

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
冰片	20	40	80	120	160

## 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。

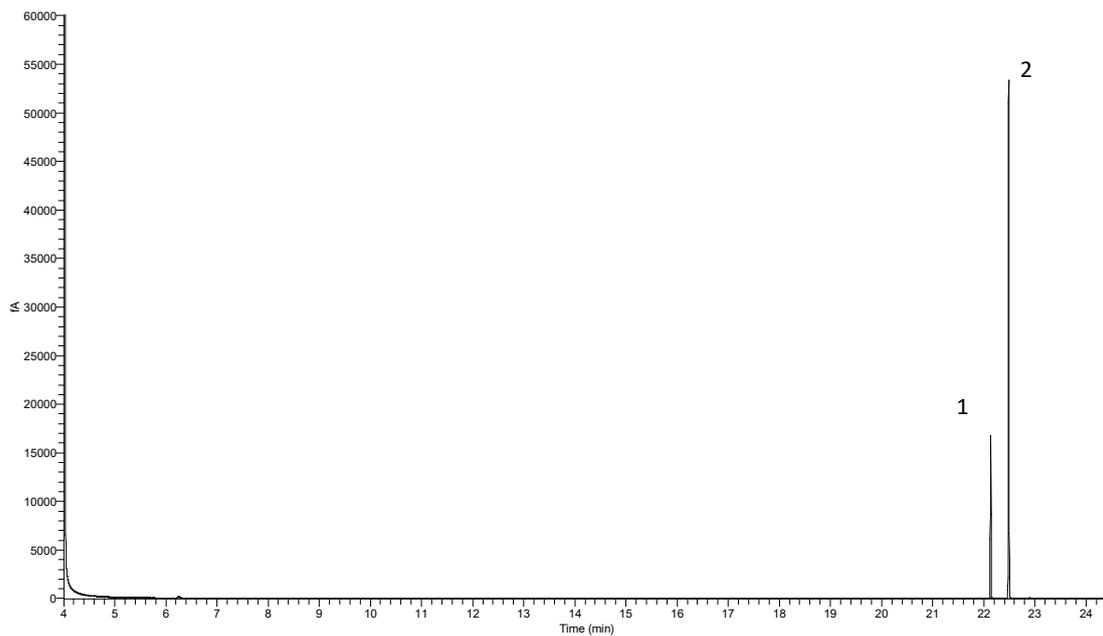


图 1 校准标准溶液 Std-AS 的对照色谱图(1 = 冰片, 2 = 萘)

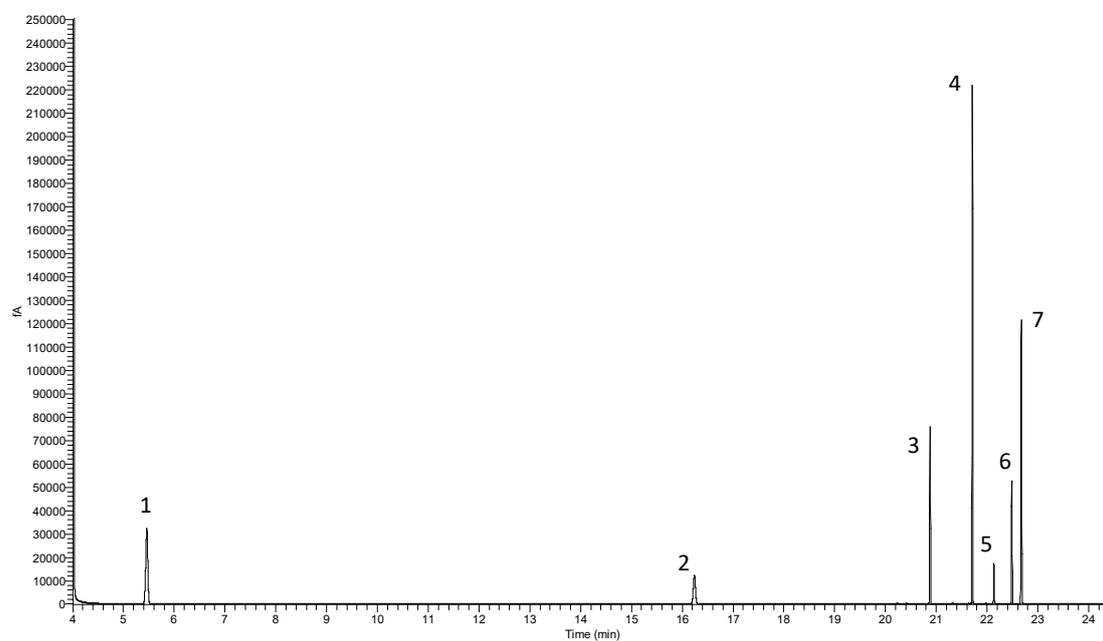


图 2 校准标准溶液 Std-AS 和其他中药药油中常见的化学指针的对照色谱图(1 =  $\alpha$ -蒎烯, 2 = 桉油精, 3 = 樟脑, 4 = 薄荷醇, 5 = 冰片, 6 = 萘, 7 = 水杨酸甲酯)

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
进样方式：	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 65℃，保持 5 分钟后，以每分钟 1℃ 升至 80℃，保持 0 分钟；再以每分钟 20℃ 升至 190℃， 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。

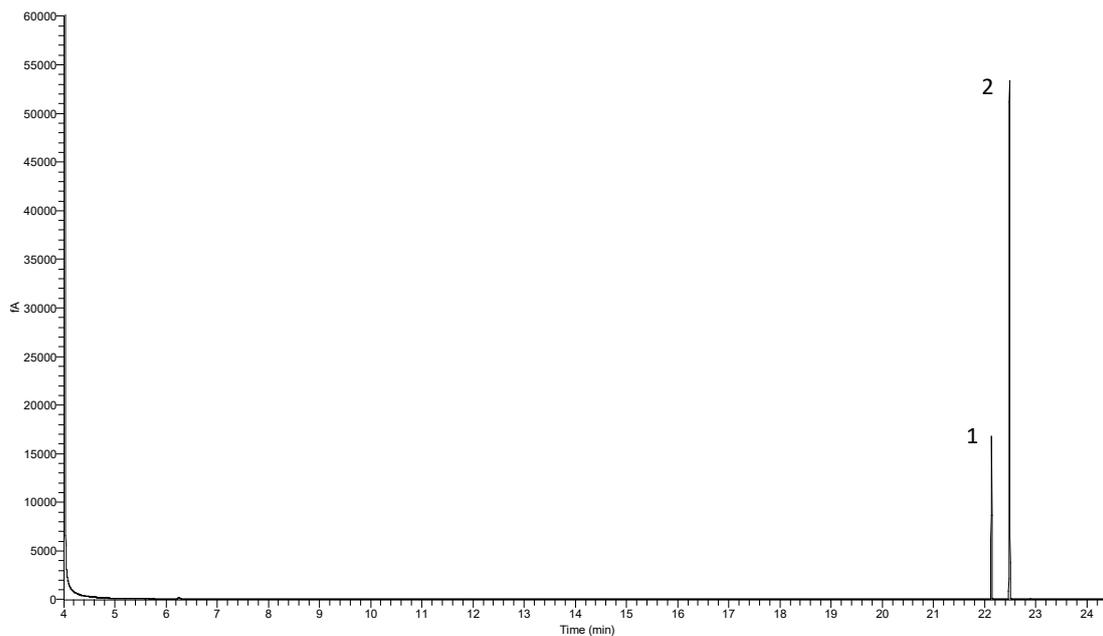


图 3 校准标准溶液 Std-AS 的对照色谱图(1 = 冰片, 2 = 萘)

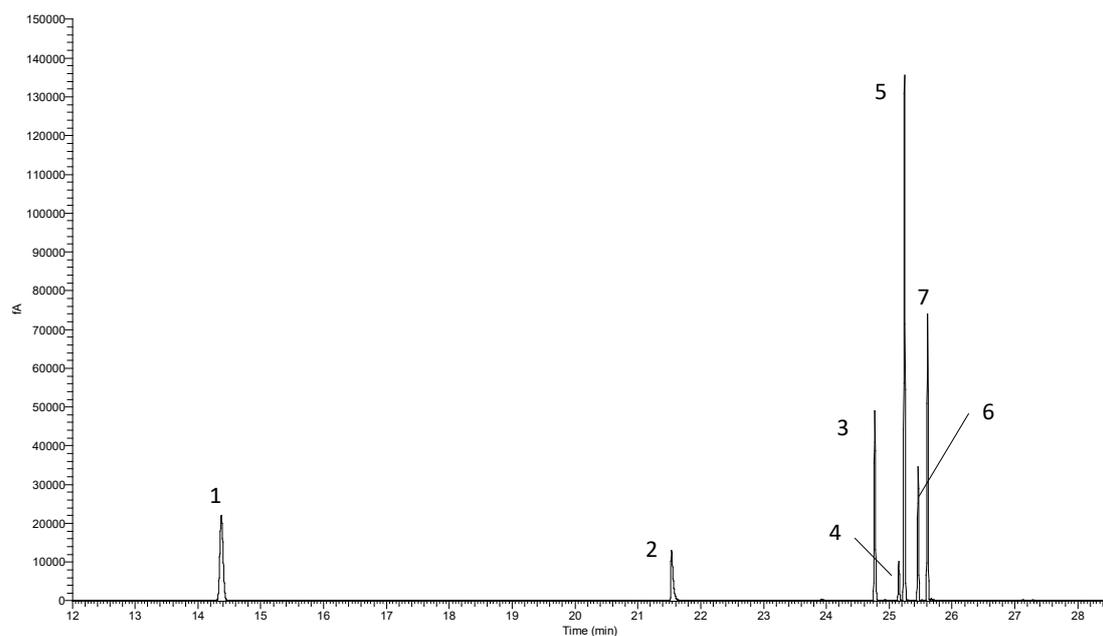


图 4 校准标准溶液 Std-AS 和其他中药药油中常见的化学指针的对照色谱图(1 =  $\alpha$ -蒎烯, 2 = 桉油精, 3 = 樟脑, 4 = 薄荷醇, 5 = 冰片, 6 = 萘, 7 = 水杨酸甲酯)

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 (%)
冰片	0.30	1.99	96.9 - 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	重复性 相对标准偏差 (%)	中间精确度 相对标准偏差 (%)	回收率 (%)
冰片	0.43	1.73	96.3 - 102.8

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 (%)
冰片	1.40	3.09	95.4 - 103.4

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 (%)
冰片	3.00	1.88	92.9 - 101.4

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 (%)
冰片	0.54	93.9 - 100.1

**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 (%)
冰片	0.71	94.5 - 103.0

**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 (%)
冰片	1.60	93.1 - 105.8

**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 (%)
冰片	2.97	90.7 - 108.6

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 (%)
冰片	0.90

**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 (%)
冰片	2.88