

中华人民共和国农业行业标准

《饲料添加剂香味剂中肉桂醛、百里香酚、香芹酚、
丁香酚的测定 气相色谱法》

编制说明 (公开征求意见稿)

承担单位：广州汇标检测技术中心
建明（中国）科技有限公司
广东海大集团股份有限公司

标准编制工作组

二〇二三年八月

项目名称：《饲料添加剂香味剂中肉桂醛、百里香酚、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》

农业行业标准项目编号：NYB-22176

承担单位：广州汇标检测技术中心、建明（中国）科技有限公司、广东海大集团股份有限公司

标准编制工作组主要成员：

目录

一、工作简况，包括任务来源、制定背景、工作过程等	1
(一) 任务来源	1
(二) 制定背景	1
(三) 工作过程	3
1、成立标准编制工作组	3
2、确定标准制订技术路线，制订原则	3
3、国内外相关标准文献资料调研及相关产品技术特点调研	4
4、开展方法学研究	5
5、标准定向征求意见稿编制及征求专家意见	5
6、方法验证	5
7、标准的预审、终审和报批	5
二、标准编制原则、主要内容及其确定依据	6
(一) 标准编制原则	6
1、规范性原则	6
2、先进性原则	6
3、可操作性原则	6
4、通用性原则	6
(二) 主要技术内容及其确定依据	6
1、国内外相关标准和文献资料查询情况	7
2、气相色谱条件的确定	10
3、标准溶液稳定性研究	12
4、样品前处理方法的确定	13
5、与现行标准的比较	16
6、方法学考察	17

三、采用国际标准	29
四、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系	29
五、重大分歧意见的处理经过和依据	29
六、涉及专利的有关说明	29
七、作为强制性标准或推荐性标准的建议	29
八、贯彻标准的要求和措施建议	29
九、与原标准的关系	30
十、其他应予说明的事项	30

《饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》标准的编制说明

（公开征求意见稿）

一、工作简况，包括任务来源、制定背景、工作过程等

（一）任务来源

根据农质标函〔2022〕66号农业农村部农产品质量安全监管司关于下达2022年农业国家标准和行业标准制修订项目计划的通知，由广州汇标检测技术中心、建明（中国）科技有限公司、广东海大集团股份有限公司承担《饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》农业行业标准的制定工作。项目编号：NYB-22176。该标准由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

（二）制定背景

饲料添加剂中的香味剂是以一种香味物质添加增味物质或辅料，或两种以上（含两种）香味物质，添加或不添加增味物质或辅料，经调配、混合加工而成的用以赋予、改善或增强饲料的香味的均匀混合物，是一类利用畜禽嗅觉、味觉等生理学原理，来改善和增强饲料天然口味与气味，促进采食、生长的饲料添加剂。根据《饲料添加剂品种目录（2013）》（中华人民共和国农业部公告第2045号），食品用香料（见《食品添加剂使用卫生标准》（GB2760）中食品用香料名单）是允许使用于养殖动物的添加剂。

百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚均在允许使用的食品用合成香料名单中，是允许使用于养殖动物的饲料添加剂品种。香芹酚（Carvacrol，分子式为 $C_{10}H_{14}O$ ，分子量152.2）和百里香酚（Thymol，分子式 $C_{10}H_{14}O$ ，分子量152.2）是一对同分异构体，具有特殊的百里香和麝香草香气，天然存在于百里香油、

牛至精油等精油中，具有宜人香气和很强的杀菌作用。丁香酚（Eugenol，分子式 $C_{10}H_{12}O_2$ ，分子量164.2）具有浓郁的石竹麝香气味，能增加饲料香味，引诱动物进食。肉桂醛（Cinnamaldehyde，分子式 C_9H_8O ，分子量132.2）是一种醛类有机化合物，黄色黏稠状液体，大量存在于肉桂等植物体内，具有强烈的桂皮和肉桂特有香气。肉桂醛除了是香料之外，同时也是防腐剂，具有很好的抗霉杀菌作用，添加了肉桂醛的饲料，能保存很长时间不发霉、不变色变味。

由于具有一定的促进生长、改进饲料转化利用效率以及控制禽畜细菌性下痢、防止饲料霉变等功能，百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚在饲料中的推广及应用日益增加，已成为了一类重要的饲料添加剂。市场上的饲料添加剂产品因香味物质的用量不同，配比不同，产品之间差异很大。

经查阅，目前国内已经颁布的涉及饲料或饲料添加剂中香味物质百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚检测的国家或行业标准有：《饲料中香芹酚和百里香酚的测定 气相色谱法》（NY/T 3137-2017）、《饲用调味剂中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、大茴香脑的测定 气相色谱法》（NY/T 3136-2017）、《食品安全国家标准 食品添加剂 丁香酚》（GB 1886.129-2015）、《食品安全国家标准 食品添加剂 百里香酚》（GB1886.139-2015）、《食品安全国家标准 食品添加剂 肉桂醛》（GB 28346-2012）和《食品安全国家标准 食品添加剂 香芹酚》（GB 31627-2014）。未搜索到国外发布相关标准。这些现有标准大都限于1-2种相关香味物质的测定，尚未有百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚4种香味物质同步联检的标准，因此，亟需对饲料添加剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚多组分同步联检的方法进行研究，制订出快速、准确且通用的同时检测百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的标准方法，使相关单位能快速准确地获得检测数据，为饲料配方的调整提供依据，促进香味剂规范使用，提升香味剂的质量管理水平，促进我国饲料生产也和养

殖业的高质量发展。

（三）工作过程

1、成立标准编制工作组

2022年5月，广州汇标检测技术中心、建明（中国）科技有限公司、广东海大集团股份有限公司接到《饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》国家标准制定项目任务后，组织了相关人员对该标准的具体工作进行了认真细致的研究，确定了总体工作方案，成立了标准编制工作组，制定工作计划，落实了参与标准制定的人员及分工，详见表1。

表1 标准主要起草人员及任务分工

人员	承担任务
王智民	项目统筹、协调实施
潘浣钰	样品收集、检测方法研究、项目实施、标准文本和编制说明编写和完善、征求意见收集及汇总
郝燕娟	检测方法研究
罗梓峰	检测方法研究
罗群	检测方法研究
李宁	收集样品及检测方法研究
吴仕辉	检测方法研究
杨雨澄	检测方法研究

2、确定标准制订技术路线，制订原则

2022年6月，对国内外相关分析方法研究进行讨论，确定了标准制订要开展的主要工作内容，确定了标准编制工作思路，确定了标准制订的技术路线，如图 1所示。

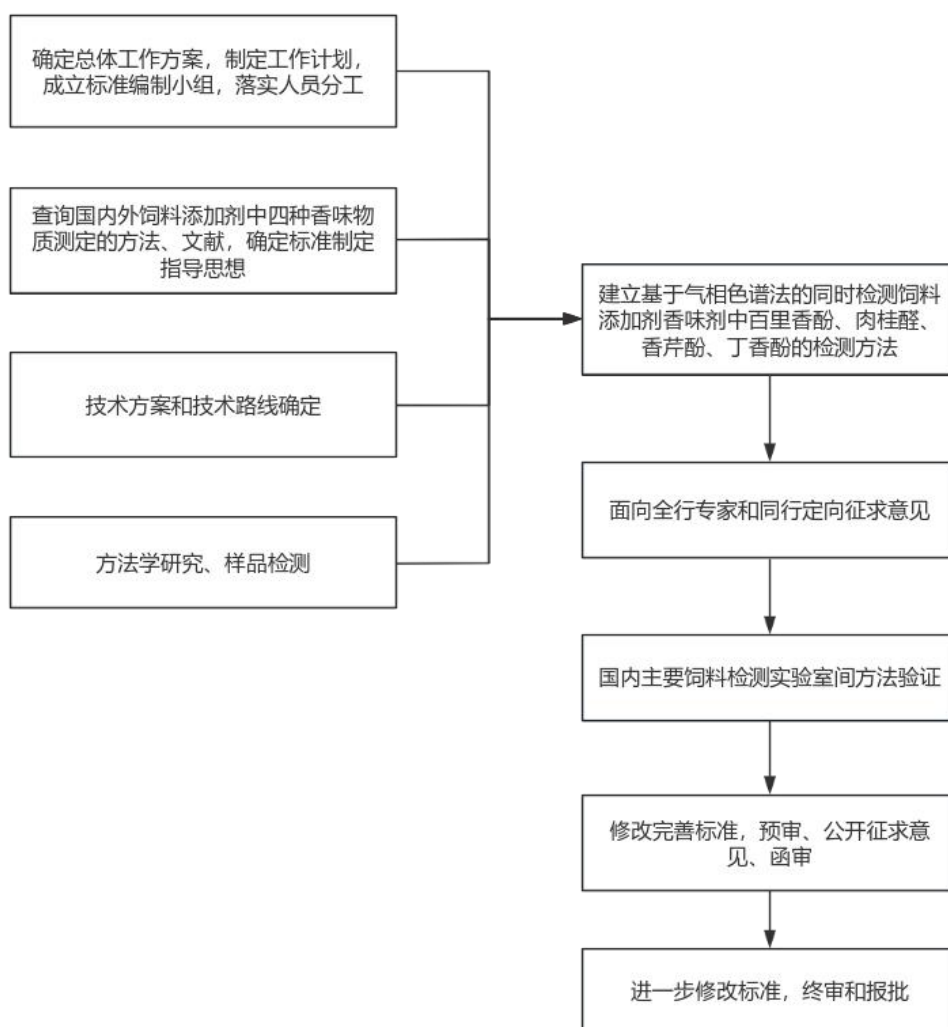


图 1 标准制订技术路线

3、国内外相关标准文献资料调研及相关产品技术特点调研

标准编制工作组进行了广泛调研，查取了我国及美国、欧盟、日本、韩国等国家相关管理条例、标准和国内相关法律法规及标准，收集了各种相关研究文献，调查了各产品的技术特点。在此基础上，确定了该通用标准的基本框架及主要内容，包括标准名称、适用范围、术语和定义、检验方法、检验规则。

4、开展方法学研究

2022年7月至2023年4月，标准编制工作组进行了饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定，气相色谱法的方法学研究，主要工作包括：收集饲料添加剂香味剂样品，完成检测方法的建立，主要包括仪器条件和参数的确定、方法的优化、测定不同样品，研究方法的检出限、定量限以及重复性、准确性。

5、标准定向征求意见稿编制及征求专家意见

在前期调查研究工作基础上，2023年8月，标准编制工作组经反复讨论修改，编制完成了《饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》标准草案的基本框架。

标准编制工作组于2023年8月21日形成了标准定向征求意见稿，并将标准文本和编制说明的征求意见稿发送给国家饲料质检中心、省部级饲料质检机构、大中型饲料企业实验室、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的质检机构、科研院所、高校、企业等单位的专家征求意见。本次征求意见共发函单位29个，回函单位20个，未回函单位9个，提出意见单位18个，无意见单位2个；共提出意见106条，采纳84条，部分采纳或不采纳22条。标准编制工作组对回收的“征求意见反馈表”进行了详细汇总和讨论，并对标准意见征求稿进行了进一步修改。

6、方法验证

2023年10月23日起，标准编制工作组分别委托国家饲料质量检验检测中心（武汉）、上海市兽药饲料检验所、广东省农业科学院农业质量标准与监测技术研究所3家检测机构开展农业行业标准《饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》方法验证工作。

7、标准的预审、终审和报批

2023年12月06日，标准编制工作组组织专家进行了预审，预审意见见附件。标准编制工作组根据预审会专家组的意见和建议，进一步补充、修改完善标准文本和编制说明，形成国家标准《饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法》公开征求意见稿，报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处。

二、标准编制原则、主要内容及其确定依据

（一）标准编制原则

1、规范性原则

本文件的结构、技术要素和表达方法依据《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》和《GB/T 20001.4-2015 标准编制规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求进行编写。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

2、先进性原则

对本标准中有关内容的确定，主要借鉴参考本领域国内先进研究技术，以提高本标准中检测技术的准确性和可重复性。

3、可操作性原则

在标准制定过程中，始终把经济实用和可操作性作为重要的依据，广泛征求生产单位和使用单位的意见，使本标准便于实施。

4、通用性原则

本标准制定过程中收集不同种类的产品进行检测并归纳总结出适用范围和方法检出限。

（二）主要技术内容及其确定依据

1、国内外相关标准和文献资料查询情况

1.1 国内标准情况

经查阅，国内尚无“饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的测定 气相色谱法”的相关国家标准或行业标准。本文件制定的行业标准，在国内为首次制定。本文件在制定过程中参考了其他相关标准的内容框架，包括《饲料中香芹酚和百里香酚的测定 气相色谱法》（NY/T 3137-2017）、《饲用调味剂中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、大茴香脑的测定 气相色谱法》

（NY/T3136-2017）、《饲料中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、乙基麦芽酚、大茴香脑的含量测定 气相色谱法》（DB 21/T 3060-2018），具体情况如表2。

表2 国内相关标准文献

标准编号	是否现行	标准名称	标准主要内容
NY/T 3137-2017	现行	饲料中香芹酚和百里香酚的测定 气相色谱法	规定了饲料中香芹酚和百里香酚含量测定的气相色谱检测方法
NY/T 3136-2017	现行	饲用调味剂中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、大茴香脑的测定 气相色谱法	规定了饲用调味剂中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、大茴香脑测定的气相色谱法
DB21/T 3060-2018	现行	饲料中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、乙基麦芽酚、大茴香脑的含量测定 气相色谱法	规定了饲料中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、乙基麦芽酚、大茴香脑含量测定的气相色谱法
DB37/T 3614-2019	已废止	混合型饲料添加剂中百里香酚、香芹酚、丁香酚和肉桂醛的测定 高效液相色谱法	规定了混合型饲料添加剂中百里香酚、香芹酚、丁香酚和肉桂醛的高效液相色谱测定方法。

国内许多企业针对自身生产的饲料添加剂香味剂产品制定了企业标准，

经过对[企业标准信息公共服务平台 \(qybz.org.cn\)](http://qybz.org.cn)上近二百份含有一种以上本标准所检测的香味剂物质的饲料添加剂企业标准进行研究。目前国内的饲料添加剂香味剂以固体粉末态的为多，液态的相对较少。固体粉末态的香味剂绝大多数以香味物质和载体混合制成。饲料香味剂生产种使用的载体有植物类和矿物类两大类，植物类载体以统糠、淀粉、糊精、玉米蛋白粉等为代表；矿物质类载体以二氧化硅、碳酸钙、沸石粉、硫酸钠等为代表。液态的以精油为主，香味物质含量一般相对较高。

1.2 国际标准情况

在全国标准信息服务平台网站 (<http://std.samr.gov.cn/>) 查询国外标准 (包括美国、欧盟、日本、韩国等国际标准) (<http://std.samr.gov.cn/gw/std?op=DIN>) 分别以 carvacrol, thymol, eugenol, cinnamaldehyde等为关键词，搜索到了4篇标准文献 (表3)，主要是关于牙科麻醉剂丁香酚的检测方法。没有搜索到关于饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的标准资料，可见本标准文件在世界上属首次制定。

表3 国外相关标准文献

标准编号	标准名称	应用领域
ISO 3107-1988	Dental zinc oxide/eugenol cements and zinc oxide non-eugenol cements	检测方法
ISO 3107:2011	Dentistry - Zinc oxide/eugenol and zinc oxide/non-eugenol cements	检测方法
ISO/FDIS 3107:2010	Dentistry - Zinc oxide/eugenol cements and zinc oxide/non-eugenol cements	检测方法
GOST 31609-2012	Dental zinc-oxide cements with and without eugenol. General technical requirements and test methods	检测方法

1.3 国内外文献资料情况

经过查阅国内外饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的检测方法文献，饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的检测方法多为气相色谱法，其中代表性文献的方法要点归集如表4所示。

表4 气相色谱法检测饲料添加剂香味剂中百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚的文献汇总

方法来源文献	NY/T 3137-2017 饲料中香芹酚和百里香酚的测定 气相色谱法	NY/T 3136-2017 饲用调味料中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、大茴香脑的测定 气相色谱法	GB 1886.129-2015 食品安全国家标准 食品添加剂 丁香酚	GB 28346-2012 食品安全国家标准 食品添加剂 肉桂醛	气相色谱法同步测定饲料中的4种香味物质，王石等	利用气相色谱法同步测定饲料香味剂中肉桂醛、香芹酚的研究，李会荣 官玲玲	气相色谱法测定香味剂中桉油精肉桂醛百里香酚及香芹酚的含量，罗成江等
范围	饲料、饲料添加剂	饲用调味料	食品添加剂 丁香酚	食品添加剂 肉桂醛	饲料	饲料香味剂	饲料香味剂
检测对象	香芹酚和百里香酚	肉桂醛 (略)	丁香酚	肉桂醛	百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚	肉桂醛、香芹酚	百里香酚、肉桂醛、香芹酚
提取剂	乙酸乙酯	无水乙醇	/	/	乙醇	无水乙醇	/
提取方法	超声	振摇	/	/	超声	振摇	/
检测器	FID	FID	FID	FID	FID	FID	FID
色谱柱	毛细管色谱柱 (5% 二苯基 /95% 二甲基聚硅氧烷)，30.0m \times 0.25mm \times 0.25 μ m	固定相为 (5% 苯基) 甲基聚硅氧烷的毛细管柱，长 60m，内径 0.25mm，膜厚 0.25 μ m	毛细管柱，长 15m，内径 0.53mm，固定相为 100% 聚二甲基硅氧烷，膜厚 0.5 μ m	毛细管柱，长 30m，内径 0.32mm，固定相为 (5% 苯基) 甲基聚硅氧烷，膜厚 0.25 μ m	HP-Innowax 毛细管色谱柱 30.0m \times 0.32mm \times 0.25 μ m	HP-5, 30m \times 0.25 μ m	DB-WAX, 30m \times 0.53mm \times 1.00 μ m
升温程序	80 $^{\circ}$ C 保持 1min，以 10 $^{\circ}$ C/min 升至 120 $^{\circ}$ C，再以 5 $^{\circ}$ C/min	起始温度 90 $^{\circ}$ C，保持 2min，以 15 $^{\circ}$ C/min 升至 200 $^{\circ}$ C，保持 15min	线性程序 升温从 80~200 $^{\circ}$ C，速率 5 $^{\circ}$ C/min	220 $^{\circ}$ C 恒温	初始温度 80 $^{\circ}$ C，以 12 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至 140 $^{\circ}$ C，以	起始 90 $^{\circ}$ C，保持 2 min，以 20 $^{\circ}$ C/min 的速率升温至	初温 70 $^{\circ}$ C，以 5 $^{\circ}$ C/min 速率升温至 120 $^{\circ}$ C，再以 20 $^{\circ}$ C

	升至145℃，最后以35℃/min升至250℃，保持2min				6℃/min升温至170℃，保持3min，以25℃/min升温至240℃	200℃，保持2 min	/min速率升温至220℃，保持5 min
载气流速	1.0 mL/min	氮气，1.0 mL/min	/	氮气，30 mL/min	氮气	5.0 mL/min	氮气，流速5.0 mL/min
分流比	不分流进样	10:1	15:1	1/75	10:1	不分流进样	10:1
进样体积	1 μL	1 μL	0.2 μL	0.2 μL	1 μL	/	1 μL
进样口温度℃	250	270	250	250	240	250	250
检测器温度℃	300	290	250	250	260	300	250

2、气相色谱条件的确定

2.1 色谱柱的确定

香芹酚、百里香酚、丁香酚和肉桂醛均为小分子弱极性化合物，沸点在232~255℃之间，同时由于4种化合物都具有含氧集团，尤其三种酚类可形成氢键，因此非极性柱和强极性柱，均可用于检测。根据查阅文献目前用于香味剂检测的气相色谱柱主要有两类，一类是固定相为（5%苯基）甲基聚硅氧烷的毛细管柱或性能类似的分析柱，这类柱子属非极性柱，现有的检测香味剂的国标和行标多使用这类柱子；另一类是以强极性聚乙二醇为固定相的毛细管柱或性能类似的分析柱，如DB-FFAP、HP-Innowax、DB-WAX，均属此类，该类柱子属强极性气相色谱柱。在实践中发现以硝基对苯二甲酸改性的聚乙二醇（PEG）的强极性气相色谱柱（如Agilent DB-FFAP）在同时分离香芹酚、百里香酚、丁香酚和肉桂醛四种香味物质时，其分离效果较固定相为（5%苯基）甲基聚硅氧烷的毛细管柱（气相色谱图如图2所示）更好，目标峰峰形更好，分离效果更佳，与王石等文献报道的研究结果一致。因此选用固定相为硝基对苯二甲酸改性的聚

乙二醇（PEG）强极性气相色谱柱，长30 m，内径0.25 mm，膜厚0.25 μm ，或性能类似的分析柱。

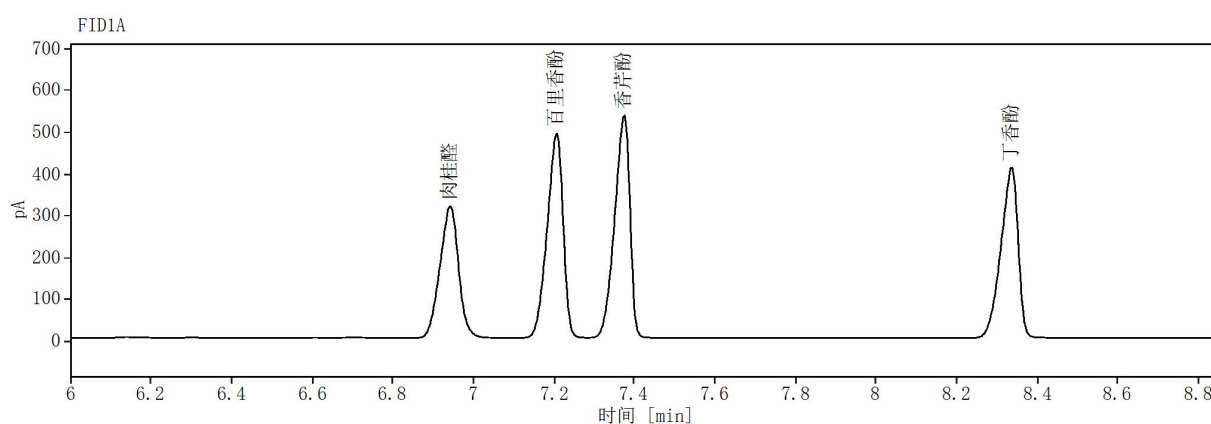


图2 (5%苯基) 甲基聚硅氧烷的毛细管柱检测四种香味物质气相色谱图

2.2 色谱检测条件的确定

参考有关标准和文献，确定使用FID 检测器进行检测；参考检测条件为：检测器温度：260 $^{\circ}\text{C}$ ；进样口温度：240 $^{\circ}\text{C}$ ；进样量：1 μL （不分流进样）；载气流速：1.0 mL/min；氢气流量：35 mL/min；空气流量：350 mL/min；尾吹气流量：20 mL/min。

2.3 升温程序的确定

比较了三种程序升温条件下百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚4种香味物质的分离效果，升温程序详见表5—表7，气相色谱图见图3—图5，其中程序升温条件1和程序升温条件2均有目标峰重叠，因此选程序升温条件3作为参考程序升温条件，即初始温度 80 $^{\circ}\text{C}$ ，以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至150 $^{\circ}\text{C}$ ，再以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至190 $^{\circ}\text{C}$ ，保持1 min，以20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至220 $^{\circ}\text{C}$ 。

表5 程序升温条件1

升温速率	温度/ $^{\circ}\text{C}$	保持时间/min	运行时间/min
0	90	2	2
15	200	15	24.3

表6 程序升温条件2

升温速率	温度/ $^{\circ}\text{C}$	保持时间/min	运行时间/min
------	------------------------	----------	----------

0	80	1	1
10	120	0	13
5	145	0	18
35	250	2	23

表7 程序升温条件3

升温速率	温度/°C	保持时间/min	运行时间/min
0	80	0	0
10	150	0	7
5	190	1	15
20	220	0	17.5

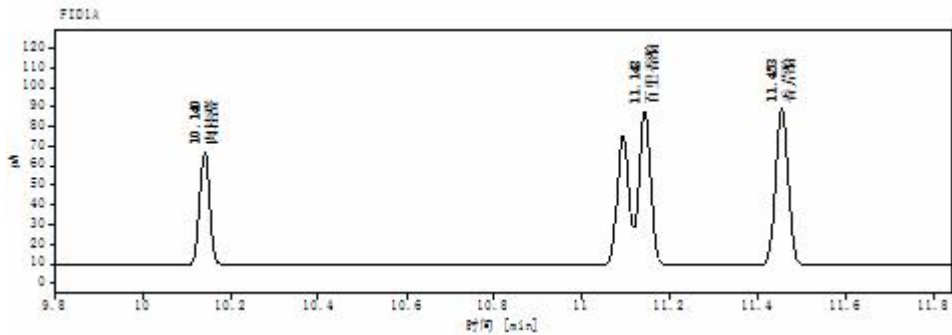


图3 程序升温条件1气相色谱图

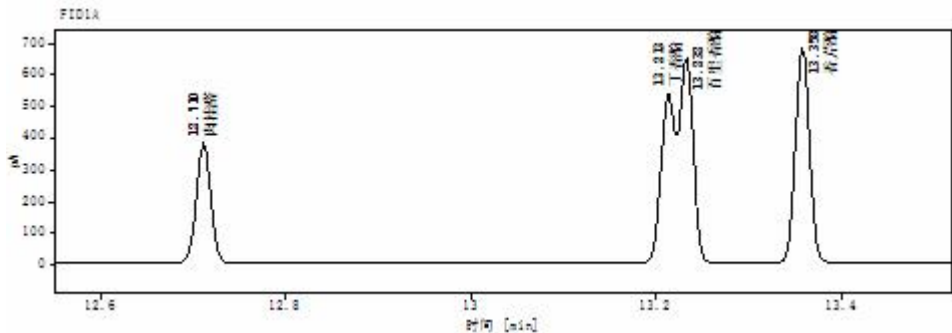


图4 程序升温条件2气相色谱图

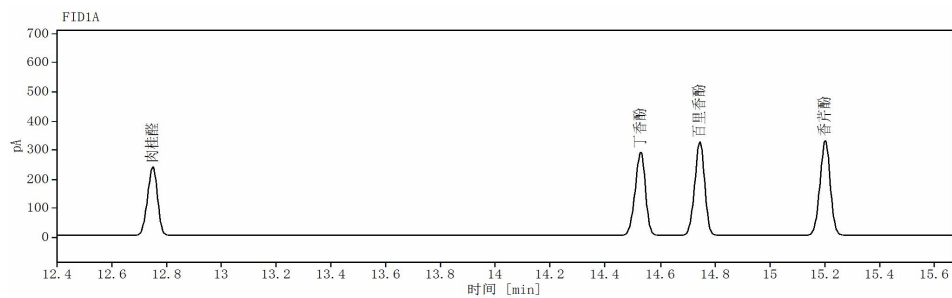


图5 程序升温条件3气相色谱图

3、标准溶液稳定性研究

取在冰箱中4°C保存的百里香酚、肉桂醛、香芹酚、丁香酚混合标准中间液（各成分含量1 mg/mL），分别在0，1，4，7，10，14天从冰箱取出，回温至室温，用无水乙醇配置成四种香味物质含量为100 μg/mL的混合标准

工作液，按实验方法测定，观察各组分峰面积与第0天的峰面积之比的变化情况，结果如图6所示。实验结果表明，0-7天内4种香味物质的峰面积变化不超过5%，第10天以后混合标准中间液中的肉桂醛峰面积变化超过5%，故确定混合标准中间液在4℃冰箱中保存的有效期为1周。

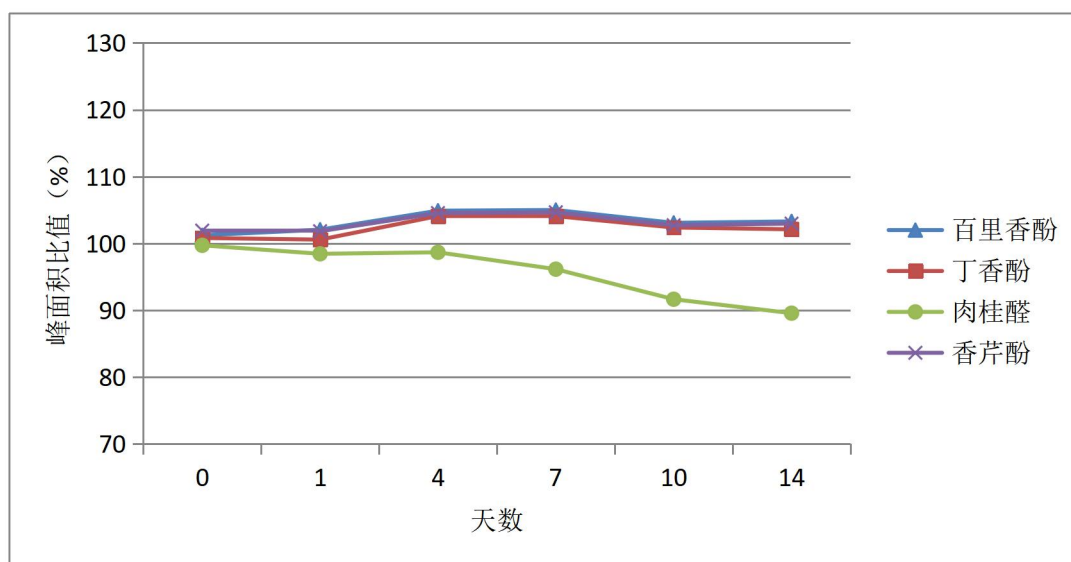


图6 标准溶液稳定性研究实验结果

4、样品前处理方法的确定

4.1 样品称样量的确定

收集含有百里香酚、香芹酚、丁香酚、肉桂醛中一种以上香味物质的饲料添加剂样品进行调查，其含量分布情况如表8所示。从表中可以看出四种香味物质最多出现的含量范围均在1-10%，此外，百里香酚和香芹酚在较低含量范围如0.1-1%也有一定分布，而肉桂醛有相当数目的样品含量较高，在10-20%，>20%范围均有不少分布，含量最大值达到45.8%。

表8 饲料添加剂香味剂样品中四种香味物质含量分布情况

指标	样品数	样品数目				
		<0.1%	0.1-1%	1-10%	10-20%	>20%
百里香酚	103	5	17	76	5	0
丁香酚	15	1	0	14	0	0
肉桂醛	76	0	6	30	25	15
香芹酚	83	4	9	53	17	0

从调查结果可以看出，香味物质含量范围较宽，为了能够充分提取香味物质，减少稀释倍数，因此建议根据含量范围采取不同的称样量，所建议的称样量如表9所示。

表9 建议称样量

含量范围	称样量
0-200	1g
200-500	0.5g
>500	0.2g

4.2 提取溶剂选择

适合的提取溶剂有利于提高样品中香芹酚、百里香酚、丁香酚和肉桂醛4种组分的提取效率，实验考察不同提取溶剂对香味剂提取效率的影响。称取适量空白载体，加入混合标准液（添加浓度为200 mg/kg），分别使用无水乙醇、乙酸乙酯和乙腈3种常用溶剂提取，比较提取效率，结果见图7。

由图7可以看出，3种溶剂的提取效率均良好，其对4种组分的平均回收率大小顺序为无水乙醇(107%)>乙腈(106%)>乙酸乙酯(96%)。考虑到对人体的毒性差异，选用毒性小的无水乙醇作为提取溶剂。

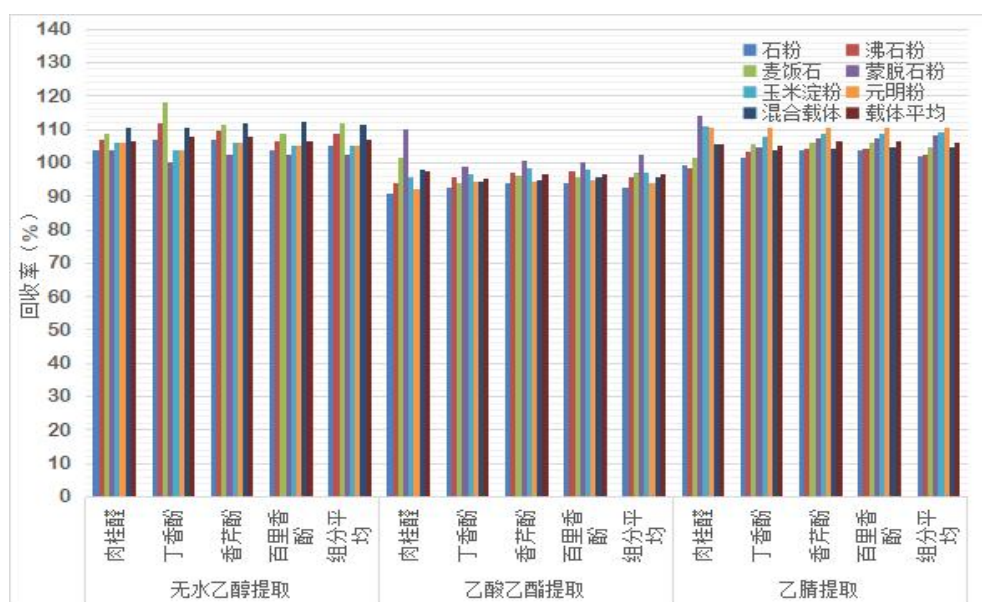


图7 无水乙醇、乙酸乙酯和乙腈的提取效率比较

表10 7种载体添加香味剂后采用无水乙醇、乙酸乙酯和乙腈提取的回收率 (n=5, %) 结果比较

		石粉	沸石粉	麦饭石	蒙脱石粉	玉米淀粉	元明粉	混合载体	平均
无水乙醇	肉桂醛	104	107	109	104	106	106	110	107
	丁香酚	107	112	118	100	104	104	111	108
	百里香酚	107	110	112	103	106	106	112	108
	香芹酚	104	107	109	103	105	105	112	106
	平均	105	109	112	102	105	105	111	107
乙酸乙酯	肉桂醛	91	94	102	110	96	92	98	97
	丁香酚	93	96	94	99	96	94	94	95
	百里香酚	94	97	96	100	98	95	95	96
	香芹酚	94	97	96	100	98	95	95	97
	平均	93	96	97	102	97	94	96	96
乙腈	肉桂醛	99	99	102	114	111	110	106	106
	丁香酚	101	103	105	105	108	110	104	105
	百里香酚	104	104	106	107	109	110	104	106
	香芹酚	104	104	106	107	109	110	104	106
	平均	102	103	105	108	109	110	105	106

注：混合载体由石粉、沸石粉、麦饭石、蒙脱石粉和玉米淀粉5种空白载体等比例混合而成。

4.3 提取方式的选择

经过查阅参考文献及现有的检测百里香酚、香芹酚、丁香酚、肉桂醛中一种到多种香味物质的企业标准，目前香味剂提取的主要方式有：超声提取和振摇提取。其中超声提取的方法利用超声波所产生的空化等特殊作用进行提取，是替代传统剪切工艺方法实现高效、节能、环保是提取的现代技术手段，在检测工作中已得到广泛使用。在香味剂检测的企业标准中也大量采取了超声提取的方法，因此本文件也选用超声进行提取。

不同的企业标准在超声时间的选择上存在差异，超声时间从5 min到30 min不等，因此选择超声时间10 min、20 min、30 min、40 min进行试验，选取以碳酸钙、二氧化硅、统糠为载体的代表性样品进行试验，测定样品香味物质的含量，其结果见表11。

表11 不同超声时间对回收率的影响

样品	检测指标	超声时间 (min)			
		10	20	30	40
样品1 (统糠)	百里香酚 (%)	2.54	2.52	2.55	2.72
	香芹酚 (%)	4.89	4.84	4.90	5.24
样品2 (二氧	百里香酚	8.23	8.20	8.25	8.30

化硅、碳酸 钙)	(%)				
	肉桂醛 (%)	21.40	21.90	22.10	22.20
	香芹酚 (%)	5.19	5.18	5.20	5.23
样品4	百里香酚 (%)	2.48	2.67	2.63	2.59
	丁香酚 (%)	1.99	2.29	2.20	2.15
	肉桂醛 (%)	4.83	5.66	5.39	5.13
	香芹酚 (%)	2.35	2.53	2.48	2.45
样品5 (二氧 化硅)	百里香酚 (%)	2.62	2.75	2.63	2.67
	丁香酚 (%)	3.67	3.83	3.68	3.74
	肉桂醛 (%)	6.20	6.29	6.20	6.15
	香芹酚 (%)	2.83	2.94	2.85	2.87

从结果可以看出，样品1随着时间的延长测定结果升高，该样品有包被，因此需要更长时间的提取；样品2当提取时间达到20分钟以上时，测得的含量相差不大；样品4和样品5在超声时间达到20分钟以上时，检测结果略有下降，根据王石等的研究结果，当超声提取时间从5分钟延长到20分钟时，香芹酚、百里香酚、丁香酚等香味物质的回收率从85%上升到94%，继续延长提取时间，回收率变化不明显，随着超声提取时间的延长，样品中的肉桂醛逐渐消失。综合考虑，选择超声提取时间为20min。选择提取方法为：平行做两份试验。准确称取0.2 g~1 g试样，精确至0.1 mg，置于50 mL棕色容量瓶，加入无水乙醇30 mL，涡旋1 min后，超声提取20 min，取出，冷却至室温后用无水乙醇定容，混匀，4000 r/min离心5min，过微孔滤膜，备用。

5、与现行标准的比较

现有农业行业标准NY/T 3137-2017《饲料中香芹酚和百里香酚的测定气相色谱法》中有对本标准中检测的两种香味物质香芹酚和百里香酚的检测方法，该方法与本文件方法的主要差异在于：1、以20.0 mL乙酸乙酯进行提取；2、超声提取90 min；3、提取液添加无水硫酸钠、PSA、GCB进行净化；4、采用固定相为（5%苯基）甲基聚硅氧烷的毛细管柱或性能类似的分析柱进行检测。NY/T 3137-2017标准检测范围包括了配合饲料、浓缩

饲料等，一般而言，这些样品中香味物质含量较低，因此选取较少的提取溶液体积以尽可能保证检测液中香味物质含量在线性范围内；这些样品中杂质较混合型饲料添加剂香味剂多，因此需要净化步骤进行净化。该标准中所检测的香芹酚和百里香酚稳定性较好，长时间超声不会对检测结果造成显著影响。色谱柱之间的区别在2.1中已有描述，不再赘述。为了对两种检测方法进行比较，选取以碳酸钙、二氧化硅、统糠为载体的代表性样品进行试验，试验结果如表12所示。

表12 NY/T 3137-2017标准方法与本文件方法检测结果比较

	检测指标	本文件方法	NY/T 3137-2017方法	相对偏差 (%)
样品1 (统糠)	百里香酚 (%)	2.52	2.43	3.64
	香芹酚 (%)	4.84	4.78	1.25
样品2 (二氧化硅、碳酸钙)	百里香酚 (%)	8.20	8.13	0.86
	香芹酚 (%)	5.18	5.12	1.17
样品4	百里香酚 (%)	2.67	2.60	2.66
	香芹酚 (%)	2.53	2.47	2.40
样品5 (二氧化硅)	百里香酚 (%)	2.75	2.72	1.10
	香芹酚 (%)	2.94	2.89	1.72

从试验结果可知，两种方法检测结果相对偏差均小于5%，两种方法的测定结果基本一致。

6、方法学考察

6.1 线性关系

配制浓度为0.5 - 500 $\mu\text{g/ml}$ 的香芹酚、百里香酚、丁香酚、肉桂醛标准溶液，以2.1选定的气相色谱分离条件进行检测，以色谱峰面积和标准溶液浓度作标准曲线，线性实验结果见表13。

从表13中可以看出：香芹酚、百里香酚、丁香酚和肉桂醛标准溶液在0.5~500 $\mu\text{g/ml}$ 的范围内线性相关系数均大于0.99，线性关系良好。

表13 肉桂醛、丁香酚、百里香酚和香芹酚标准曲线数据结果

标准物质	标准曲线范围 ($\mu\text{g/mL}$)	线性方程	相关系数 R^2
肉桂醛	0.5-500	$Y=6.2323x-9.7462$	0.9999
丁香酚	0.5-500	$Y=7.7481x-9.5967$	0.9999

百里香酚	0.5-500	$Y=8.3674x-9.5938$	0.9999
香芹酚	0.5-500	$Y=8.7616x-10.137$	0.9999

6.2 方法检出限和定量限

检出限 (LOD)：添加0.0005% 百里香酚、香芹酚标准溶液于1 g代表性空白载体中，经提取后测定，依据信噪比 $S/N > 3$ ，确定百里香酚、香芹酚的检出限为0.0005%；添加0.001%丁香酚、肉桂醛标准溶液于1 g代表性空白载体中，经提取后测定，依据信噪比 $S/N > 3$ ，确定丁香酚、肉桂醛的检出限为0.001%，加标图谱见图8。

定量限 (LOQ)：添加0.0015% 百里香酚、香芹酚标准溶液于1 g代表性空白载体中，经提取后测定，依据信噪比 $S/N > 10$ ，确定百里香酚、香芹酚的检出限为0.0015%；添加0.003%丁香酚、肉桂醛标准溶液于1 g代表性空白载体中，经提取后测定，依据信噪比 $S/N > 10$ ，确定丁香酚、肉桂醛的检出限为0.003%，加标图谱见图9。

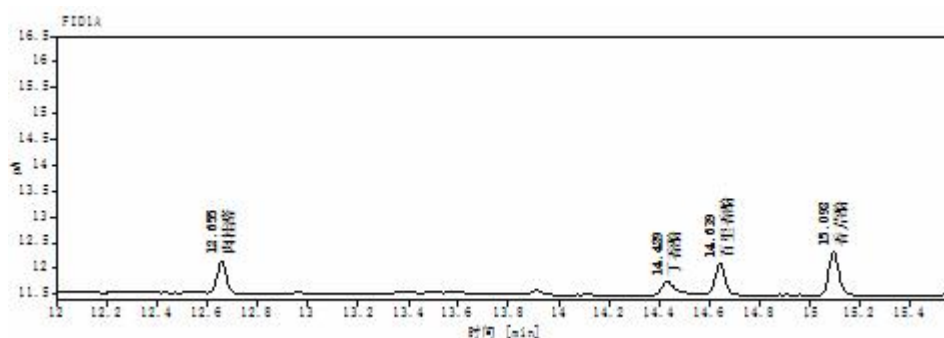


图8 检出限气相色谱图

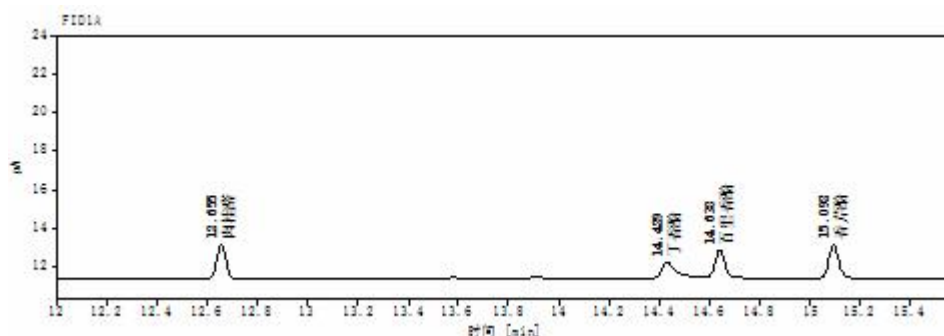


图9 定量限气相色谱图

6.3 方法准确度和精密度

本方法考察了百里香酚、肉桂醛、丁香酚、香芹酚在石粉、沸石粉、蒙脱石粉、麦饭石、玉米淀粉、元明粉及混合空白载体中的添加回收实验。采用标准添加法，分别添加0.5%、1%和5%三个浓度梯度的肉桂醛、丁香酚、百里香酚和香芹酚进行回收率和精密度实验，每批次内同一浓度做5次平行实验，进行3个批次重复，分别计算批内回收率、批间回收率、批内精密度和批间精密度，实验结果见表14-20及图10-30。

表14 石粉空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率(%)及精密度(n=5, %)

添加浓度		0.5%			1%			5%		
肉桂醛	批内回收率	102	94	104	104	100	99	108	100	100
	批内精密度	3.71	4.21	3.3	3.78	3.77	4.73	1.15	3.44	2.32
	批间回收率	100			101			103		
	批间精密度	3.74			4.09			2.30		
丁香酚	批内回收率	97	111	108	107	116	105	108	106	99
	批内精密度	4.57	4.63	2.85	3.01	4.58	4.46	1.15	4.09	2.1
	批间回收率	105			109			104		
	批间精密度	4.02			4.02			2.45		
百里香酚	批内回收率	101	105	108	107	105	100	109	99	99
	批内精密度	4.63	3.78	6.37	3.54	4.35	3.97	1.12	3.34	2.07
	批间回收率	105			104			102		
	批间精密度	4.93			3.95			2.18		
香芹酚	批内回收率	102	105	105	104	105	100	109	100	99
	批内精密度	4.08	4.05	3.12	3.55	4.6	4.13	1.18	3.3	2.07
	批间回收率	104			103			103		
	批间精密度	3.75			4.09			2.18		

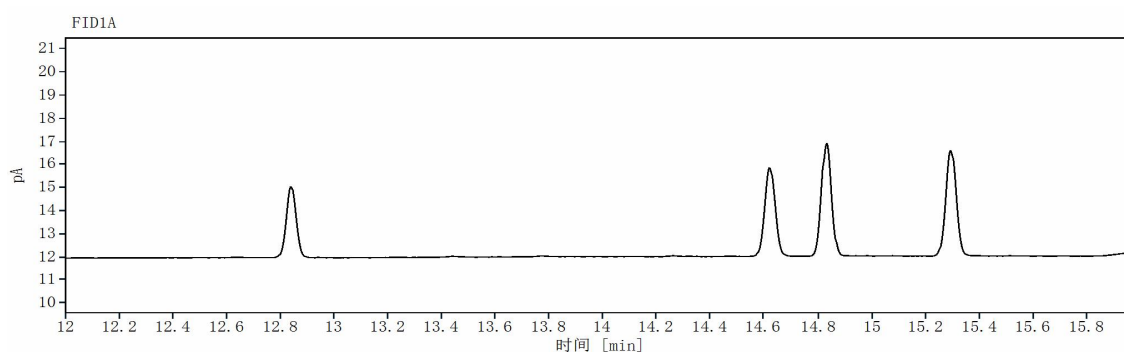


图10 石粉添加浓度为0.5%的香味剂气相色谱图

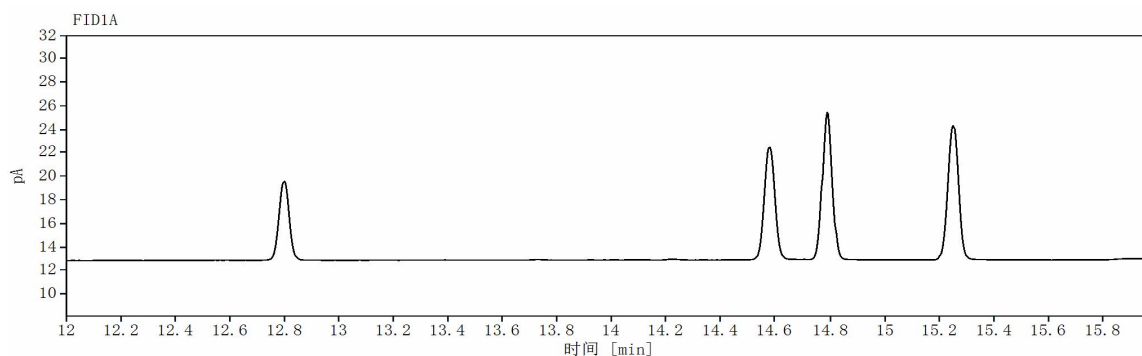


图11 石粉添加浓度为1%的香味剂气相色谱图

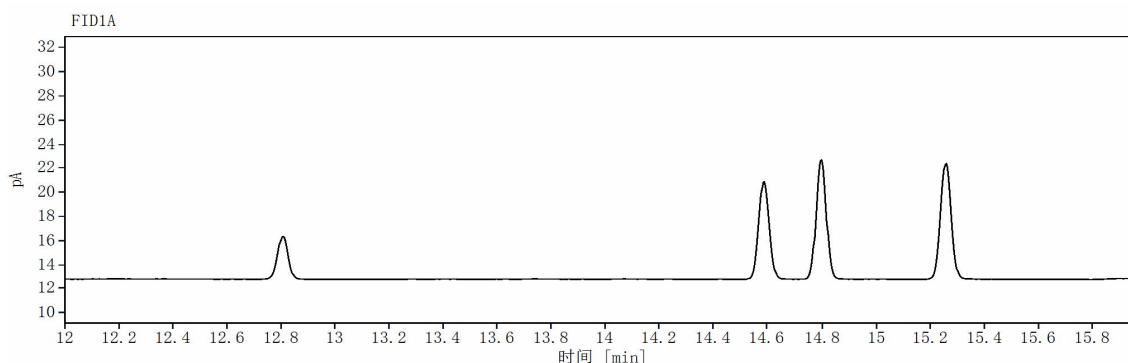


图12 石粉添加浓度为5%的香味剂气相色谱图

表15 沸石粉空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率 (%) 及精密度 (n=5, %)

	添加浓度	0.5%			1%			5%		
肉桂醛	批内回收率	101	99	102	107	96	102	99	100	102
	批内精密度	4.45	2.00	4.75	2.06	2.92	2.61	3.54	1.10	1.04
	批间回收率	101			102			100		
	批间精密度	3.73			2.53			1.89		
丁香酚	批内回收率	101	115	107	112	113	110	102	109	103
	批内精密度	4.66	0.76	4.33	2.05	2.94	2.48	3.85	0.90	1.03
	批间回收率	108			112			105		
	批间精密度	3.25			2.49			1.93		
百里香酚	批内回收率	104	110	103	110	101	104	103	101	102
	批内精密度	4.76	1.03	4.07	2.28	2.76	2.54	3.81	0.46	0.85
	批间回收率	106			105			102		
	批间精密度	3.29			2.53			1.71		
香芹酚	批内回收率	104	110	104	107	101	104	103	101	102
	批内精密度	4.53	0.71	4.21	2.26	2.68	2.38	3.77	0.72	0.77
	批间回收率	106			104			102		
	批间精密度	3.15			2.44			1.75		

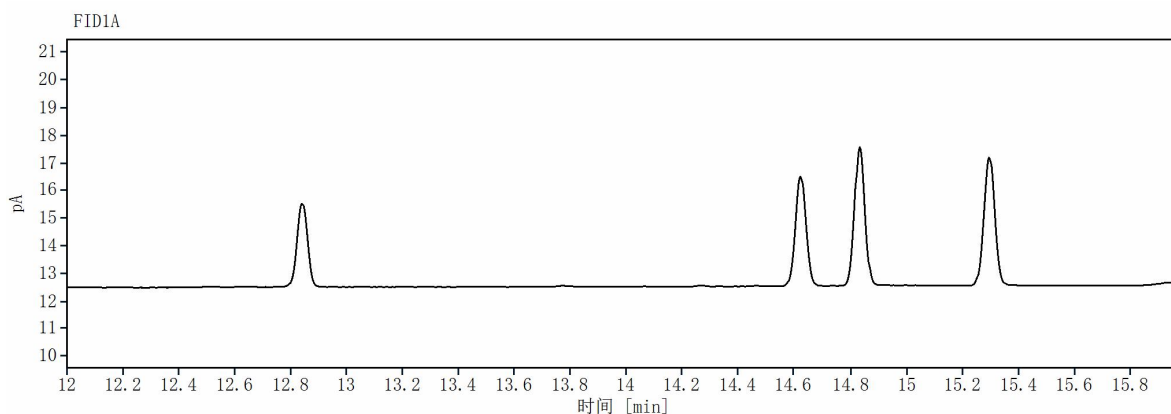


图13 沸石粉添加浓度为0.5%的香味剂气相色谱图

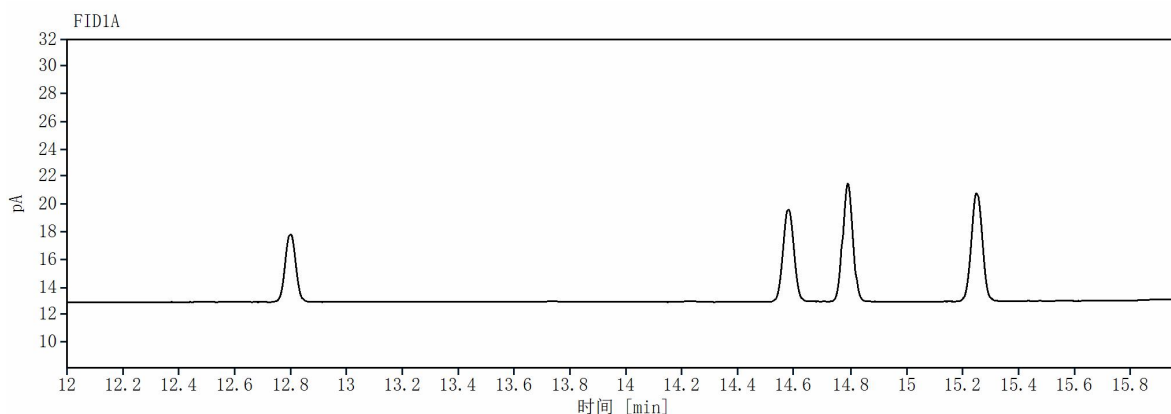


图14 沸石粉添加浓度为1%的香味剂气相色谱图

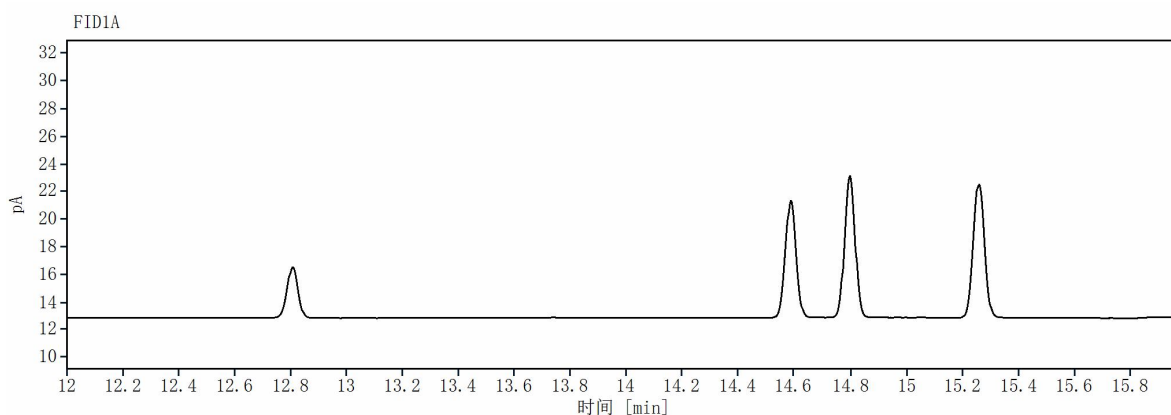


图15 沸石粉添加浓度为5%的香味剂气相色谱图

表16 蒙脱石粉空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率 (%) 及精密度 (n=5, %)

添加浓度		0.5%			1%			5%		
肉桂醛	批内回收率	110	109	101	104	104	108	109	117	113
	批内精密度	3.52	2.42	0.99	4.47	0.98	7.00	1.17	1.99	1.00
	批间回收率	107			105			113		
	批间精密度	2.31			4.15			1.39		
丁香酚	批内回收率	105	117	108	100	116	111	107	109	103
	批内精密度	2.37	2.41	1.15	5.31	1.05	5.68	1.46	0.91	0.84
	批间回收率	110			109			106		

	批间精密度	1.98			4.01			1.07		
百里香酚	批内回收率	107	112	103	103	104	106	108	103	103
	批内精密度	2.48	1.77	1.06	4.79	0.92	5.88	1.37	1.30	0.81
	批间回收率	107			104			105		
	批间精密度	1.77			3.86			1.16		
香芹酚	批内回收率	107	111	104	103	104	106	108	103	102
	批内精密度	2.52	1.86	1.06	4.65	1.04	5.70	1.38	0.99	1.04
	批间回收率	107			104			104		
	批间精密度	1.81			3.80			1.14		

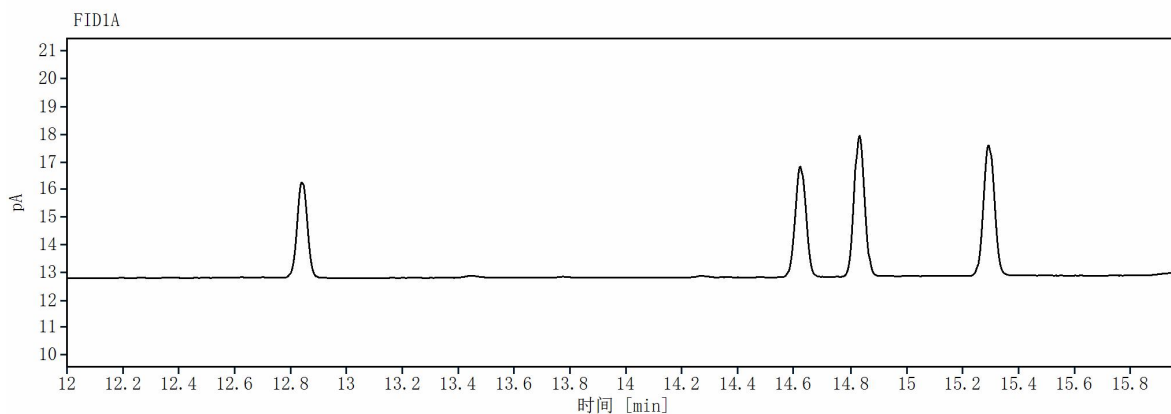


图16 蒙脱石粉空白载体中添加0.5%的香味剂气相色谱图

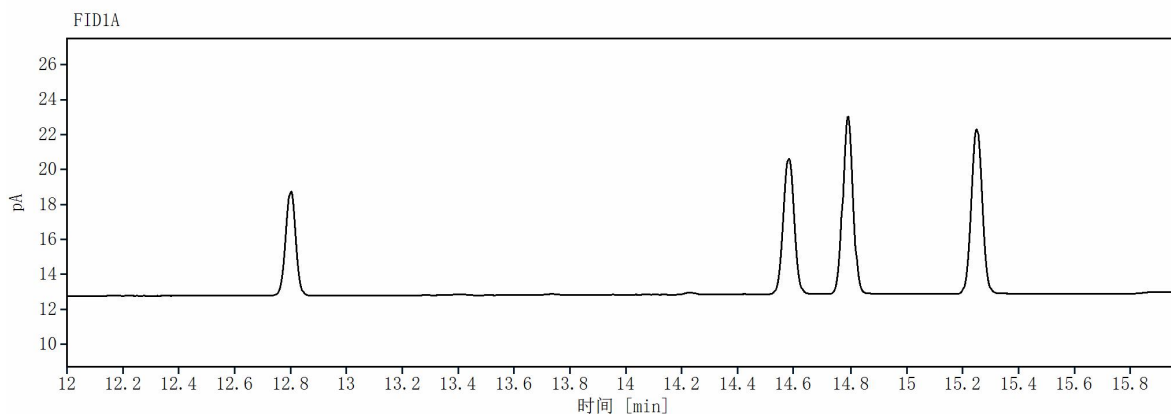


图17 蒙脱石粉空白载体中添加1%的香味剂气相色谱图

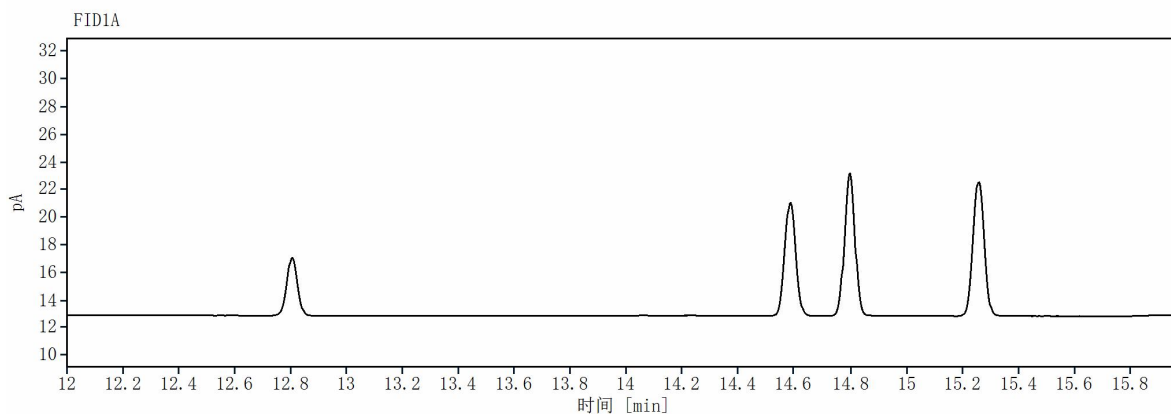


图18 蒙脱石粉空白载体中添加5%的气相色谱图

表17 麦饭石空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率 (%) 及精密度 (n=5, %)

添加浓度		0.5%			1%			5%		
肉桂醛	批内回收率	99	98	97	109	98	95	104	101	102
	批内精密度	1.92	5.35	2.32	2.58	2.88	5	0.97	3.4	3.14
	批间回收率	98			101			102		
	批间精密度	3.20			3.49			2.50		
丁香酚	批内回收率	105	105	98	118	102	105	106	109	103
	批内精密度	2.47	4.13	2.76	2.54	3.21	4.47	0.96	3.94	3.35
	批间回收率	103			108			106		
	批间精密度	3.12			3.41			2.75		
百里香酚	批内回收率	100	105	98	112	99	100	106	100	101
	批内精密度	4.68	4.87	3.01	2.49	2.34	4.39	0.88	3.56	2.85
	批间回收率	101			104			102		
	批间精密度	4.19			3.07			2.43		
香芹酚	批内回收率	108	104	99	109	100	100	106	100	101
	批内精密度	2.28	4.76	3	2.48	2.5	4.44	1.04	3.33	3.06
	批间回收率	104			103			102		
	批间精密度	3.35			3.14			2.48		

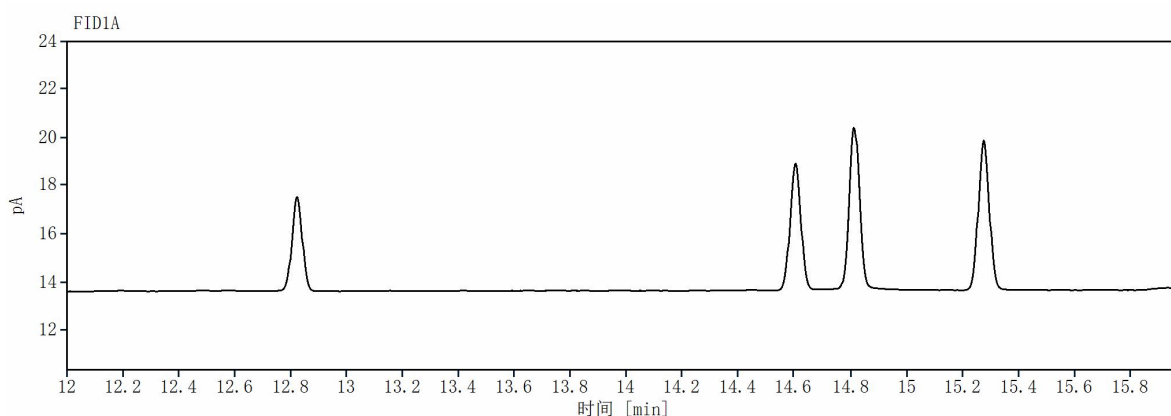


图19 麦饭石空白载体中添加浓度0.5%的气相色谱图

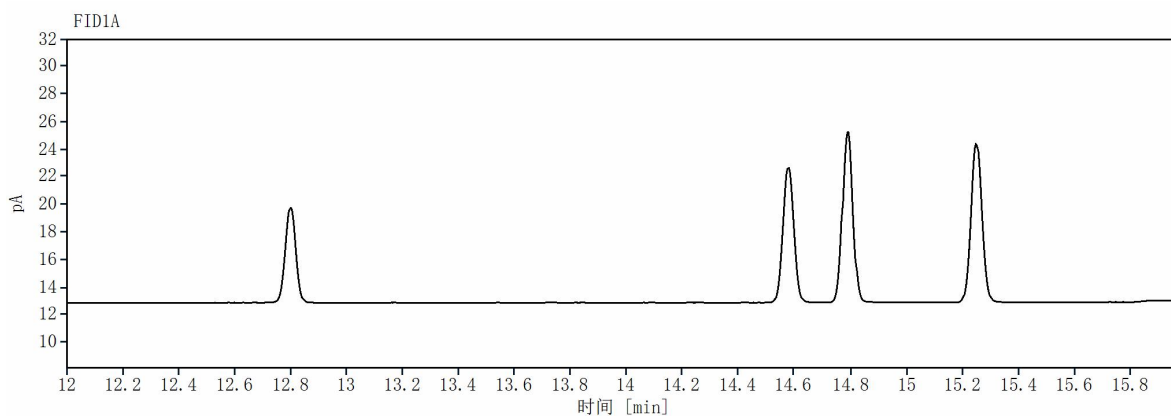


图20 麦饭石空白载体中添加浓度1%的香味剂气相色谱图

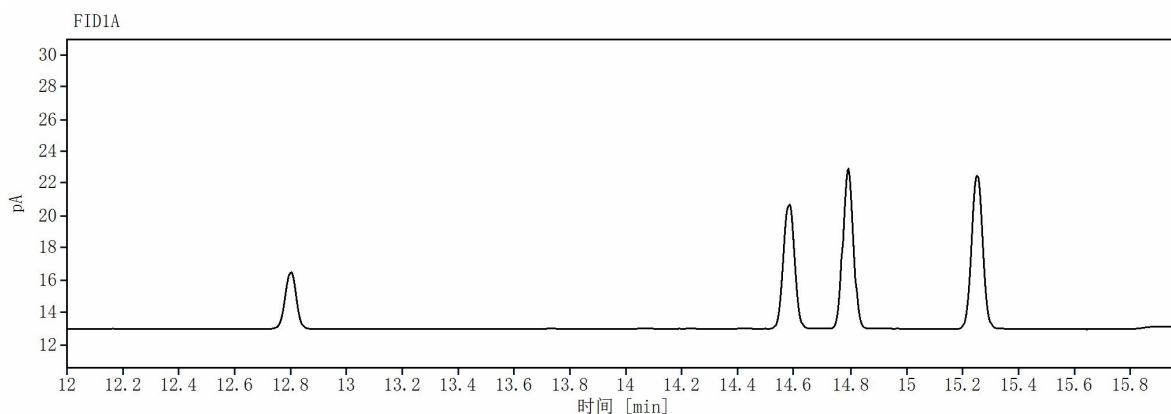


图21 麦饭石空白载体中添加浓度5%的香味剂气相色谱图

表18 玉米淀粉空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率(%)及精密度(n=5, %)

添加浓度		0.5%			1%			5%		
肉桂醛	批内回收率	107	102	113	106	108	97	105	108	106
	批内精密度	1.76	3.59	3.42	1.18	1.95	3.66	0.49	1.31	1.51
	批间回收率	107			104			106		
	批间精密度	2.92			2.26			1.10		
丁香酚	批内回收率	107	106	102	104	101	106	106	111	105
	批内精密度	1.82	3.80	3.45	1.15	0.75	4.32	1.08	1.74	1.59
	批间回收率	105			104			107		
	批间精密度	3.02			2.07			1.47		
百里香酚	批内回收率	108	105	102	106	107	100	106	101	103
	批内精密度	1.85	4.00	2.70	1.14	1.20	4.30	0.92	1.44	1.40
	批间回收率	105			104			103		
	批间精密度	2.85			2.21			1.25		
香芹酚	批内回收率	107	105	107	105	101	101	106	102	104
	批内精密度	1.85	3.55	4.07	1.61	0.78	4.28	0.80	1.42	1.10
	批间回收率	106			102			104		
	批间精密度	3.16			2.22			1.11		

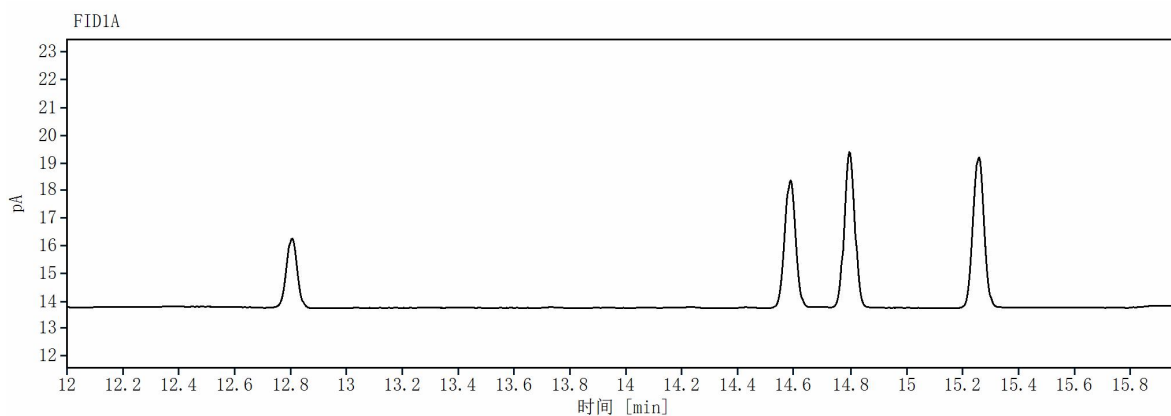


图22 玉米淀粉添加浓度为0.5%的香味剂气相色谱图

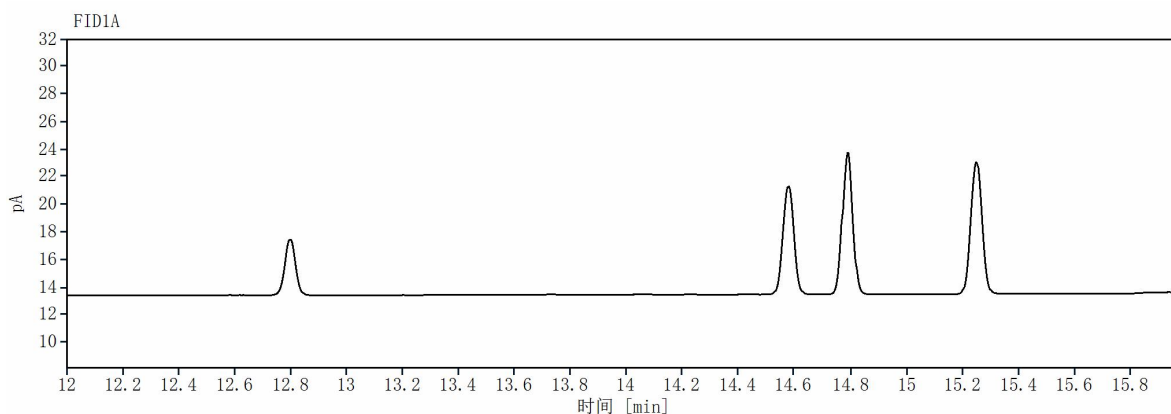


图23 玉米淀粉添加浓度为1%的香味剂气相色谱图

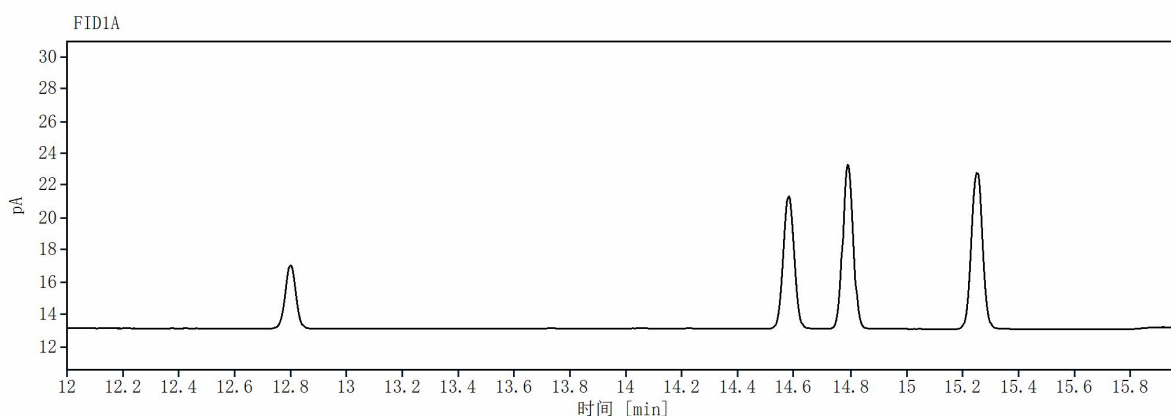


图24 玉米淀粉添加浓度为5%的香味剂气相色谱图

表19 元明粉空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率 (%) 及精密度 (n=5, %)

	添加浓度	0.5%			1%			5%		
		批内回收率	102	101	102	106	99	99	106	103
肉桂醛	批内精密度	1.96	1.42	2.64	0.34	1.13	3.08	0.45	1.25	2.23
	批间回收率	102			101			104		
	批间精密度	2.01			1.52			1.31		
	批内回收率	98	105	102	104	105	107	107	112	106
丁香酚	批内精密度	4.18	0.70	2.70	0.38	1.22	3.10	0.31	0.90	2.37
	批间回收率	102			105			108		
	批间精密度	2.53			1.57			1.19		
	批内回收率	108	107	102	106	101	100	107	103	105
百里香酚	批内精密度	3.66	3.92	3.37	0.19	0.84	2.81	0.37	0.92	2.34
	批间回收率	106			102			105		
	批间精密度	3.65			1.28			1.21		
	批内回收率	102	105	102	105	101	101	107	103	105
香芹酚	批内精密度	3.76	0.75	3.64	0.29	1.04	3.03	0.09	0.79	2.32
	批间回收率	103			102			105		
	批间精密度	2.72			1.45			1.07		

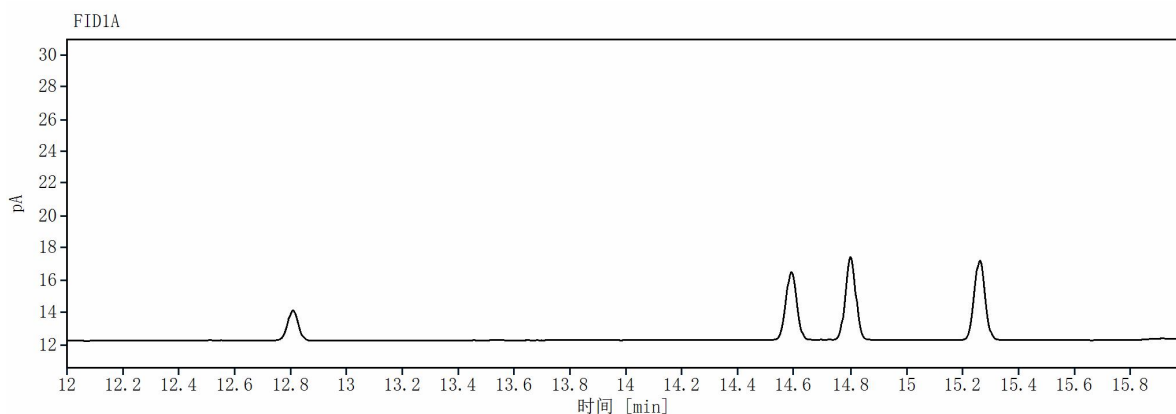


图25 元明粉空白载体中添加香味剂浓度为0.5%的气相色谱图

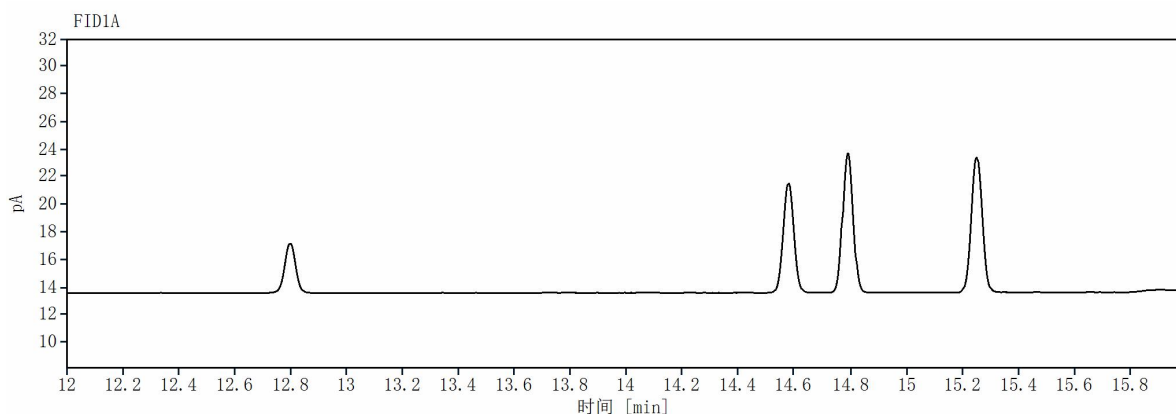


图26 元明粉空白载体中添加1%的气相色谱图

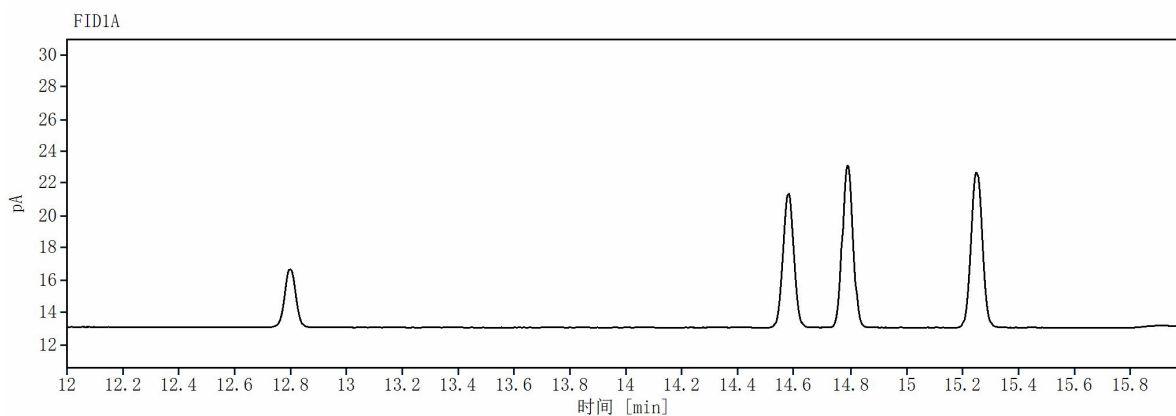


图27 元明粉空白载体中添加香味剂浓度为5%的气相色谱图

表20 混合空白载体中添加不同浓度肉桂醛、丁香酚、百里香酚、香芹酚的回收率 (%) 及精密度 (n=5, %)

添加浓度		0.5%			1%			5%		
肉桂醛	批内回收率	108	116	103	110	109	100	101	107	106
	批内精密度	1.05	2.46	3.98	3.17	1.78	1.66	4.46	2.02	0.85
	批间回收率	109			106			105		
	批间精密度	2.50			2.20			2.44		
丁香酚	批内回收率	106	105	107	111	110	108	101	112	106
	批内精密度	1.48	2.89	4.07	3.34	0.79	1.40	4.36	1.05	1.00
	批间回收率	106			110			106		

	批间精密度	2.81			1.84			2.14		
百里香酚	批内回收率	107	106	105	112	103	102	102	103	104
	批内精密度	1.45	2.71	3.68	3.12	0.63	1.11	4.49	1.34	0.94
	批间回收率	106			106			103		
	批间精密度	2.61			1.62			2.26		
香芹酚	批内回收率	107	107	106	112	103	102	102	103	105
	批内精密度	1.31	2.86	4.00	3.19	0.45	1.08	4.49	1.00	0.70
	批间回收率	107			106			103		
	批间精密度	2.72			1.57			2.06		

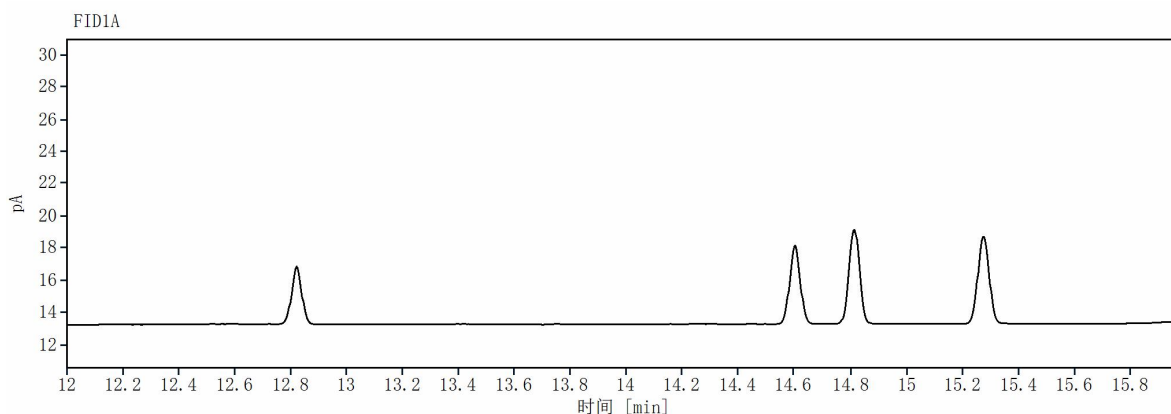


图28 混合空白载体中添加0.5%的气相色谱图

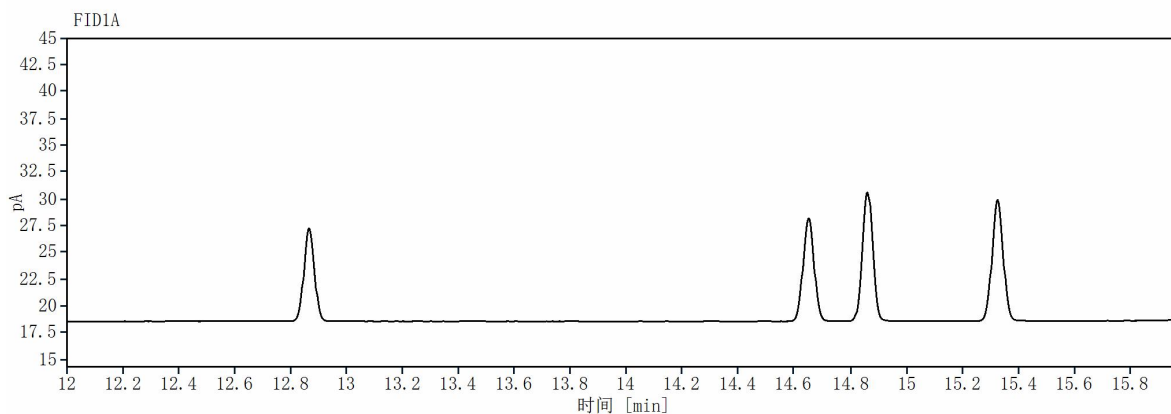


图29 混合空白载体中添加1%的气相色谱图

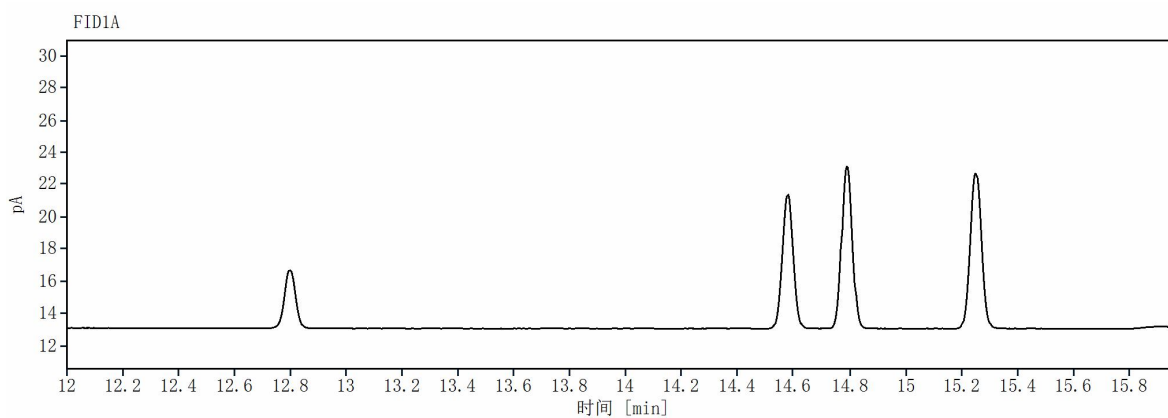


图30 混合空白载体中添加5%的气相色谱图

结果表明，在添加不同浓度的肉桂醛、丁香酚、百里香酚和香芹酚时，其批内回收率分别为肉桂醛94%~117%，丁香酚97%~118%，百里香酚98%~112%，香芹酚99%~112%，批内精密度为肉桂醛0.34%~7%，丁香酚0.31%~5.86%，百里香酚0.19%~6.37%，香芹酚0.09%~5.7%，批间回收率分别是肉桂醛98%~113%，丁香酚102%~112%，百里香酚101%~107%，香芹酚102%~107%，批间精密度为肉桂醛1.1%~4.15%，丁香酚1.07%~4.01%，百里香酚1.16%~4.93%，香芹酚1.07%~4.09%，回收率和精密度满足方法学要求。

6.4 方法适用性考察

标准编制工作组收集了不同来源的实际饲料添加剂样品，测定了它们中肉桂醛、丁香酚、百里香酚和香芹酚的含量。结果见表21，结果表明，本方法可以满足样品分析的精密度和产品含量极限值要求。

表21 气相色谱法同时检测添加剂产品4种香味剂含量平行分析检验结果

样品	检测指标	测定值 (%)		平均值 (%)	相对偏差
		1	2		
样品6	百里香酚	2.53	2.54	2.54	0.39
	香芹酚	4.99	5.01	5.00	0.40
样品7	百里香酚	2.90	2.92	2.91	0.69
	丁香酚	1.35	1.36	1.35	0.59
	肉桂醛	8.78	8.80	8.79	0.23
	香芹酚	4.97	5.00	4.99	0.60
样品8	百里香酚	5.14	5.20	5.17	1.03
	肉桂醛	10.87	10.96	10.91	0.80
样品9	百里香酚	4.46	4.45	4.45	0.20
	肉桂醛	18.59	18.49	18.54	0.54
样品10	肉桂醛	11.69	11.78	11.74	0.58
	百里香酚	2.55	2.58	2.57	0.85
	香芹酚	3.57	3.61	3.59	0.81
样品11	肉桂醛	15.19	15.85	15.52	4.25
	百里香酚	2.75	2.84	2.80	3.22
	香芹酚	1.29	1.38	1.34	5.01
样品12	肉桂醛	9.54	9.90	9.72	3.70
	丁香酚	3.23	3.41	3.32	5.42
	百里香酚	2.79	2.88	2.84	3.17
	香芹酚	3.03	3.13	3.08	3.25

样品13	肉桂醛	21.29	22.05	21.67	2.46
	百里香酚	8.12	8.39	8.26	2.30
	香芹酚	4.76	4.91	4.84	2.24
样品14	肉桂醛	3.42	3.19	3.31	5.03

三、采用国际标准

本标准制定过程中，未采用国际标准。

四、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。与有关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

六、涉及专利的有关说明

本标准不对涉及专利进行判别，若本单位制定相关专利，将在专利中明确表明该专利为本标准应用提供开放使用。

七、作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准为化学分析方法标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文等的八项要求之一。因此，建议将本标准作为推荐性部颁标准颁布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得

到文本。这是保证新标准贯彻实施的基础。

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传。

(3) 实施的过渡期宜定为 6 个月。

九、与原标准的关系

无。

十、其他应予说明的事项

无。

参考文献：

- [1] 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
- [2] GB/T 20001.4-2015 标准编制规则第4部分：试验方法标准
- [3] GB/T 21543-2021 饲料添加剂 调味剂 通用要求
- [4] GB 1886.139-2015 食品安全国家标准 食品添加剂 百里香酚
- [5] GB 31627-2014 食品安全国家标准 食品添加剂 香芹酚
- [6] GB 28346-2012 食品安全国家标准 食品添加剂 肉桂醛
- [7] GB 1886.129-2015 食品安全国家标准 食品添加剂 丁香酚
- [8] NYT3136-2017 饲用调味剂中香兰素、乙基香兰素、肉桂醛、桃醛、乙酸异戊酯、 γ -壬内酯、肉桂酸甲酯、大茴香脑的测定 气相色谱法
- [9] NYT3137-2017 饲料中香芹酚和百里香酚的测定 气相色谱法
- [10] 王石, 王钦钦, 胡深, 肖志明, 刘晓露, 田静, 樊霞. 气相色谱法同步测定饲料中的 4 种香味物质[J]. 饲料工业, 2020, 41 (14) : 54-59.
- [11] 宫玲玲, 李会荣. 气相色谱法同步测定饲料添加剂中百里香酚、香芹酚的研究[J]. 中国饲料, 2014, 2(6): 38-40.

- [12] 罗成江, 周炜, 侯轩, 等. 气相色谱法测定香味剂中桉油精肉桂醛百里香酚及香芹酚的含量[J]. 中国兽医杂志, 2019, 55 (2):113-115.
- [13] Marta J S, María T T. Determination of cinnamaldehyde, carvacrol and thymol in feedstuff additives by pressurized liquid extraction followed by gas chromatography - mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2017, 1487: 14-21.
- [14] 贺习文, 李宏, 赵彩会, 等. QuEChERS-高效液相色谱法测定饲料中牛至香酚新方法的研究[J]. 饲料工业, 2019, 40(22): 55-60.
- [15] 赵东豪, 王强, 王旭峰. 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测鱼肉和暂养水中丁香酚残留量[J]. 食品科学, 2016, 37(24): 252-256.
- [16] 任玉琴, 张晓丽. 高效液相色谱法同时测定饲料香味剂中肉桂醛、丁香酚、香芹酚和百里香酚含量的研究[J]. 中国饲料, 2018 (9): 60-62.
- [17] 齐景杰. 气相色谱法在煤化工分析中的应用[J]. 广东化工, 2012, 39(3): 168- 171.
- [18] 董茂锋, 杨海锋, 白冰, 等. 气相色谱法测定饲料中香芹酚和百里香酚的含量[J]. 饲料工业, 2015, 36(1): 47-51.
- [19] 李会荣, 宫玲玲. 利用气相色谱法同步测定饲料香味剂中麝香草酚、丁香酚和香兰素的研究[J]. 中国饲料, 2017(14): 36-38.
- [20] 喻麟, 曾凡坤, 吕继蓉. 实用饲料调味剂学[M]. 中国农业出版社, 2012.