

补充资料  
(信息性)  
色谱分析

以下参数已成功验证。

S1. 校准标准溶液的浓度载于下表：

指标	浓度 (毫克 / 升)				
	等级 1	等级 2	等级 3	等级 4	等级 5
$\alpha$ -蒎烯	100	200	400	600	800
桉油精	50	100	200	300	400
樟脑	100	200	400	600	800
薄荷醇	250	500	1 000	1 500	2 000
水杨酸甲酯	250	500	1 000	1 500	2 000

## S2. 气相色谱条件示例

### 示例 1

气相色谱仪：	Thermo Scientific TRACE 1310 <sup>1)</sup> 气相色谱仪， 配备 AS 1310 自动取样器
检测器：	氢火焰离子化检测器
柱：	Restek Stabilwax-MS <sup>2)</sup> ，30 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米
载气：	氦气，纯度 99.999 %
流速：	1.5 毫升 / 分钟
进样模式：	分流模式，分流比 50:1
进样器温度：	220℃
检测器设定：	温度：220℃ 空气流量：350 毫升 / 分钟 氢流量：35 毫升 / 分钟 补充气流量：40 毫升 / 分钟
进样量：	1 微升
升温程序：	初始 40℃，保持 15 分钟后，以每分钟 20℃ 升 至 190℃，保持 4 分钟

---

1) TRACE 1310 是 Thermo Fisher Scientific 提供的一款气相色谱仪的商品名称。本项信息仅为方便本方法的使用者而提供，并不构成卫生署对上述产品的认可。如能证明可以产生相同的结果，则亦可使用同等产品。

2) Restek Stabilwax-MS 是 Restek 提供的一款色谱柱的商品名称。本项信息仅为方便本方法的使用者而提供，并不构成卫生署对上述产品的认可。如能证明可以产生相同的结果，则亦可使用同等产品。

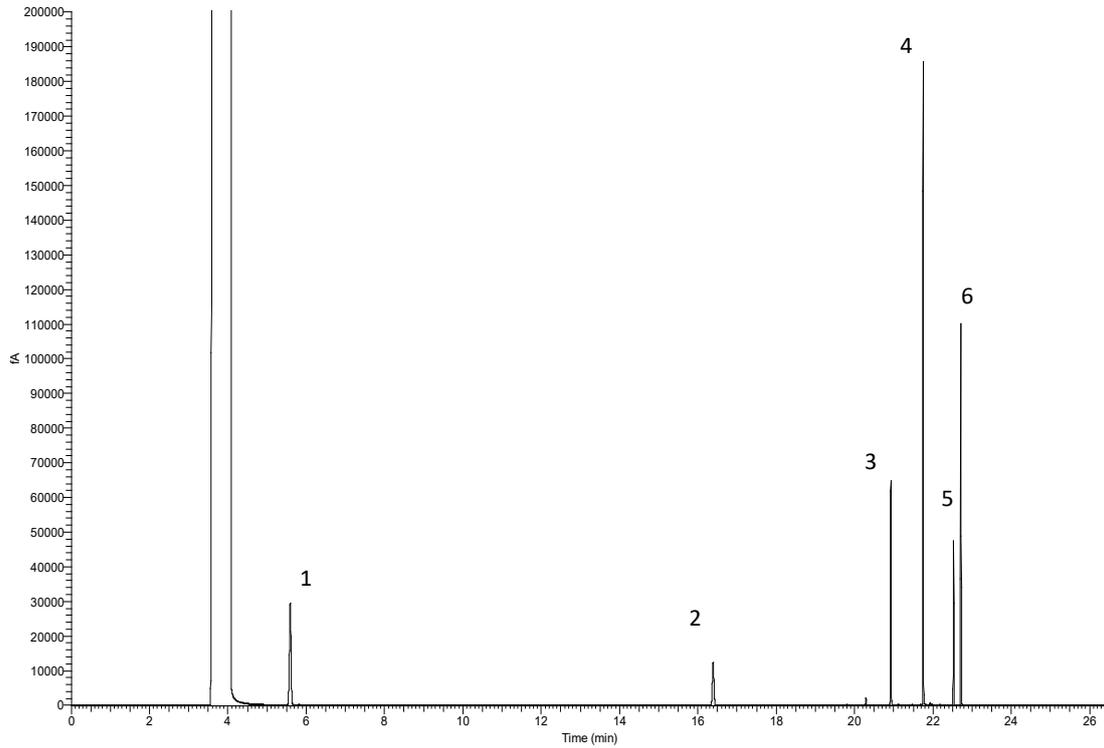


图 1 混合校准标准溶液 Std-AS 的对照色谱图(1 =  $\alpha$ -蒎烯, 2 = 桉油精, 3 = 樟脑, 4 = 薄荷醇, 5 = 萘, 6 = 水杨酸甲酯)

示例 2

气相色谱仪:	Thermo Scientific TRACE 1310 <sup>1)</sup> 气相色谱仪, 配备 AS 1310 自动取样器
检测器:	氢火焰离子化检测器
柱:	Agilent HP-5MS <sup>3)</sup> , 60 米 x 0.25 毫米 x 0.25 微米
载气:	氦气, 纯度 99.999 %
流速:	1.5 毫升 / 分钟
进样模式:	分流模式, 分流比 50:1
进样器温度:	220 °C
检测器设定:	温度: 220 °C 空气流量: 350 毫升 / 分钟 氢流量: 35 毫升 / 分钟 补充气流量: 40 毫升 / 分钟
进样量:	1 微升
升温程序:	初始 65 °C, 保持 5 分钟后, 以每分钟 1 °C 升至 80 °C, 保持 0 分钟; 再以每分钟 20 °C 升至 190 °C, 保持 3 分钟

---

3) Agilent HP-5MS 是 Agilent Technologies 提供的一款色谱柱的商品名称。本项信息仅为方便本方法的使用者而提供, 并不构成卫生署对上述产品的认可。如能证明可以产生相同的结果, 则亦可使用同等产品。

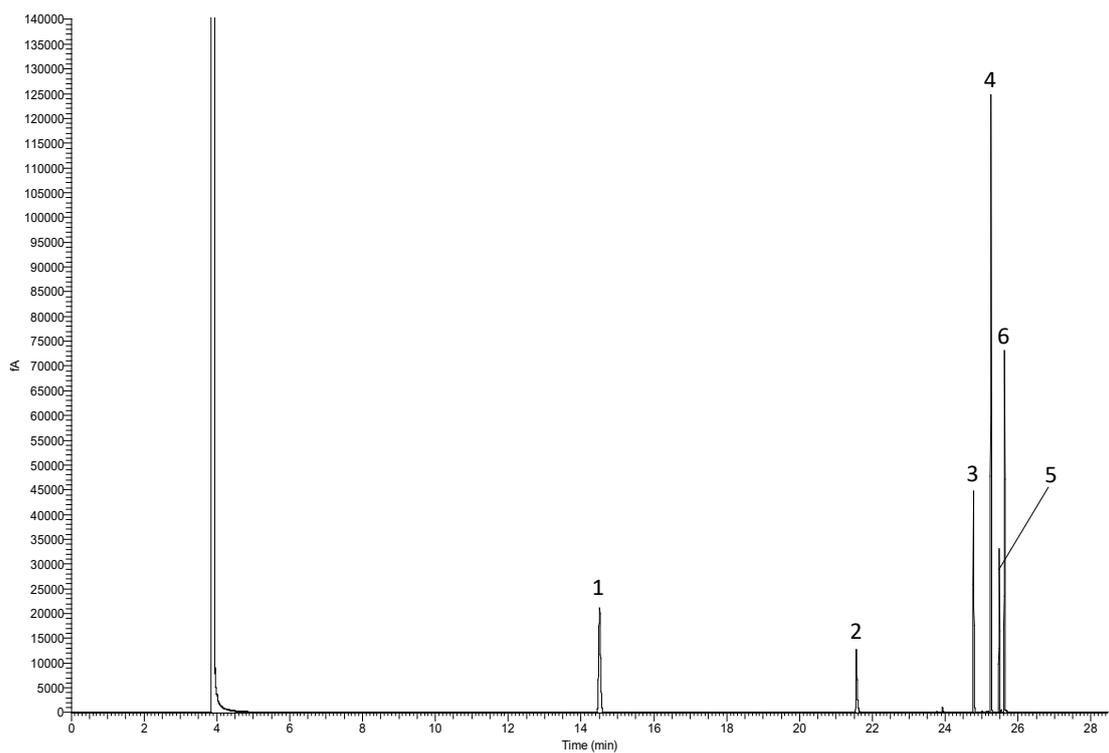


图 2 混合校准标准溶液 Std-AS 的对照色谱图(1 =  $\alpha$ -蒎烯, 2 = 桉油精, 3 = 樟脑, 4 = 薄荷醇, 5 = 萘, 6 = 水杨酸甲酯)

S3. 验证的精确度和准确度数据载于表 1 至表 4。

表 1 使用 S2 示例 1 气相色谱条件和内标校准时的精确度和准确度数据

指标	重复性 相对标准偏差 (%)	中间精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	0.91	0.55	97.2 - 103.7
桉油精	0.46	0.42	100.9 - 104.8
樟脑	0.41	0.79	99.2 - 103.5
薄荷醇	0.37	0.49	100.8 - 105.3
水杨酸甲酯	0.51	0.46	100.0 - 104.0

表 2 使用 S2 示例 2 气相色谱条件和内标校准时的精确度和准确度数据

指标	重复性 相对标准偏差 (%)	中间精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	0.54	0.43	98.0 - 103.4
桉油精	0.36	0.28	101.3 - 105.4
樟脑	0.38	0.74	99.4 - 103.5
薄荷醇	0.43	0.42	100.7 - 105.3
水杨酸甲酯	0.33	0.76	99.5 - 104.6

表 3 使用 S2 示例 1 气相色谱条件和外标校准时的精确度和准确度数据

指标	重复性 相对标准偏差 (%)	中间精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	1.04	0.54	93.7 - 106.7
桉油精	0.68	0.41	98.9 - 108.6
樟脑	0.49	0.72	97.8 - 109.6
薄荷醇	0.48	0.46	100.0 - 109.3
水杨酸甲酯	0.58	0.49	97.5 - 109.6

表 4 使用 S2 示例 2 气相色谱条件和外标校准时的精确度和准确度数据

指标	重复性 相对标准偏差 (%)	中间精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	0.71	1.15	96.7 - 105.4
桉油精	0.59	1.02	98.6 - 108.9
樟脑	0.57	1.14	97.6 - 108.8
薄荷醇	0.59	0.83	98.1 - 109.6
水杨酸甲酯	0.42	1.41	97.2 - 108.0

S4. 从市场上获得的样本的精确度和准确度数据载于表 1 至表 4。

**表 1** 使用 S2 示例 1 气相色谱条件和内标校准时的精确度和准确度数据

指标	精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	1.94	94.9 - 108.6
桉油精	0.73	95.5 - 102.2
樟脑	1.41	95.0 - 106.5
薄荷醇	1.29	96.3 - 103.8
水杨酸甲酯	1.11	91.4 - 103.8

**表 2** 使用 S2 示例 2 气相色谱条件和内标校准时的精确度和准确度数据

指标	精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	1.65	94.7 - 109.1
桉油精	0.84	94.8 - 103.0
樟脑	1.32	94.7 - 107.6
薄荷醇	1.30	95.9 - 106.3
水杨酸甲酯	1.66	92.6 - 105.0

**表 3** 使用 S2 示例 1 气相色谱条件和外标校准时的精确度和准确度数据

指标	精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	0.51	94.6 - 106.3
桉油精	1.49	93.6 - 102.9
樟脑	1.49	92.5 - 104.3
薄荷醇	1.66	93.8 - 102.3
水杨酸甲酯	1.20	90.1 - 103.1

表 4 使用 S2 示例 2 气相色谱条件和外标校准时的精确度和准确度数据

指标	精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
$\alpha$ -蒎烯	4.04	92.4 - 98.9
桉油精	1.79	95.9 - 102.3
樟脑	3.52	95.6 - 101.4
薄荷醇	3.33	93.6 - 100.3
水杨酸甲酯	3.56	92.5 - 101.0

S5. 从市场上获得的样本在两种色谱柱之间的精确度数据载于表 1-2。

**表 1** 使用 S2 气相色谱条件和内标校准时，在两种色谱柱之间的精确度数据

指标	精确度 相对标准偏差 (%)
$\alpha$ -蒎烯	2.11
桉油精	0.89
樟脑	1.46
薄荷醇	1.20
水杨酸甲酯	1.54

**表 2** 使用 S2 气相色谱条件和外标校准时，在两种色谱柱之间的精确度数据

指标	精确度 相对标准偏差 (%)
$\alpha$ -蒎烯	2.91
桉油精	1.14
樟脑	2.37
薄荷醇	2.69
水杨酸甲酯	3.23