

ICS 11.120
CCS C 25



团 体 标 准

T/CACM 1543.7—2023

小茴香精油

Essential oil of foeniculi fructus

2023 - 09 - 26 发布

2023 - 09 - 26 实施

中 华 中 医 药 学 会 发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 提取工艺	1
4.1 提取工艺流程	1
4.2 提取工艺要求	2
5 技术要求	2
5.1 感官要求	2
5.2 理化指标	2
5.3 含量要求	2
6 试验方法	3
6.1 色状鉴定	3
6.2 香气评定	3
6.3 相对密度测定	3
6.4 折光指数测定	3
6.5 旋光度测定	3
6.6 75% (V/V) 乙醇溶混度评估	3
6.7 酸值测定	3
6.8 黏度测定	3
6.9 含量测定	3
7 检验规则	4
8 用途用法	4
9 标志、包装、运输、贮藏和保质期	4
9.1 标志	4
9.2 包装	4
9.3 运输	4
9.4 贮藏	4
9.5 保质期	4
附录 A (规范性) 4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑检测方法	5
参考文献	8

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。

请注意本文件中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。

本文件由江西中医药大学提出。

本文件由中华中医药学会归口。

本文件起草单位：江西中医药大学、江西古香今韵大健康产业有限公司、四川省天府香疗健康技术研究院有限公司、颇黎芳香医药科技（上海）有限公司、国香生物科技（上海）有限公司、赣江新区智药善和科技有限公司、中国农业科学院农业基因组研究所、绵阳市长生园药材开发有限公司、江西普正制药股份有限公司、成都中医药大学、陕西中医药大学、山东中医药大学、安徽医科大学、北京中医药大学、广东药科大学、湖南中医药大学、海南医学院、黑龙江中医药大学、福建中医药大学、湖北中医药大学、辽宁中医药大学、河北中医药大学、安徽中医药大学、南京中医药大学、浙江中医药大学。

本文件主要起草人：杨明、黄小英、柳小莉、唐芳瑞、李慧婷、张小飞、赵华祥、李思婷、张帅杰、曹远东、李小锋。

本文件参与起草人：朱根华、郑琴、伍振峰、邵峰、管咏梅、梁新丽、张普照、李光武、钟凌云、张寿文、田景振、吴清、傅超美、韩丽、周毅生、夏新华、罗海燕、史亚军、郑国华、黄庆德、王艳宏、黄绳武、程岚、李春花、谢辉、桂双英、张海燕、严志宏、王芳、臧振中、罗晶、田真真、刘阳、杜清、钟钰、徐杰、肖艳、龚梦雅。

小茴香精油

1 范围

本文件规定了小茴香精油的提取工艺、技术要求、检验规则和标志、包装、运输、贮藏、保质期等要求，描述了相应的试验方法。

本文件适用于采用水蒸气蒸馏法从小茴香干燥成熟果实中提取得到的小茴香精油。

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；不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 11538—2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法

GB/T 11540—2008 香料 相对密度的测定

GB/T 14454.2—2008 香料 香气评定法

GB/T 14454.4—2008 香料 折光指数的测定

GB/T 14454.5—2008 香料 旋光度的测定

GB/T 14455.3—2008 香料 乙醇中溶解(混)度的评估

GB/T 14455.5—2008 香料 酸值或含酸量的测定

中华人民共和国药典（四部）（2020年版）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

小茴香 *foeniculi fructus*

伞形科植物茴香 *Foeniculum vulgare* Mill. 的干燥成熟果实。

注：秋季果实初熟时采制植株，晒干，打下果实，除去杂质。

3.2

小茴香精油 *essential oil of foeniculi fructus*

经水蒸气蒸馏法从茴香 *Foeniculum vulgare* Mill. 的干燥成熟果实中提取的挥发油。

4 提取工艺

4.1 提取工艺流程

采用水蒸气蒸馏法从小茴香干燥成熟果实中提取精油工艺流程见图1。



图1 水蒸气蒸馏法提取小茴香精油工艺流程示意图

4.2 提取工艺要求

4.2.1 蒸馏

采用中药智能水蒸气蒸馏提取设备，气压 ≥ 1.5 Mpa，时间为 7 h~8 h。

4.2.2 冷凝

将蒸馏挥发物收集到冷凝器中，温度在 10 °C~26 °C 的条件下冷凝。

4.2.3 去除水分

将提取的精油收集后加入适量无水硫酸钠脱水，静置 12 h。

4.2.4 过滤

静置后油水分离得精油，采用 0.45 μm 过滤器过滤，收集得精油。

5 技术要求

5.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

感官指标	要求
外观	澄清液体
色泽	淡黄色
香气	具有小茴香的特征香气

5.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目名称	技术要求
相对密度 (20°C \pm 0.2°C)	0.9410~0.9686
折光指数 (20 \pm 0.2) °C	1.5007~1.5379
旋光度 (20 \pm 0.2) °C	7.157° ~13.267°
溶混度 (20 \pm 0.2) °C	1 体积的小茴香精油溶在 2.7~19.3 体积 75% (体积分数) 乙醇中，呈澄清溶液
酸值/(mg·KOH/g)	0.34~1.88
黏度 (25 \pm 0.1) °C / (Pa·s)	1.89~2.77

5.3 含量要求

本品含4-烯丙基苯甲醚不应少于 2.14%、反式茴香脑不应少于 30.03%。

6 试验方法

6.1 色状鉴定

色状按照目视比色法，取试样于 25 mL 比色管内，在室温和非阳光直射下观察。

6.2 香气评定

按 GB/T 14454.2—2008 中第一法三角评析法评定。

6.3 相对密度测定

在 (20 ± 0.2) °C 条件下，按 GB/T 11540—2008 描述的方法进行测定。

6.4 折光指数测定

在 (20 ± 0.2) °C 条件下，按 GB/T 14454.4—2008 描述的方法进行测定。

6.5 旋光度测定

在 (20 ± 0.2) °C 条件下，按 GB/T 14454.5—2008 描述的方法进行测定。

6.6 75% (V/V) 乙醇溶混度评估

在 (20 ± 0.2) °C 条件下，按 GB/T 14455.3—2008 描述的方法进行评估。

6.7 酸值测定

按 GB/T 14455.5—2008 描述的方法进行测定。

6.8 黏度测定

在 (25 ± 0.1) °C 条件下，按《中华人民共和国药典》（四部）（2020年）的通则 0633 黏度测定法测定。

6.9 含量测定

6.9.1 仪器

测定用仪器如下：

- 色谱仪、记录仪和积分仪 [符合《中华人民共和国药典》（四部）（2020年版）的通则 0521 气相色谱法中的规定]；
- 毛细管色谱柱；
- 氢火焰离子化检测器。

6.9.2 测定方法

4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的含量按《中华人民共和国药典》（四部）（2020年）的通则 0521 气相色谱法中外标法测定特征组分的含量规定方法测定，按照附录A操作。

6.9.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 描述的方法执行。

7 检验规则

- 7.1 小茴香精油应由生产厂检验部门负责检验。生产厂应保证出厂产品符合本文件的要求。
- 7.2 验收单位有权按本文件的各项规定检验所收到的产品质量是否符合要求。每一批号作一次验收，不同批号分别验收。
- 7.3 取样方法为每批包装单位在 100 个以下抽取 3 个，100 个以上增加部分再抽取 3%。开启包装取样时，外观检查应无水分和杂质，然后振摇使其充分混匀，再用玻璃取样管每个吸取样品 50 mL~100 mL，注入混样器混合均匀。分别装入两个清洁、干燥具磨砂塞的玻璃瓶中，遮光保存。瓶上注明：生产厂家、产品名称、生产日期、批号、数量及取样日期。一瓶作检验用，另一瓶留存备查。
- 7.4 验收结果中有一项指标不符合本文件要求应会同生产厂重新自两倍量的包装中抽取试样复验。如复验结果仍有指标不合格，则该批产品不能验收。
- 7.5 当供需双方对产品质量产生异议时，可由双方协议解决或由法定检测机构复验及判定。

8 用途用法

- 8.1 适用于中医芳香疗法及中医药大健康产品应用领域的精油原料。
- 8.2 主要通过“熏、嗅、洗、涂”等方式使用，不宜口服使用。

9 标志、包装、运输、贮藏和保质期

9.1 标志

产品包装外应注明：产品名称、生产厂名和地址、商标、批号、净含量、生产日期、保质期和贮存条件、许可证号及本文件编号。订货单位如有特殊要求，可与生产厂另订协议。

9.2 包装

应装入符合国家卫生要求的能避光的玻璃瓶或陶瓷瓶密封包装，量大的应装入清洁、无杂味的不锈钢桶内，或按照顾客要求包装。

9.3 运输

运输应轻装轻卸，应防止发生混淆、污染、异物混入、包装破损、雨雪淋湿等。

9.4 贮藏

宜遮光，密封，通风、置阴凉处，避免杂气污染，不应靠近水源、火源。不应与有毒、有害、有异味、易挥发、易腐蚀的物品混储。

9.5 保质期

产品在符合规定的运输和贮存条件后，根据包装完整和未经启封的情况下，保质期或限期使用日期应按销售包装的标志执行。

逾期应按照本文件进行重新检验，合格方可使用。

附录 A

(规范性)

4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑检测方法

A.1 目的

建立 4-烯丙基苯甲醚和反式茴香脑含量测定的 GC 标准检验操作规程。

A.2 适用

适用于 4-烯丙基苯甲醚和反式茴香脑的含量测定。

A.3 对照品

4-烯丙基苯甲醚标准品、反式茴香脑标准品。

A.4 试剂

无水乙醇（色谱纯）。

A.5 仪器

测定用仪器如下：

- 色谱仪、记录仪和积分仪 [符合《中华人民共和国药典》（四部）（2020版）的通则 0521 气相色谱法中的规定]；
- 毛细管色谱柱；
- 氢火焰离子化检测器；
- 万分之一分析天平。

A.6 溶液的制备

A.6.1 对照品溶液的制备

取 4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑标准品适量，精密量取，加无水乙醇混溶，摇匀，分别制得浓度为 10 $\mu\text{L}/\text{mL}$ 的 4-烯丙基苯甲醚对照品溶液和反式茴香脑对照品溶液；稀释不同浓度梯度，绘制标准曲线。

A.6.2 样品溶液的制备

精密量取小茴香精油 100 μL ，置 10 mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，摇匀，加入适量无水 Na_2SO_4 ，以 0.22 μm 微孔滤膜过滤，即得样品溶液。

A.7 色谱条件与系统适用性试验

100% 二甲基聚硅氧烷为固定相的毛细管柱（柱长为 30 m，内径为 0.25 mm，膜厚度为 0.25 μm ）；柱温为程序升温：起始温度 70 $^{\circ}\text{C}$ ，以 0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 75 $^{\circ}\text{C}$ ，然后以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 100 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 110 $^{\circ}\text{C}$ ，以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 150 $^{\circ}\text{C}$ ，最后以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 200 $^{\circ}\text{C}$ ，总时长 35 min，检测器温度 240 $^{\circ}\text{C}$ ， N_2 流速 30 mL/min， H_2 流速 30 mL/min， O_2 流速 300 mL/min。进样口温度 210 $^{\circ}\text{C}$ ，进样量 1 μL ，分流进样，分流比 40:1，载气流速 0.95 mL/min。

A.8 样品测定

在上述色谱条件下，等仪器稳定基线平稳后，分别精密吸取对照品溶液和样品溶液各 1 μL ，注入气相色谱仪，以标准品为对照品用面积外标法计算样品中 4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的含量，即得。

A.9 计算

含量按照公式 (A.1) 进行计算：

$$W = \frac{C_1}{C_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

W ——试样中 4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的含量，%；

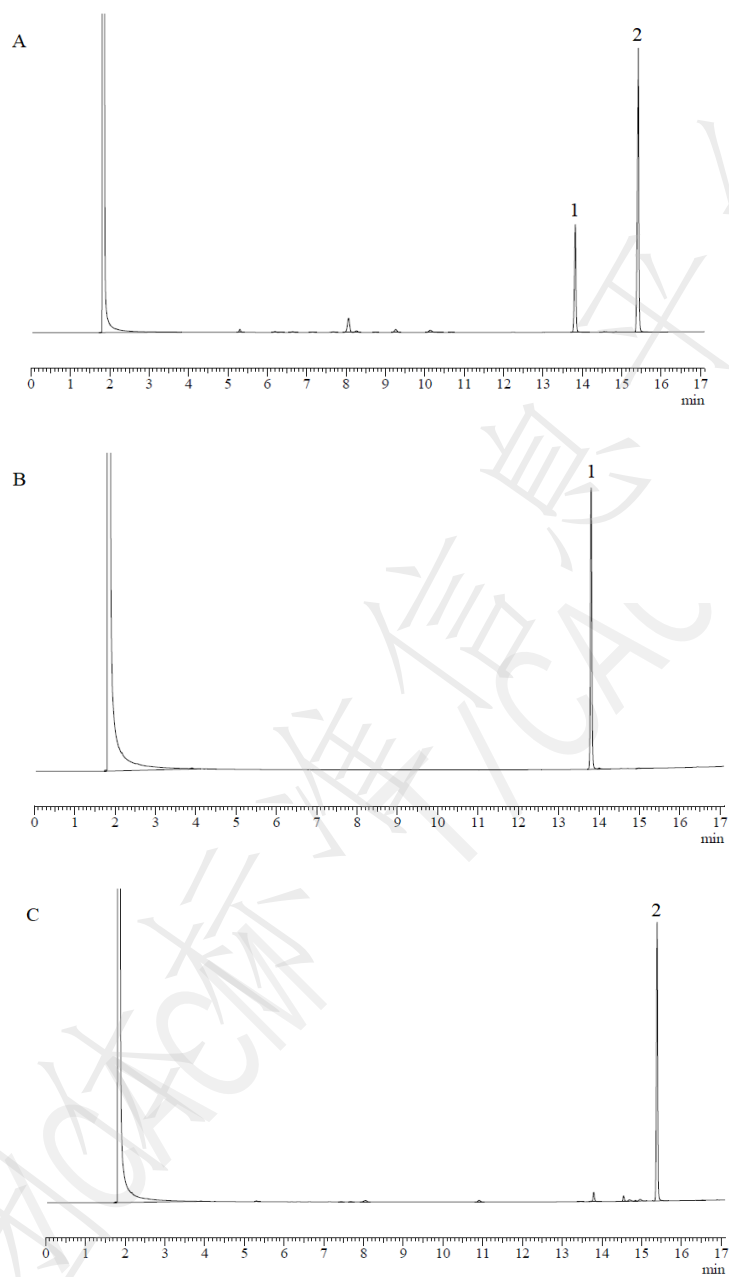
C_1 ——依据标准曲线计算得到的试样待测液中 4-烯丙基苯甲醚、反式茴香脑的浓度，单位为微升每毫升 ($\mu\text{L}/\text{mL}$)；

C_2 ——试样的浓度，单位为微升每毫升 ($\mu\text{L}/\text{mL}$)。

样品含量结果取三个平行样品含量的平均值。

A.10 小茴香精油和对照品的气相色谱图

小茴香精油和对照品的气相色谱图见图 A.1。



标引序号（符号）说明：

1——4-烯丙基苯甲醚；

2——反式茴香脑；

A——小茴香精油样品溶液的气相色谱图；

B——4-烯丙基苯甲醚对照品溶液的气相色谱图；

C——反式茴香脑对照品溶液的气相色谱图。

图 A.1 小茴香精油和对照品的气相色谱图

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典[M]. 一部. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- [2] 郭婷婷, 从仁怀, 寇秀颖等. 不同产地小茴香挥发油成分分析及反式茴香脑含量的测定[J]. 中国调味品, 2018, 43(08):127-130.
- [3] 邹俊波, 张小飞, 邵佳等. 水蒸气蒸馏法提取小茴香挥发油类成分的提取动力学研究[J]. 中草药, 2018, 49(12):2855-2865.
- [4] 姜楠楠, 陈小亮, 董娜等. 小茴香精油成分测定及性能研究[J]. 中国调味品, 2019, 44(11):162-166.
- [5] 陈石梅, 黄锁义. 小茴香有效成分提取方法的研究进展[J]. 食品工业, 2020, 41(01):260-263.
-