁22-24。

A. Cutillas, A Carrasco et al, Thyme Essential Oils from Spain: Aromatic Profile Ascertained by GC-MS, and Their Antioxidant, Antilipoxygenase and Antimicrobial Activities, Journal of Food and Drug Analysis, 26, 529-544 (2018).

Determination of 59 Potential Allergens in Perfumes by Twin-line Fast GCMSMS, Application News No. SCA\_280\_089, Shimadzu Europa GmbH (2018).

Commission Decision 2002/657/EC, Official Journal of the European Communities, L 221, 8-36 (2002).