



**GCMTI RD-1:2019**

## 政府中藥檢測中心方法



利用氣相色譜法檢測外用中藥藥油中的  
 $\alpha$ -蒎烯、桉油精、樟腦、薄荷醇和水楊酸甲酯  
含量

## 利用氣相色譜法檢測外用中藥藥油中的 $\alpha$ -蒎烯、桉油精、樟腦、薄荷醇和水楊酸甲酯含量

**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，以免吸入該等化學品氣體。

### 1. 引言

本方法載列檢測外用中藥藥油中常見的 5 種化學指標( $\alpha$ -蒎烯、桉油精、樟腦、薄荷醇和水楊酸甲酯)的程序。樣本提取後以乙醇稀釋，利用氣相色譜氫火焰離子化檢測器測定法(GC-FID)配合內標校準，定性及定量測定其有關化學指標成分。<sup>1</sup>

本方法適用於含有下表所列 5 種指標的中藥藥油，最低適用水平如下：

指標	最低適用水平 (毫克/克)
$\alpha$ -蒎烯	50
桉油精	25
樟腦	50
薄荷醇	125
水楊酸甲酯	125

### 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 %。

<sup>1</sup> 本方法旨在提供一種可靠的測試方法，作為含有松節油、桉葉油、樟腦、薄荷醇及／或水楊酸甲酯為主要有效成分的中藥藥油的質量控制方法。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5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。

**2.3. 內標物：**萘，純度最少 95 %。

**2.4. 標準品：** $\alpha$ -蒎烯、桉油精、樟腦、薄荷醇和水楊酸甲酯，純度最少 95 %。

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

準確地稱出每種標準品(2.4)約 200 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，溶解該等物質。

(個別標準儲備溶液可於室溫下妥當儲存 6 個月而不會出現降解跡象。)

**2.6. 萘內標溶液 Std-IS (10 000 毫克／升)**

準確地稱出萘內標物(2.3)約 100 毫克，放進 10 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度，溶解該物質。

**2.7. 混合標準中間溶液 Std-Int ( $\alpha$ -蒎烯和樟腦：2 000 毫克／升；桉油精：1 000 毫克／升；薄荷醇和水楊酸甲酯：5 000 毫克／升)**

用移液器把 2 毫升的  $\alpha$ -蒎烯和樟腦個別標準儲備溶液 Std-Stock、1 毫升的桉油精個別標準儲備溶液 Std-Stock 和 5 毫升的薄荷醇和水楊酸甲酯個別標準儲備溶液 Std-Stock 放進 20 毫升的容量瓶(3.2)，並加入乙醇(2.1)至刻度稀釋。

**2.8. 混合校準標準溶液 Std-AS**

用移液器把 0.2 毫升的萘內標溶液 Std-IS(2.6) 和 5 份不同體積的混合標準中間溶液 Std-Int(2.7) 分別放進 5 個 10 毫升的容量瓶，以乙醇(2.1)稀釋，配製一共 5 份校準標準溶液，覆蓋的校準範圍分別為 100 – 800 毫克／升( $\alpha$ -蒎烯和樟腦)、50 – 400 毫克／升(桉油精)、250 – 2 000 毫克／升(薄荷醇和水楊酸甲酯)，以及 200 毫克／升(萘內標物)。

### 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**熔融石英毛細管色譜柱**(30 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)或 5% 苯基甲基聚矽氧烷固定相的**熔融石英毛細管色譜柱**(60 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)

3.7. 配備氫火焰離子化檢測器的**氣相色譜儀**

### 4. 程序

#### 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 2 毫升所得溶液和 0.2 毫升的萘內標溶液 Std-IS(2.6) 放進 10 毫升容量瓶中，並加入乙醇至刻度，溶解後再以 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，裝配氣相色譜氫火焰離子化檢測器系統。使用兩種色譜柱(3.6) 的任何一種，按照以下條件注入混合校準標準溶液 Std-AS(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：1.5 毫升／分鐘

升溫程序：

柱 (3.6)	聚乙二醇固定相 (30 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)	5% 苯基甲基聚矽氧烷固定 相 (60 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米)
升溫程序	初始 40°C，保持 15 分 鐘後，以每分鐘 20°C 升至 190°C，保持 4 分 鐘 (總運行時間 26.5 分 鐘)	初始 65°C，保持 5 分鐘後， 以每分鐘 1°C 升至 80°C，保 持 0 分鐘；再以每分鐘 20 °C 升至 190°C，保持 3 分鐘 (總運行時間 28.5 分鐘)

## 5. 校準

以  $\alpha$ -蒎烯、桉油精、樟腦、薄荷醇和水楊酸甲酯相對於萘的峰面積比與混合校準標準溶液 Std-AS 相應濃度繪畫圖表，從而得出每種分析物的 5 點校準曲線。從校準曲線得出斜率(m)、截距(I)與相關係數( $r^2$ )的平方。

$$\text{峰面積比} = \frac{\text{分析物的峰面積}}{\text{內標物的峰面積}}$$

## 6. 鑒別及計算

按下列方程式計算每種分析物的相對保留時間：

$$\text{相對保留時間} = \frac{\text{分析物峰的保留時間}}{\text{萘峰的保留時間}}$$

與混合校準標準溶液 Std-AS 色譜圖中  $\alpha$ -蒎烯峰、桉油精峰、樟腦峰、薄荷醇峰和水楊酸甲酯峰的相對保留時間比較，鑒別樣本溶液色譜圖中的  $\alpha$ -蒎烯峰、桉油精峰、樟腦峰、薄荷醇峰和水楊酸甲酯峰。上述兩種色譜圖中的  $\alpha$ -蒎烯峰、桉油精峰、樟腦峰、薄荷醇峰和水楊酸甲酯峰的相對保留時間不應相差多於 0.5 %。

按下列方程式計算樣本溶液中分析物的濃度(毫克／升)：

$$\text{分析物的濃度} = \frac{\text{峰面積比} - I}{m}$$

峰面積比 = 樣本溶液中分析物的峰面積比

I = 5 點校準曲線截距

m = 5 點校準曲線斜率

按下列方程式計算樣本中分析物(毫克／克)的成分：

$$\text{樣本中分析物成分(毫克／克)} = \frac{C \times V / 1000 \times D}{W}$$

C = 樣本溶液中分析物的濃度(毫克／升)

D = 稀釋因數

V = 樣本溶液最後製成體積(毫升)

W = 用以配製樣本溶液的樣本的重量(克)

## 7. 參考資料

- 7.1.** 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。
- 7.2.** E. Gonzalez-Penas, M. Lopez-alvares, F. Martinez de Narvajas, A. Ursua Simultaneous. (2000). GC Determination of Turpentine, Camphor, Menthol and Methyl Salicylate in a Topical Analgesic Formulation (Dologex). *Chromatographia*(52), pp. 245-248.
- 7.3.** 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。

## 附件

(規範)

### 外標校準

本方法亦可以外標校準代替內標校準來檢測樣本溶液中分析物的濃度。如採用外標校準，則可使用不添加萘內標溶液 **Std-IS** 的混合校準標準溶液 **Std-AS** 和樣本溶液。

以  $\alpha$ -蒎烯、桉油精、樟腦、薄荷醇和水楊酸甲酯的峰面積(A)與相應的混合校準標準溶液 **Std-AS** 濃度作圖，從而得出每種標準品的 5 點校準曲線。從校準曲線得出斜率(m)、截距(I)和相關係數( $r^2$ )的平方。

按下列方程式計算樣本溶液中分析物的濃度(毫克/升)：

$$\text{分析物成分} = \frac{A - I}{m}$$

A = 樣本溶液中分析物的峰面積

I = 5 點校準曲線截距

m = 5 點校準曲線斜率