



中华人民共和国国家标准

GB/T 33917—2017/ISO 22972:2004

精油 手性毛细管柱气相色谱分析 通用法

Essential oils—Analysis by gas chromatography on chiral capillary
columns—General method

(ISO 22972:2004, IDT)

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用国际标准 ISO 22972:2004《精油 手性毛细管柱气相色谱分析 通用法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 11538—2006 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法(ISO 7609:1985, IDT)；

——GB/T 14454.1—2008 香料 试样制备(ISO 356:1999, MOD)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位：上海香料研究所、安徽丰乐香料有限责任公司、爱普香料集团股份有限公司、武汉黄鹤楼香精香料有限公司、上海应用技术学院。

本标准主要起草人：金其璋、孙清华、胡勇成、熊国玺、肖作兵、刘卫东、乐之歆、朱建才。

精油 手性毛细管柱气相色谱分析 通用法

1 范围

本标准规定了用毛细管柱气相色谱分析精油的通用方法,其目的是测定精油中含有的手性化合物的特定的对映体过量或分配。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 356 精油 试样制备(Essential oils—Preparation of test samples)

ISO 7609:1985 精油 毛细管柱气相色谱分析 通用法(Essential oils—Analysis by gas chromatography on capillary columns—General method)

3 原理

在特定条件下用气相色谱法分析精油,所用色谱柱有合适的直径和长度,该柱内壁事先直接浸渍了键合的手性固定相或填充了含该手性固定相的担体。

精油中人们感兴趣的的不同手性成分用标准物质加以鉴定,如有必要,测定它们的保留指数,以测定一个组分对映体的相对比例。

4 试剂和产物

分析中,除另有规定外,只用认可的分析级试剂。

4.1 气体

4.1.1 载气:氢气、氦气或氮气,或任何其他气体,这取决于所用检测器的类型。

如果一个检测器要求使用除上述气体以外的一种载气,则应在试验报告中加以说明。

4.1.2 检测器的补充用气(辅助气):所有合适的气体,取决于所用的检测器:

——对于火焰离子化检测器,使用空气和高纯度的氢气;

——对于质量检测器,使用高纯度的氦气。

4.2 参比物质(标准物),符合待测定的纯的和混合的对映体。

5 仪器

5.1 色谱仪,装备有进样系统、合适的检测器和程序升温器。

进样系统和检测系统应配备有能单独控制各自温度的装置。

5.2 毛细管柱,用惰性材料制成,内径 ≤ 0.53 mm,长度在 10 m~60 m。

注:普通的手性固定相是基于取代的 β -环糊精(例如:1,3,6-全甲基化 β -环糊精,以10%的浓度置于OV 101上)。

5.3 记录仪和电子积分仪。

6 试样制备

按 ISO 356 的规定。

试样可经下列特殊制备：

- 有关组分的选择性转移(例如：在线二维色谱仪或捕集)；
- 进样前衍生处理。

如果试样需进行特殊制备，这将在有关精油产品标准中指出。

7 操作条件

7.1 炉温

应调节炉温以获得所要求的柱效(见 8.1)。

7.2 载气流速

应调节载气流速以获得所要求的柱效(见 8.1)。

7.3 检测器的补充用气(辅助气)流速

参照制造商说明书以获得该检测器的最佳响应值。

8 柱性能

8.1 柱效

按 ISO 7609 描述的方法测定所选参比物质(见 4.2)中的较小保留对映体的柱效。

柱效应至少为 25 000 理论塔板数。

注：当使用二维色谱体系时，程序升温条件可以对每个感兴趣的组分(或化学品族)实施最优化，以便在较短时间内得到满意的分离度。在此情况下，柱效可以低于 25 000 理论塔板数。

8.2 分离度和分离百分率

在试验条件下注入适量所选参比物质(见 4.2)来测定分离度。按 ISO 7609:1985 中 8.3.1 和 8.3.2 进行计算。

在分析条件下注入参比物质应不导致对映体的任何变质或对映体比例的任何变化。

9 保留指数的测定

按 ISO 7609 的规定。

注：当使用二维色谱体系时，如果在两种色谱仪上的洗脱条件和对映体的分离度类似于参比物质的洗脱条件和分辨率(在随机变化内)，那么保留指数的测定是可选择的。

10 对映体过量或分配

使用柱效测定(见 8.1)中所采用的相同温度和流速条件。柱温稳定后，注入适量试样。

在所得的精油色谱图上,应用积分仪所提供的指示,证明符合有关精油标准中设定的限量。

特别在使用一种单-双维色谱体系的情况下,建议用所有合适的方法(例如:质量检测器)来证明被寻找物不存在共洗脱情况。

11 结果的表示

11.1 总的表示

按有关精油标准中的要求,结果的表示可以是对映体过量或对映体分配。

11.2 对映体过量 E

从每个对映体的峰面积来测定对映体过量 E ,计算见式(1):

$$E_x = \frac{(A_{\max} - A_{\min})}{(A_{\max} + A_{\min})} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$x = (R)$, 如果 $A_{\max}$ 是指对映体(R);

$x = (S)$, 如果 $A_{\max}$ 是指对映体(S);

$A_{\max}$ ——代表最大表面的峰面积;

$A_{\min}$ ——代表最小表面的峰面积。

11.3 对映体分配

对映体分配的计算见式(2)和式(3):

$$(R) = \frac{A(R)}{A(R) + A(S)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$(S) = \frac{A(S)}{A(R) + A(S)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$A(R)$ ——对映体 R 的峰面积;

$A(S)$ ——对映体 S 的峰面积。

在对映体过量或分配分别大于 95% 或 97.5% 的情况下,建议特别注意选择积分参数,以尽量减小丰度较小的那个对映体的定量误差。尽可能在可接受的色谱分离度条件下对后者进行定量。

12 试验报告

按 ISO 7609 的规定。
