МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 22972—2014

Масла эфирные

АНАЛИЗ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА ХИРАЛЬНЫХ КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ

Общий метод

(ISO 22972:2004, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «ПАРФЮМТЕСТ» (АНО «ПАРФЮМТЕСТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 30 сентября 2014 г. № 70-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 13 октября 2014 г. № 1316-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 22972—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 22972:2004 «Масла эфирные. Анализ методом газовой хроматографии на хиральных капиллярных колонках. Общий метод» («Essential oils — Analysis by gas chromatography on chiral capillary columns — General method», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 217 «Косметика» Международной организации по стандартизации (ISO).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2004 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2015, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

В связи с тем, что описание методов анализа газовой хроматографии очень обширно, было решено разработать общие стандарты, предоставляющие информацию обо всех текущих параметрах (приборах, продуктах, методах, расчетных формулах и т. д.), а также краткую версию анализа (сокращенный анализ), касающуюся определения энантиомерного избытка или соотношения содержания в эфирных маслах хиральных соединений.

Данные вопросы рассмотрены в настоящем стандарте, основные положения которого имеют ссылку на ISO 7609.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

Масла эфирные

АНАЛИЗ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ НА ХИРАЛЬНЫХ КАПИЛЛЯРНЫХ КОЛОНКАХ

Общий метод

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

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общий метод анализа эфирных масел методом газовой хроматографии на хиральных капиллярных колонках для определения удельного энантиомерного избытка или разделения хиральных соединений, содержащихся в эфирных маслах.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 356, Essential oils — Preparation of test samples (Масла эфирные. Подготовка образцов для испытаний)

ISO 7609:1985, Essential oils — Analysis by gas chromatography on capillary columns — General method (Масла эфирные. Анализ методом газовой хроматографии на капиллярных колонках. Общий метод)

3 Основной принцип

Эфирное масло анализируют методом газовой хроматографии в соответствующих условиях на колонке подходящего диаметра и длины; внутренняя поверхность колонки предварительно должна быть пропитана либо связанной хиральной неподвижной фазой напрямую, либо носителем данной неподвижной фазы.

Другие искомые хиральные компоненты в эфирном масле идентифицируют относительно стандартных веществ и, при необходимости, с помощью измерения их индекса удерживания и определения относительного содержания энантиомеров компонента.

4 Реактивы и материалы

Во время проведения анализа при отсутствии иных указаний следует использовать исключительно реактивы известной степени чистоты.

4.1 Газ

4.1.1 Газ-носитель: водород, гелий, или азот, или любой другой газ в зависимости от вида используемого детектора.

Если применяют детектор, использующий газ-носитель, который не был предусмотрен, его необходимо занести в отчет о результатах анализа.

4.1.2 Газы для поддержания пламени в камере детектора: газы, соответствующие типу используемого детектора:

Издание официальное

- для пламенно-ионизационного детектора — воздух и водород высокой степени чистоты;
- масс-детектора — гелий высокой степени чистоты.

4.2 Стандартное вещество, соответствующее определяемым чистым и смешанным энантиомерам.

5 Оборудование

5.1 Хроматограф, оснащенный системой ввода, подходящим детектором и устройством термостатирования.

Системы ввода и детектирования должны быть оснащены устройствами независимого регулирования соответствующих температур.

5.2 Капиллярная колонка из инертного материала с внутренним диаметром, меньшим или равным 0,53 мм, и длиной от 10 до 60 м.

Примечание — Типичные хиральные неподвижные фазы основаны на замещенных β-циклодекстринах [например, содержание 10 % 1,3,6-метилированного β-циклодекстрина в OV 101® (метилсиликоновое масло)].

5.3 Записывающее устройство и электронный интегратор.

6 Подготовка пробы для анализа

Метод подготовки пробы для анализа приведен в ISO 356.

Могут потребоваться следующие специальные процедуры подготовки проб для анализа:

- выборочный перенос подходящего(их) компонента(ов) (например, линейная двухмерная хроматография или улавливание);
- получение производных до ввода.

В этом случае такая процедура должна быть предусмотрена в стандарте на соответствующее эфирное масло.

7 Рабочий режим

7.1 Температурный режим термостата

Температурный режим термостата должен регулироваться таким образом, чтобы была достигнута требуемая производительность (см. 8.1).

7.2 Расход газа-носителя

Скорость потока должна регулироваться таким образом, чтобы была достигнута требуемая производительность (см. 8.1).

7.3 Расход газов для поддержания пламени в камере детектора

Для достижения оптимальных характеристик детектора необходимо обратиться к его заводской инструкции по применению.

8 Режим работы колонки

8.1 Эффективность колонки

Определяют эффективность колонки по наименее удерживаемому энантиомеру выбранного стандартного вещества (см. 4.2) по методу, описанному в ISO 7609.

Эффективность должна составлять как минимум 25 000 теоретических тарелок.

Примечание — Использование двухмерной хроматографической системы может предусматривать определение оптимального значения параметров программирования температуры для каждого искомого компонента (или класса химических веществ), для достижения надлежащего разделения при меньшей продолжительности анализа. В таком случае эффективность может быть ниже 25 000 теоретических тарелок.

8.2 Расщепление и разделение

Определяют разделение с помощью ввода некоторого количества выбранного стандартного вещества (4.2) в условиях проведения анализа. Проводят расчеты в соответствии с ISO 7609 (см. 8.3.1 и 8.3.2).

В ходе анализа ввод стандартного вещества не должен приводить к ухудшению свойств энантиомеров или какому-либо изменению их соотношения.

9 Определение индексов удерживания

Определение индексов удерживания проводят в соответствии с ISO 7609.

Примечание — При использовании двухмерной хроматографической системы определение индексов удерживания необязательно, если параметры элюирования на обоих хроматографах и разделение энантиомеров соответствуют этим же показателям стандартных веществ в рамках случайной погрешности.

10 Определения энантиомерного избытка или соотношения энантиомеров

Необходимо использовать параметры температуры и скорости потока, применяемые при испытании эффективности колонки (см. 8.1). Как только температурный режим колонки стабилизировался, нужно ввести соответствующее количество исследуемого вещества.

По полученной хроматограмме эфирного масла следует проверить результаты, используя показатели интегратора, на соответствие допустимым уровням, установленным в стандартах в отношении соответствующего эфирного масла.

В частности, при использовании одномерной хроматографической системы рекомендуется удостовериться всеми доступными способами (например, с помощью масс-детектора) в отсутствии коэлюции искомых веществ.

11 Представление результатов

11.1 Общие положения

Результаты представляют либо в виде энантиомерного избытка, либо в виде данных о соотношении энантиомеров с учетом требований стандарта для соответствующего эфирного масла.

11.2 Энантиомерный избыток *E*

Следует определить энантиомерный избыток *E* по площади каждого из энантиомерных пиков:

$$E_x = \frac{(A_{max} - A_{min})}{(A_{max} + A_{min})} \cdot 100,$$

где x = (R), если A_{max} относится к (R)-энантиомеру;

x = (S), если A_{max} относится к (S)-энантиомеру;

A_{max} — наибольшая площадь пика;

A_{min} — наименьшая площадь пика.

11.3 Соотношение энантиомеров

$$(R)\% = \frac{A(R)}{A(R) + A(S)} \cdot 100,$$

$$(S)\% = \frac{A(S)}{A(R) + A(S)} \cdot 100,$$

где A(R) — площадь пика (R)-энантиомера;

A(S) — площадь пика (S)-энантиомера.

В случае, если энантиомерный избыток или соотношение энантиомеров больше 95 % или 97,5 % соответственно, рекомендуется обратить особое внимание на выбор параметров интегрирования для минимизации погрешности при количественной оценке энантиомера с наименьшим содержанием. Количество данного компонента определяется по возможности в условиях приемлемого хроматографического разделения.

12 Отчет о результатах анализа

Отчет о результатах анализа представляют в соответствии с ISO 7609.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 356	IDT	ГОСТ ISO 356—2014 «Масла эфирные. Подготовка проб для испытаний»
ISO 7609:1985	IDT	ГОСТ ISO 7609—2014 «Масла эфирные. Анализ методом газовой хроматографии на капиллярных колонках. Общий метод»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов: - IDT — идентичные стандарты.		

УДК 665.58:006.354 МКС 71.100.60

Ключевые слова: эфирные масла, газовая хроматография, хиральные капиллярные колонки

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 30.09.2019. Подписано в печать 04.10.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,60.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
www.jurisizdat.ru y-book@mail.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru