

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0039—92

出 口 八 角 茴 香 油

Oil of star anise for export

1992-11-05 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口八角茴香油

SN/T 0039-92

Oil of star anise for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口八角茴香油的主要特征、技术要求以及检验方法。

本标准适用于对出口八角茴香油的品质评定。

2 引用标准

- ZB Y40 001 出口芳香油、单离和合成香料 相对密度的测定
ZB Y40 002 出口芳香油、单离和合成香料 折光指数测定方法
ZB Y40 004 出口芳香油、单离和合成香料 乙醇溶解度的测定
ZB Y40 005 出口芳香油、单离和合成香料 冻点测定法
QB 843 精油——试样的制备

3 定义

八角茴香油系用水蒸气蒸馏法从八角树(*Illicium verum* Hook. f.)的果实、枝叶中所提取的精油。

4 技术要求

4.1 外观

流动性液体或结晶体。

4.2 色泽

无色透明或淡黄色。

4.3 香气

具有八角茴香的特征香气。

4.4 相对密度 20/20℃

最低:0.975 0;

最高:0.992 0。

4.5 折光指数 20℃

最低:1.553 0;

最高:1.560 0。

4.6 在 90%(V/V)乙醇中的溶解度, 25℃。

在 25℃, 1 体积八角茴香油全溶于 3 体积 90%(V/V)乙醇中, 应呈澄清溶液。

4.7 冻点

最低:15.0℃。

4.8 反式茴香脑含量(毛细管柱气相色谱法测定, 归一化法)

最低:87%。

4.9 草蒿脑含量(毛细管柱气相色谱法测定,归一化法)

最高:7%。

5 试验方法

5.1 试样的制备

见 QB 843。

5.2 相对密度 25/25℃

见 ZB Y40 001。

5.3 折光指数 20℃

见 ZB Y40 002。

5.4 在 90%(V/V)乙醇中的溶解度,25℃

见 ZB Y40 004。

5.5 冻点

见 ZB Y40 005。

5.6 主要成分含量的毛细管柱气相色谱测定

5.6.1 仪器

5.6.1.1 气相色谱仪配备毛细管柱接口(分流式),FID 检测器,记录仪,数据处理机。

5.6.1.2 弹性石英毛细管柱:长 25~50 m,内径 0.2~0.3 mm,内涂 OV-101,理论塔板数在 25 000 块以上。

5.6.1.3 弹性石英毛细管柱:长 25~50 m,内径 0.2~0.3 mm,内涂 PEG-20 M,理论塔板数在 25 000 块以上。

5.6.1.4 微量注射器:1 μ L,10 μ L。

5.6.2 色谱条件:所选择的色谱参数见表 1。

表 1 色谱操作参数

色谱柱起始温度	70℃ (进样后保持 1 min)	载气:氮气(高纯)	50~80 mL/min (柱内流量 0.5~ 0.8 mL/min)
升温速率	2~3℃/min		
色谱柱最终温度	200℃ (保持 10 min 以上)	补偿气流量	50~70 mL/min
进样口温度	250℃		
检测器温度	250℃	燃烧气:氢气	45~50 mL/min
分流比	1:100	助燃气:压缩空气	450~500 mL/min

5.6.3 天然八角茴香油典型的毛细管柱色谱分离图见图 1、图 2。

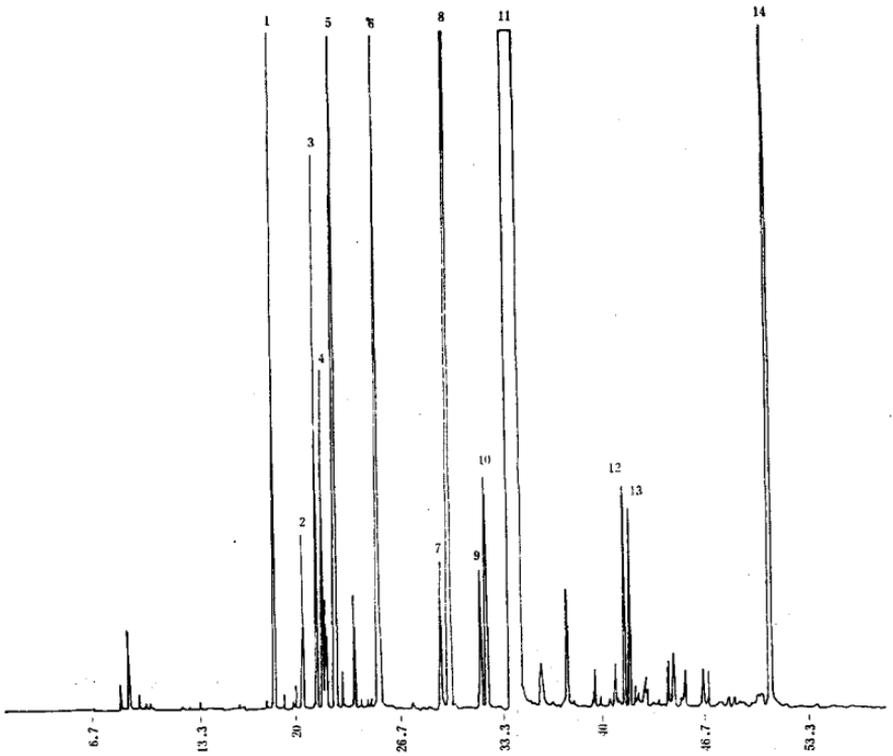


图1 天然八角茴香油典型毛细管柱色谱分离图(OV-101)

1- α -蒎烯; 2-香叶烯; 3- α -水芹烯; 4- Δ^3 -蒎烯; 5-柠檬烯; 6-芳樟醇; 7- α -松油醇;
 8-草蒿脑; 9-顺式茴香脑; 10-大茴香醛; 11-反式茴香脑; 12-顺式石竹烯; 13- β -香
 柠檬烯; 14-对丙基苯酚异戊烯醚

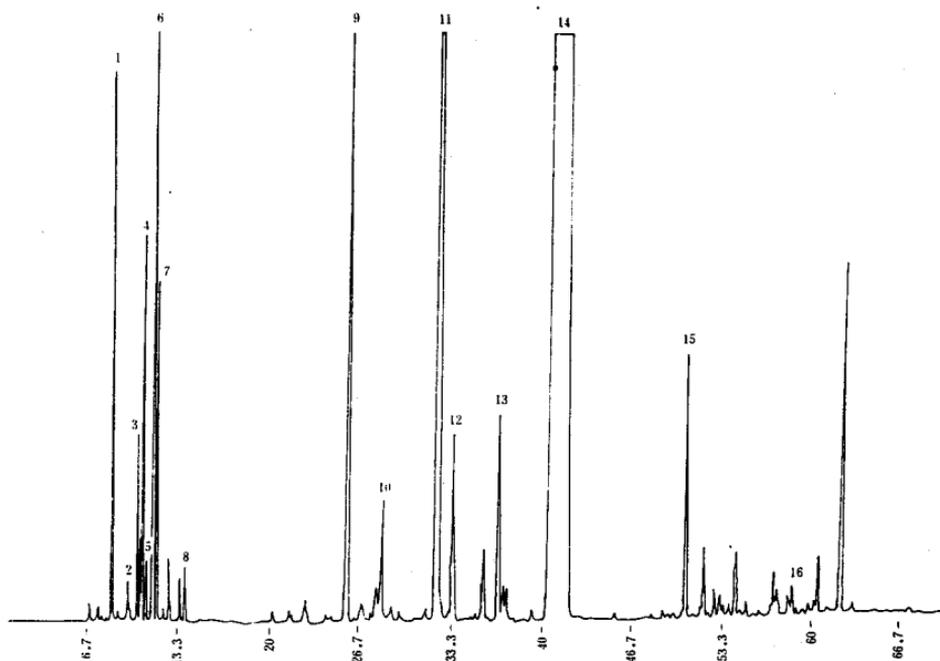


图2 天然八角茴香油典型毛细管柱色谱分离图(PEG-20 M)

1— α -蒎烯；2— Δ^2 -蒎烯；3— β -蒎烯；4— α -水芹烯；5—松油烯；6—柠檬烯；7—1,8-桉叶素；8—罗勒烯；
9—芳樟醇；10—P-蒎烯-1-醇-4；11—草蒿脑；12— α -松油醇；13—顺式茴香脑；14—反式茴香脑；15—
大茴香醛；16—甲基异丁基酚

5.6.4 操作方法

视色谱仪响应值的高低,用注射器(5.6.1.4)吸取适量(0.2~2 μ L)八角茴香油注入气相色谱仪,在上述色谱条件下,天然八角茴香油中各主要成分典型的色谱分离图见图1、图2;根据典型的天然八角茴香油色谱图的出峰顺序并与之对照比较,鉴别被测定的各主要成分。

5.6.5 计算

样品中各被测定成分的含量,用色谱数据处理机,按面积归一化方法进行计算,也可以按式(1)计算:

$$P_i(\%) = \frac{A_i}{\sum A_n} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: P_i ——被测组分 i 的百分含量;

A_i ——被测组分 i 的色谱峰面积;

$\sum A_n$ —— n 个组分峰面积的总和。

5.6.6 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性(95%置信概率)。

a. 重复性

同一操作者,对同一试样,用同一台色谱仪,两个重复测定值的容许差为重复性“ r ”。小于容许差,测定精密度合格,取平均值为最终值。大于或等于容许差,测定精密度不合格,要查原因重做。

b. 再现性

由两个不同实验室,不同操作者对同一试样各重复测定二次,得到平均值 Y_1 与 Y_2 , 比较其容许差

$$\text{为 } \sqrt{R^2 - \frac{r^2}{2}}。$$

小于容许差,测定精密度合格,取 Y_1 与 Y_2 的平均值为最终值。

大于或等于容许差,测定精密度不合格,要查明原因,重做试验。

c. 八角茴香油主要成分测定结果的重复性和再现性见表 2。

5.6.7 报告

试样中两个成分含量的测定结果各用平行测定两次结果的算术平均值表示,报告结果精确到 0.01%。

表 2 八角茴香油主要成分测定结果的重复性和再现性

%

主要成分名称	水平范围	重复性 r	再现性 R
草蒿脑	0.7~2	0.08	0.13
	3~5	0.24	0.34
	6~8	0.40	0.55
反式茴香脑	70~75	0.68	1.90
	76~79	0.68	1.70
	80~85	0.68	1.30
	86~92	0.68	1.00

6 检验规则

6.1 取样数量

按生产批号分别取样,按下列数量随机开启货件。

每批内总件数	开启件数
20 件以下	3 件
21~60 件	4 件
61~80 件	5 件
81~120 件	6 件
120 件以上	20 件增开 1 件(不足 20 件以 20 件计)
每件取 100~150 mL。	

6.2 取样工具

下述取样工具均应事先洗净、烘干。

6.2.1 玻璃吸管;长 110 cm,外径 2 cm。

6.2.2 混样瓶;500 mL 或 1 000 mL 磨口玻璃瓶。

6.2.3 试样瓶;250 mL 小口径磨口玻璃瓶。

6.3 取样方法

开启瓶盖,用玻璃管徐徐插至桶底,使玻璃吸管盛满,用手指捏紧吸管上口,迅速取出。将样品注入混样瓶内,盖上瓶盖。待全部取毕,迅速混匀,将代表性混合样装入试样瓶至约240 mL处,盖紧瓶盖。代表性混合样一般为一式二份,一份供测试,一份供保留备查。也可根据需要增加样品份数。

6.4 样品的标签

标签上应标明下述内容:

- a. 样品编号;
- b. 品名;
- c. 代表样件数,包装型别(桶、缸、听等);
- d. 取样日期;
- e. 取样地点;
- f. 取样员姓名。

6.5 取样工作的注意事项

- a. 八角茴香油在空气中易于挥发或氧化,取样应迅速进行,以免影响品质,并应注意环境清洁,以免混入杂质。
- b. 如发现同批内各件之间,样品外观有显著差异,应分别单独取样,并详细注明批号、桶号及差异的存在程度。
- c. 如八角茴香油为凝固状态,应先融化摇匀后,再按上法取样。
- d. 整批货件必须包装完好,以取得代表性样品。

7 包装和标记

7.1 包装

八角茴香油的包装容器有桶、罐等型,由镀锌铁皮制成,应为新的、结实、耐长途运输、清洁干燥,不带任何可能改变八角茴香油品质、组成或香气的物质。

7.2 标记

包装容器上的标记一般用油漆喷刷在容器壁上。标记要求明显、清晰、耐久,不应随着贮藏运输过程而脱落。

标记的内容:

- a. 品名。可以根据需要注明通用的商业名称、商标、植物的提取部位以及生产方法等。
- b. 出口公司名称,或根据需要加生产厂名。
- c. 毛重、皮重及净重。
- d. 出运口岸、抵达口岸。
- e. 除另有规定者外,一般应标明“中国生产”或“中国产品”。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国广西进出口商品检验局起草。

本标准主要起草人傅雪夫、田继军、陈永明。