

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1098—2002

进出口松油和松油醇中 α -松油醇含量的测定 毛细管气相色谱法

Determination of α -terpineol content in pine oil and
terpineol for import and export—Gas chromatography
method on capillary column

2002-03-15 发布

2002-09-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口松油和松油醇中 α -松油醇含量
的测定 毛细管气相色谱法
SN/T 1098—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 17 千字

2002年6月第一版 2002年6月第一次印刷

印数 1—2 000

*

网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是按照 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》的要求而进行编写的。

本标准的附录 A 所提供的典型色谱图可用于定性，附录 B 的方法可用作测定总醇含量的参考方法。

本标准由中华人民共和国国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国福建出入境检验检疫局起草。

本标准主要起草人：梁鸣、周永芳。

本标准系首次发布的检验检疫行业标准。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口松油和松油醇中 α -松油醇含量的测定 毛细管气相色谱法

SN/T 1098—2002

Determination of α -terpineol content in pine oil and
terpineol for import and export—Gas chromatography
method on capillary column

1 范围

本标准规定了用毛细管柱气相色谱法测定进出口松油和松油醇中 α -松油醇含量的方法。
本标准适用于进出口合成的松油和松油醇中 α -松油醇含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 11538—1989 精油毛细管柱气相色谱分析通用法

ISO 212:1973 精油 取样

ISO 356:1996 精油 试样的制备

3 原理

用毛细管柱气相色谱对松油和松油醇中各组份进行分离,氢火焰离子化检测器检测,以内标法对 α -松油醇含量进行定量。

4 试剂和材料

- 4.1 载气:氮气,纯度不低于 99.99%。
- 4.2 燃烧气:氢气,纯度不低于 99.99%。
- 4.3 助燃气:空气。
- 4.4 α -松油醇标准物质:纯度不低于 99.0%。
- 4.5 内标物:香芹酮(Carvone),纯度不低于 99.0%。
- 4.6 无水乙醇:分析纯,按 8.1 条件测定无干扰峰。

5 仪器

- 5.1 气相色谱仪:备有氢火焰离子化检测器(FID),具有分流/不分流毛细管柱用进样口,能控制程序升温的色谱仪。
- 5.2 色谱柱:内壁涂渍键合有 SE-54 固定液的石英毛细管柱,30 m \times 0.32 mm \times 0.5 μ m。或相当者。
- 5.3 微量注射器:1 μ L、5 μ L。
- 5.4 容量瓶:10.0 mL。

6 样品

按 ISO 356 规定。

6.1 α-松油醇标准工作液的配制

称取 60 mg α-松油醇(4.4)和 50 mg 香芹酮(4.5)、准确至 0.1 mg,于容量瓶(5.4)中,用乙醇(4.6)定容至 10.0 mL。

6.2 测试样品的制备

称取适量样品(内含 α-松油醇约 50 mg)和 50 mg 香芹酮(4.5)、准确至 0.1 mg,于容量瓶(5.4)中,用乙醇(4.6)定容至 10.0 mL。

7 操作条件

7.1 温度

柱温	70℃	1.5℃/min	120℃	5℃/min	160℃	10℃/min	220℃
	0 min		0 min		0 min		5 min

进样口温度:250℃。

检测器温度:280℃。

7.2 柱流量:1 mL/min。

7.3 分流比:1 : 50。

7.4 根据所用仪器:调整空气、氢气流量至检测器最佳灵敏度。

7.5 进样量:1 μL。

8 测定方法

8.1 松油和松油醇的典型色谱图

按第 7 章操作条件进行分析,注入适量按第 6 章规定的样品,得到松油和松油醇典型色谱图图 A1、图 A2,见附录 A(提示的附录)。

8.2 内标法

在第 7 章操作条件下,注入 6.2 样品 1 μL,记录松油醇样品及内标(4.5)的色谱图,如图 A3,见附录 A(提示的附录)。

8.2.1 响应因子的测定

按 GB/T 11538—1989 中 10.2.1 规定,用 6.1 测试样品,注入适量 6.1 测试参比标准混合物,按 7.1 规定条件进行分析。

用式(1)计算相对内标的成分的响应因子 K 。

$$K = \frac{A_E \times M_R}{A_R \times M_E} \dots\dots\dots(1)$$

式中: A_R ——待计算其响应因子的参比物的峰面积积分单位;

A_E ——内标峰面积的积分单位;

M_R ——参比物质的质量,以毫克计;

M_E ——内标的质量,以毫克计。

8.2.2 测定

柱温稳定后,注入 6.2 适量的混合物(10^{-6} g 数量级),按 7.1 规定的条件进行分析。

9 结果的表示

9.1 用下式计算待测成分的含量 C_x ,以质量分数表示。

$$C_x = \frac{A_N \times M_E \times K}{A_E \times M} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：A_N——待测成分的峰面积积分单位(见 GB/T 11538—1989 中 10.2.2)；
A_E——内标的峰面积积分单位(见 GB/T 11538—1989 中 10.2.2)；
M——松油醇的质量，以毫克计；
M_E——内标的质量，以毫克计；
K——待测成分相对于内标的响应因子。

9.2 结果和重复性

以同一样品几次(至少二次)测定所得结果的平均值作为响应因子 K 和待测成分的含量 C_x 的结果；精密度见表 1。

表 1

规格水平	重复性 <i>r</i>	标准差 <i>S_r</i>	再现性 <i>R</i>	标准差 <i>S_R</i>
65%松油	0.20	0.072	0.90	0.32
85%松油	0.19	0.066	1.57	0.56
松油醇	0.59	0.21	1.89	0.67

10 试验报告

- 按 GB/T 11538—1989 中第 12 章规定。
- 试验报告应包括以下内容：
- a) 所用仪器型号；
 - b) 柱的特性(材料、长度、内径、固定液、柱温或程序升温)；
 - c) 载气和流速；
 - d) 记录仪的特性(纸速、衰减)；
 - e) α-松油醇含量测定结果取舍到保留一位小数。

附录 A
(提示的附录)
典型色谱图

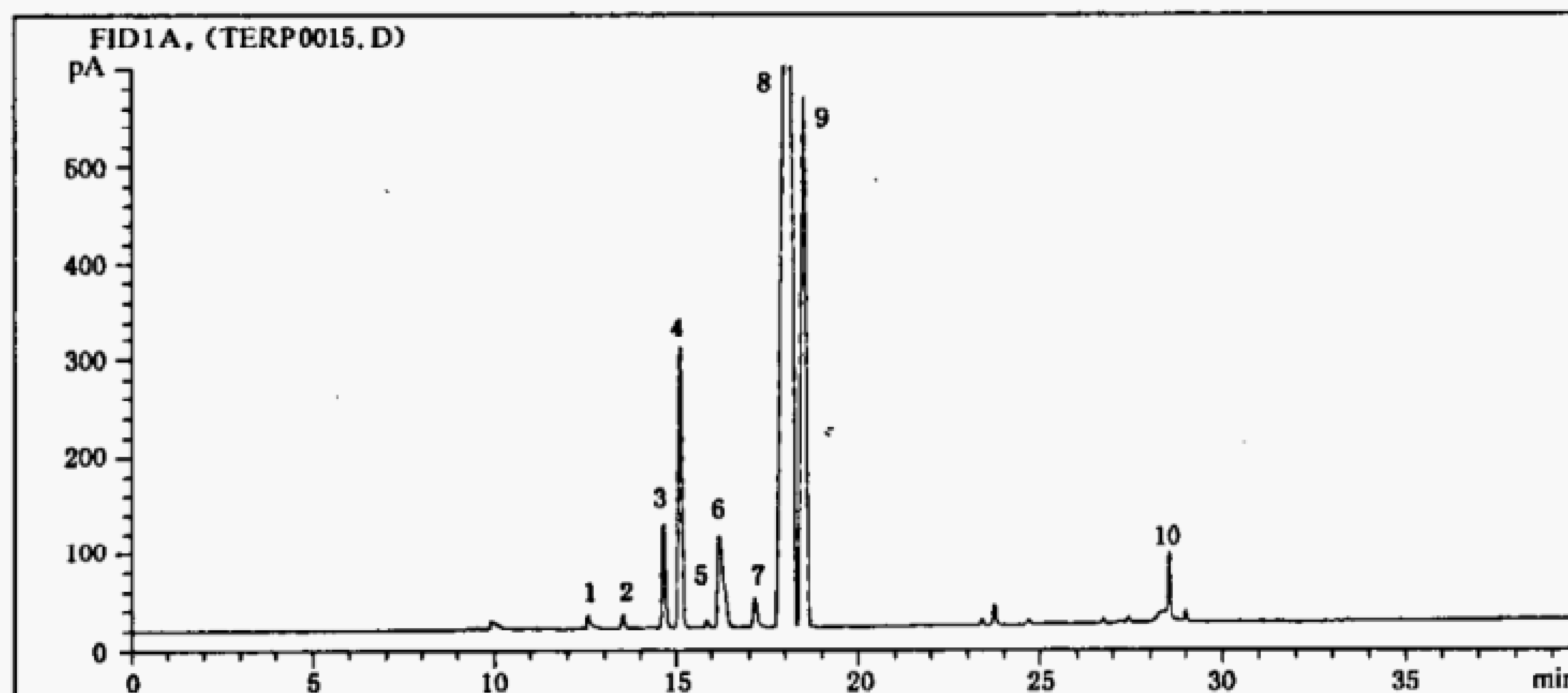


图 A1 松油醇色谱图

- 1—异松油烯(α -Terpinolene);
- 2—葑醇(Fenchol);
- 3—1-松油醇(1-Terpinenol);
- 4—反式- β -松油醇(trans- β -Terpineol);
- 5—龙脑(Borneol);
- 6—顺式- β -松油醇(cis- β -Terpineol);
- 7—4-松油醇(4-Terpineol);
- 8— α -松油醇(α -Terpineol);
- 9— γ -松油醇(γ -Terpineol);
- 10—长叶烯(Longifolene)

样品:松油醇。

色谱柱:石英毛细管柱,长度 30 m,内径 0.32 mm。

固定相:聚甲基苯基乙烯基硅氧烷(SE-54)。

进样量:0.1 μ L,分流比:1:50。

柱温:三阶线性程序升温,初始温度 70℃至 120℃,

速率 1.5℃/min;从 120℃至 160℃,速率 5℃/min;

从 160℃至最后温度 220℃,速率 10℃/min,220℃

时停留 5 min。

进样口温度:250℃,检测器温度:280℃。

检测器:FID,载气:氮气,流量:1.0 mL/min。

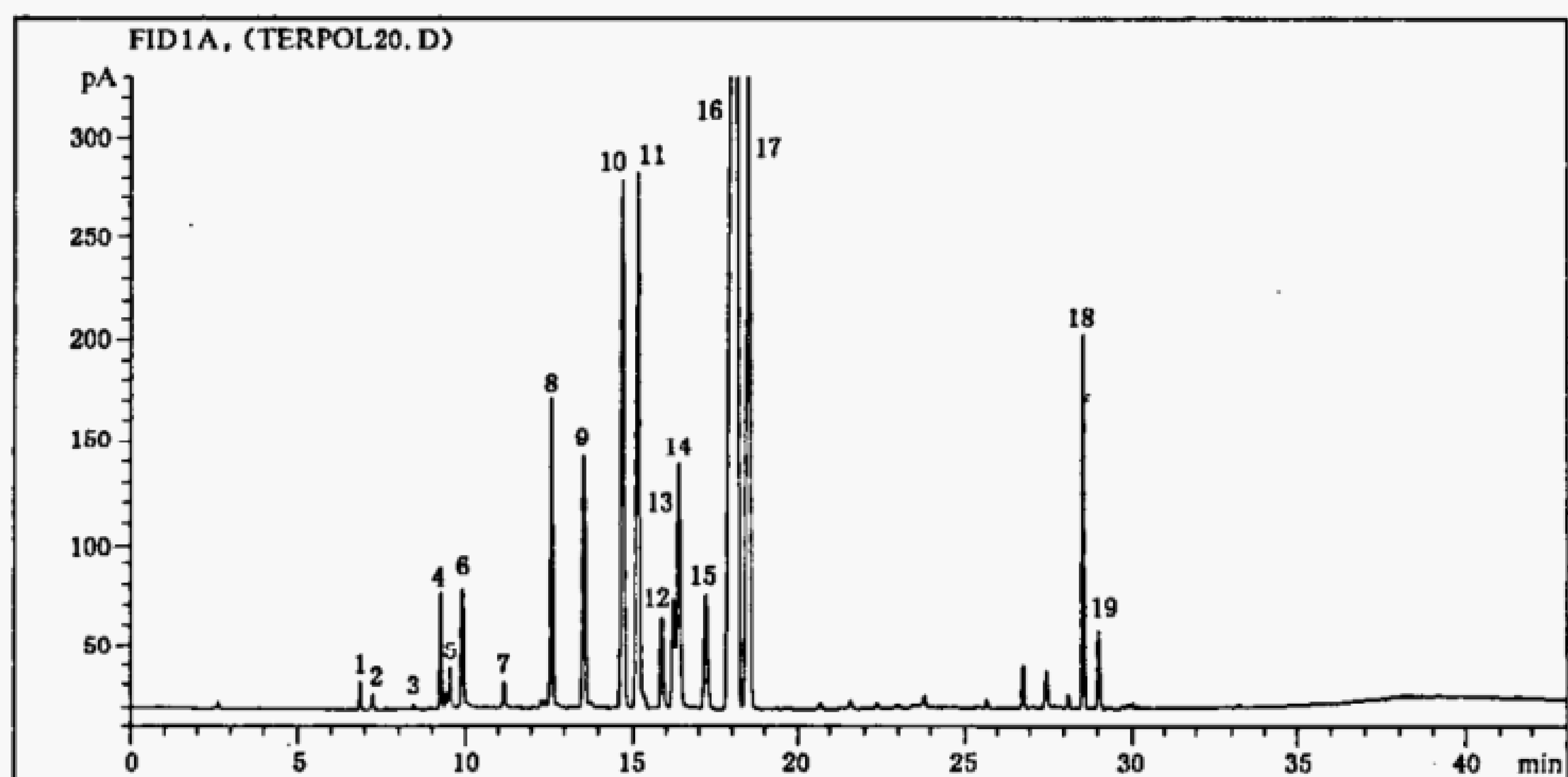


图 A2 85%松油色谱图

- 1— α -蒎烯(α -Pinene);
- 2—莰烯(Camphene);
- 3— β -月桂烯(β -Myrcene);
- 4—1,4-桉叶素(1,4-Cineole);
- 5—对-伞花烃(p-Cymen);
- 6—柠檬烯+1,8-桉叶素;
- 7— γ -松油烯(γ -Terpinene);
- 8—异松油烯(α -Terpinolene);
- 9—葑醇(Fenchol);
- 10—1-松油醇(1-Terpinenol);
- 11—反式- β -松油醇(trans- β -Terpineol);
- 12—龙脑(Borneol);
- 13—顺式- β -松油醇(cis- β -Terpineol);
- 14—异龙脑(Isoborneol);
- 15—4-松油醇(4-Terpineol);
- 16— α -松油醇(α -Terpineol);
- 17— γ -松油醇(γ -Terpineol);
- 18—长叶烯(Longifolene);
- 19— β -石竹烯(β -Caryophyllene)

样品:85%松油。

色谱柱:石英毛细管柱,长度 30 m,内径 0.32 mm。

固定相:聚甲基苯基乙烯基硅氧烷(SE-54)。

进样量:0.1 μ L,分流比:1:50。

柱温:三阶线性程序升温,初始温度 70℃至 120℃,速率 1.5℃/min;从 120℃至 160℃,速率 5℃/min;从 160℃至最后温度 220℃,速率 10℃/min;220℃时停留 5 min。

进样口温度:250℃,检测器温度:280℃。

检测器:FID,载气:氮气,流量:1.0 mL/min。

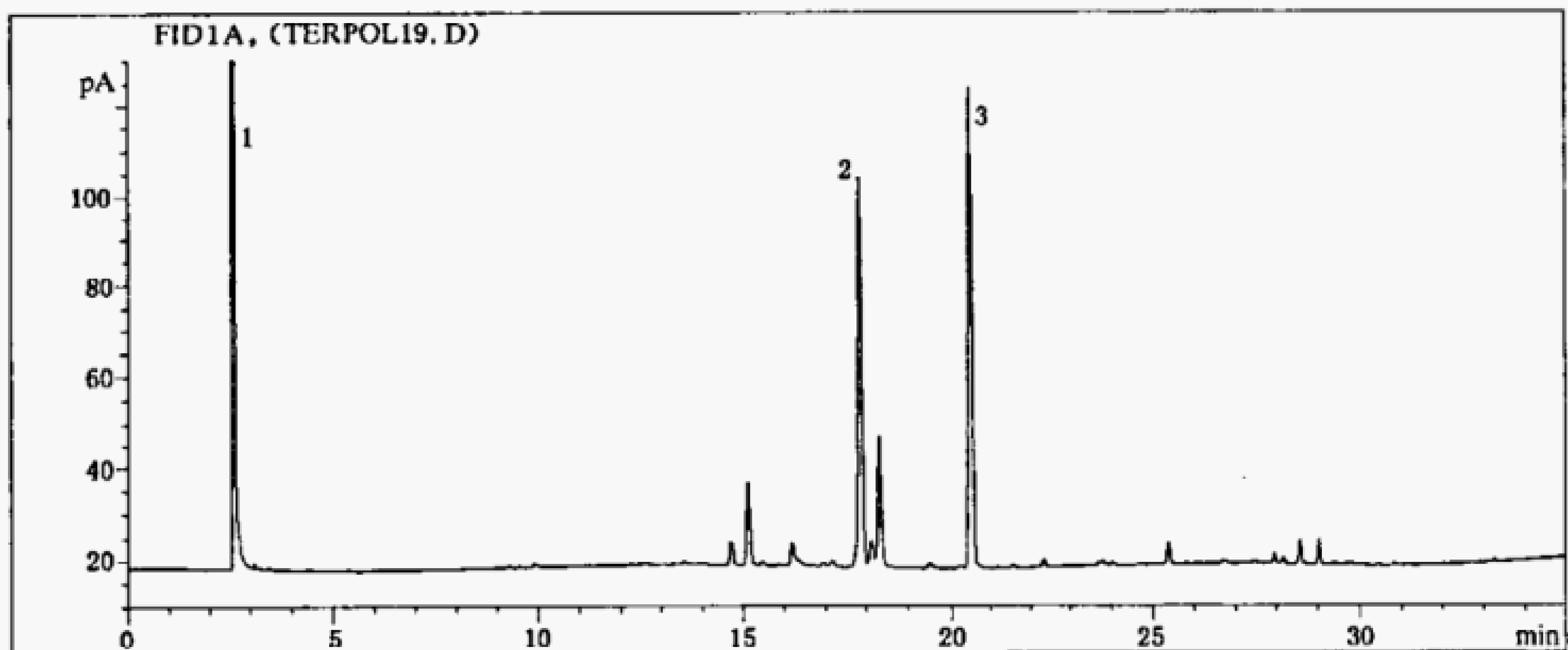


图 A3 样品松油醇+内标香芹酮

- 1—乙醇;
2— α -松油醇(α -Terpineol);
3—内标 香芹酮(Carvone)

色谱柱:石英毛细管柱,长度 30 m,内径 0.32 mm。
固定相:聚甲基苯基乙烯基硅氧烷(SE-54)。
进样量:0.1 μ L,分流比:1:50。
柱温:三阶线性程序升温,初始温度 70℃至 120℃,
速率 1.5℃/min;从 120℃至 160℃,速率 5℃/min;
从 160℃至最后温度 220℃,速率 10℃/min;220℃
时停留 5 min。
进样口温度:250℃,检测器温度:280℃。
检测器:FID,载气:氮气,流量:1.0 mL/min。

附 录 B

(提示的附录)

出口松油和松油醇中总醇含量的测定

B1 原理

用毛细管柱气相色谱仪对松油醇中各组分进行分离,氢火焰离子化检测器检测;以面积归一法对松油醇进行定量。

B2 试剂和材料

同本标准第 4 章。

B3 仪器

同本标准第 5 章。

B4 样品

按 ISO 356 规定,出口松油和松油醇成品油。

B5 操作条件

同本标准第 7 章。

B6 测定方法

面积归一法

在第 7 章规定条件下,注入样品 0.1 μL 进行分析,记录精油色谱图,如图图 B1、图 B2;按面积归一化法计算 1、4、α、β、γ-松油醇的含量。

B7 结果的表示

B7.1 用下式计算总醇含量 C,以质量分数表示。

$$C = \frac{\sum A_x}{\sum A} \times 100 \dots\dots\dots (B1)$$

式中: ΣAx——1、4、α、β、γ-松油醇峰面积积分单位之和。

ΣA——所有峰面积积分单位之和。

B7.2 结果和重复性

以同一样品几次(至少二次)测定所得结果的平均值作为总醇含量 C 的结果;计算所用数值不应偏离平均值大于±0.5%。

B8 试验报告

按 GB/T 11538 中第 12 章规定。同时分别列出 α、β、γ-松油醇含量和总醇含量。

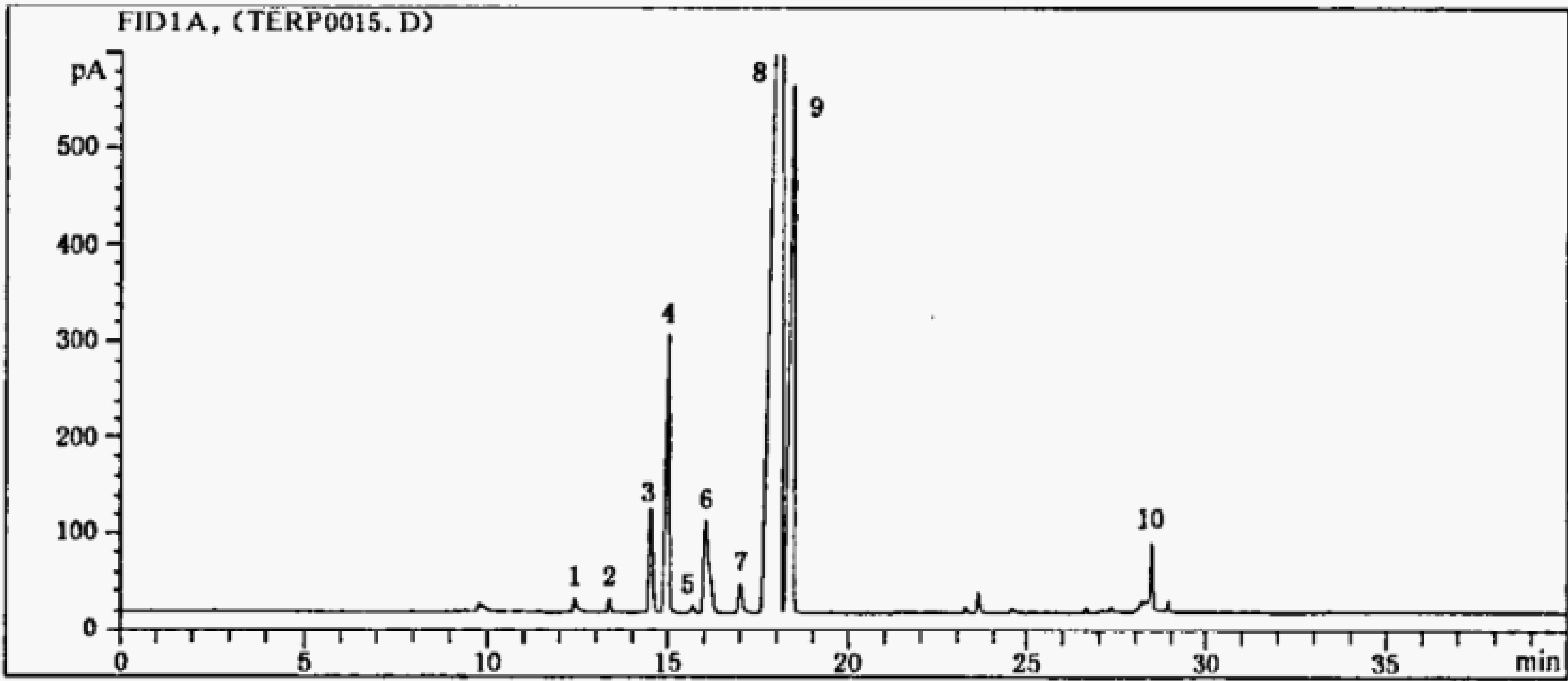


图 B1

- 1—异松油烯(α-Terpinolene);
- 2—葑醇(Fenchol);
- 3—1-松油醇(1-Terpinenol);
- 4—反式-β-松油醇(trans-β-Terpineol);
- 5—龙脑(Borneol);
- 6—顺式-β-松油醇(cis-β-Terpineol);
- 7—4-松油醇(4-Terpineol);
- 8—α-松油醇(α-Terpineol);
- 9—γ-松油醇(γ-Terpineol);
- 10—长叶烯(Longifolene)

样品:松油醇。
色谱柱:石英毛细管柱,长度 30 m,内径 0.32 mm。
固定相:聚甲基苯基乙烯基硅氧烷(SE-54)。
进样量:0.1 μL,分流比:1 : 50。
柱温:三阶线性程序升温,初始温度 70℃至 120℃,速率 1.5℃/min;从 120℃至 160℃,速率 5℃/min;从 160℃至最后温度 220℃,速率 10℃/min;220℃时停留 5 min。
进样口温度:250℃,检测器温度:280℃。
检测器:FID,载气:氮气,流量:1.0 mL/min,

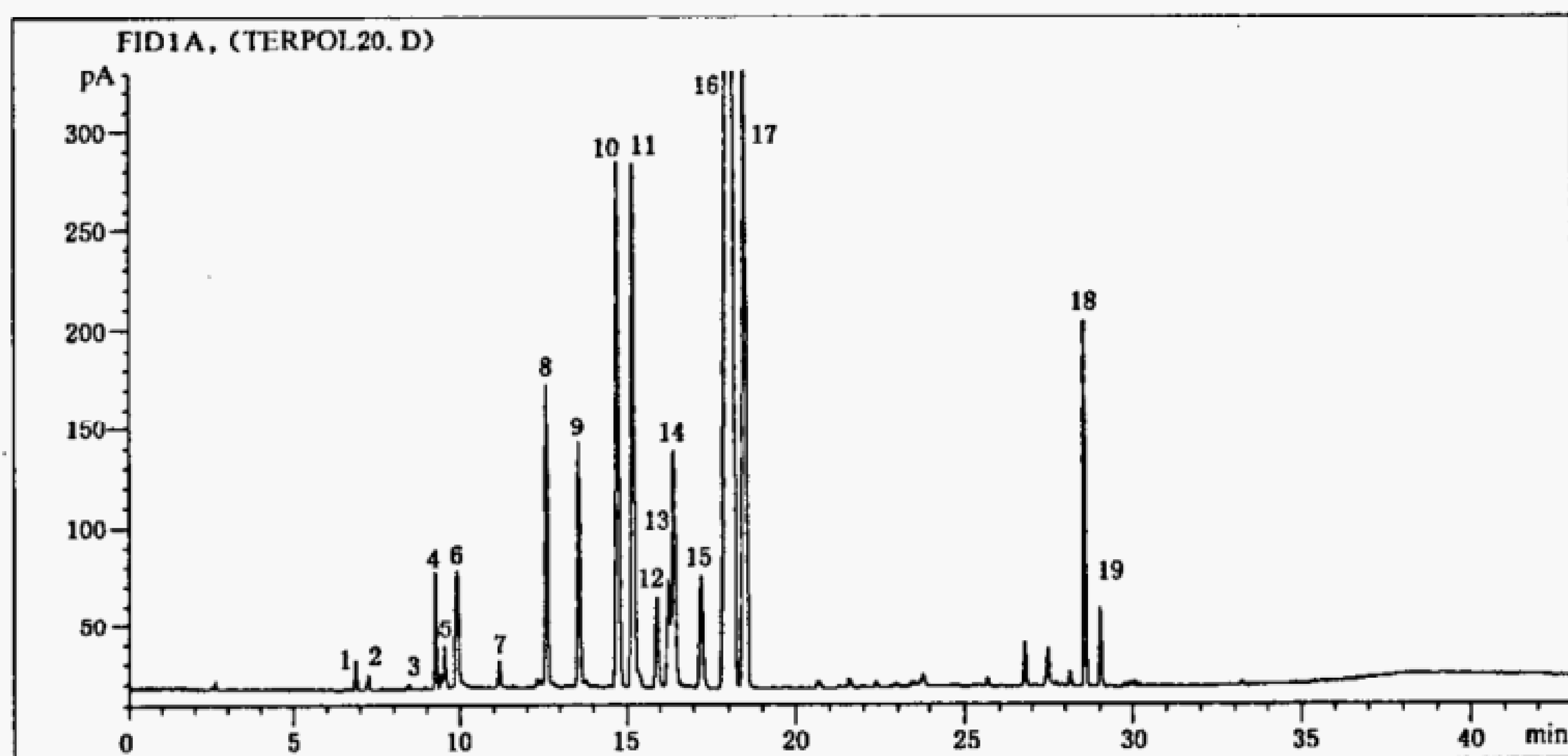


图 B2

- 1— α -萜烯(α -Pinene);
 2—莰烯(Camphene);
 3— β -月桂烯(β -Myrcene);
 4—1,4-桉叶素(1,4-Cineole);
 5—对-伞花烃(*p*-Cymen);
 6—柠檬烯+1,8-桉叶素;
 7— γ -松油烯(γ -Terpinene);
 8—异松油烯(α -Terpinolene);
 9—葑醇(Fenchol);
 10—1-松油醇(1-Terpinenol);
 11—反式- β -松油醇(trans- β -Terpineol);
 12—龙脑(Borneol);
 13—顺式- β -松油醇(cis- β -Terpineol);
 14—异龙脑(Isoborneol);
 15—4-松油醇(4-Terpineol);
 16— α -松油醇(α -Terpineol);
 17— γ -松油醇(γ -Terpineol);
 18—长叶烯(Longifolene);
 19— β -石竹烯(β -Caryophyllene)

样品:85%松油。

色谱柱:石英毛细管柱,长度 30 m,内径 0.32 mm。

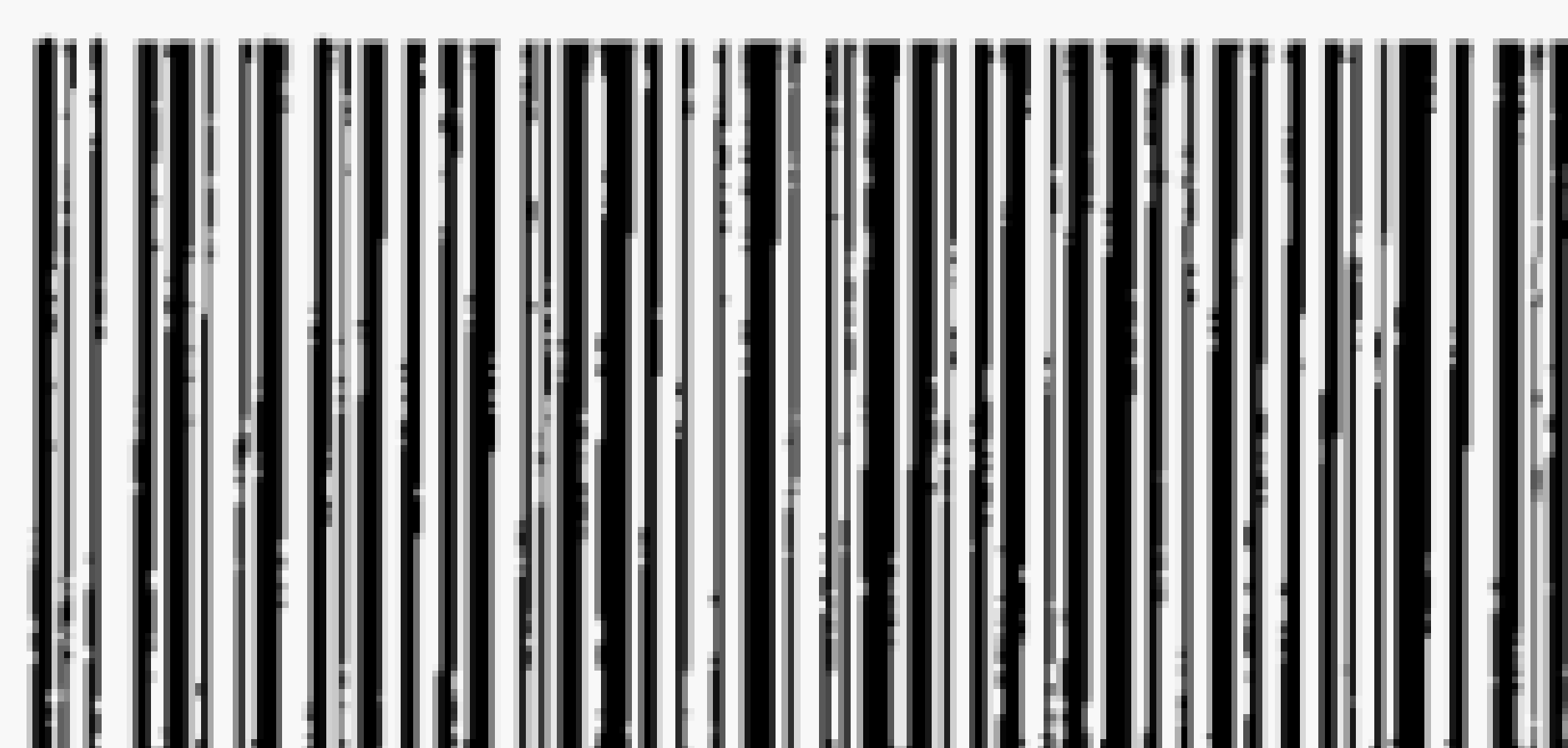
固定相:聚甲基苯基乙烯基硅氧烷(SE-54)。

进样量:0.1 μ L,分流比:1:50。

柱温:三阶线性程序升温,初始温度 70℃至 120℃,速率 1.5℃/min;从 120℃至 160℃,速率 5℃/min;从 160℃至最后温度 220℃,速率 10℃/min;220℃时停留 5 min。

进样口温度:250℃,检测器温度:280℃。

检测器:FID,载气:氮气,流量:1.0 mL/min。



SN/T 1098-2002

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-14481