

B 72

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0513—95

出口天然冬青油中水杨酸甲酯含量 测定方法 气相色谱法

Natural wintergreen oil for export—Determination of methyl
salicylate content —Gas chromatographic method

1995-12-15 发布

1996-05-01 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

出口天然冬青油中水杨酸甲酯含量 测定方法 气相色谱法

SN/T 0513—95

Natural wintergreen oil for export—Determination of methyl
salicylate content —Gas chromatographic method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了天然冬青油主成分——水杨酸甲酯含量的气相色谱测定方法。

本标准适用于从石南科植物冬青树叶片和嫩枝中采用水蒸气蒸馏法所获得的粗制和精制天然冬青油的质量分析。

2 引用标准

GB 2307 气相色谱分析法标准格式

GB/T 11538 精油 毛细管柱气相色谱分析通用法

GB/T 14455.2 精油 取样方法

3 方法提要

在规定的色谱条件下,注入微量待测样品,与典型天然冬青油色谱峰对照,由保留时间确定水杨酸甲酯峰,采用面积归一化法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

无水硫酸钠或无水硫酸镁,经 700℃灼烧 3h,放入干燥器中冷却备用。

4.2 燃烧气及辅助气体¹⁾

4.2.1 燃烧气:氢气²⁾,纯度 99.99%或由氢气发生器电解水产生。

4.2.2 载气:氮气,纯度 99.99%。

4.2.3 助燃气:压缩空气。

注:1) 氢气、压缩空气需干燥处理。

2) 使用氢气时,要严格遵守易燃易爆气体使用安全规则。

5 仪器和用具

5.1 气相色谱仪:带分流/不分流进样装置;程序升温装置;氢火焰离子化检测器。

5.2 色谱柱:弹性石英毛细管柱,柱长 25~50m,内径 0.2~0.3mm,固定相 OV-101(二甲基硅酮),柱效能按 GB 11538 中 8.1 条与 8.2 条指定的方法试验,并符合要求。

5.3 记录仪和电子积分仪,其功能应与仪器的其余部分相适应。

5.4 进样器:微量注射器,1μL~5μL(分度值 1/10μL)。

6 试样的制备

按 GB/T 14455.2 中的规定制备。

注：必要时，可用无水硫酸钠或无水硫酸镁(4.1)干燥。

7 操作程序

7.1 色谱条件(线性程序升温)：

色谱柱起始温度：80℃，保持 1min；

升温速率：3~5℃/min；

柱温：200℃，保持 5min；

检测器温度：250℃；

载气流速：50mL/min；

补偿气流速：50mL/min；

分流比：1：100；

氢气流速：45mL/min；

空气流速：450~500mL/min；

进样量：0.3~0.5μL。

7.2 测定

在 7.1 条给定的条件下，定量注入 0.3~0.5μL 样品，记录水杨酸甲酯及其微量杂质峰的峰面积。

天然冬青油中水杨酸甲酯峰在 7.1 条给定条件下的保留时间为 14.47±0.3min。

天然冬青油典型毛细管柱气相色谱分离图见附录 A(参考件)。

8 结果的计算与报告

8.1 结果的计算

样品中水杨酸甲酯百分含量可用色谱数据处理机按面积归一化法直接给出。该峰面积的百分比即为其样品中水杨酸甲酯含量。若用记录仪记录，则用下式计算：

$$P(\%) = \frac{A}{\sum A_i} \times 100$$

式中：P——天然冬青油中水杨酸甲酯的百分含量；

A——水杨酸甲酯的峰面积；

$\sum A_i$ ——天然冬青油中主要组分及杂质峰峰面积总和。

8.2 结果的报告

对精密度符合第 9 章要求的结果，取平行试验结果的算术平均值作结果报告。

分析结果数值修约至小数点后第二位。

9 精密度

用以下数值来判断结果的可靠性(95%置信概率)。

9.1 重复性 r：

同一样品连续两次测得的两个结果之间的差值小于或等于 0.20，取平均值为最终值。如果超过，则测定精密度不合格，要查明原因，重做试验。

9.2 再现性 R：

同一样品在不同试验室测得的两个结果之间的差值如大于 0.50，则认为该两结果可疑，需查找原因，重做试验。

附录 A
天然冬青油典型气相色谱图
(参考件)

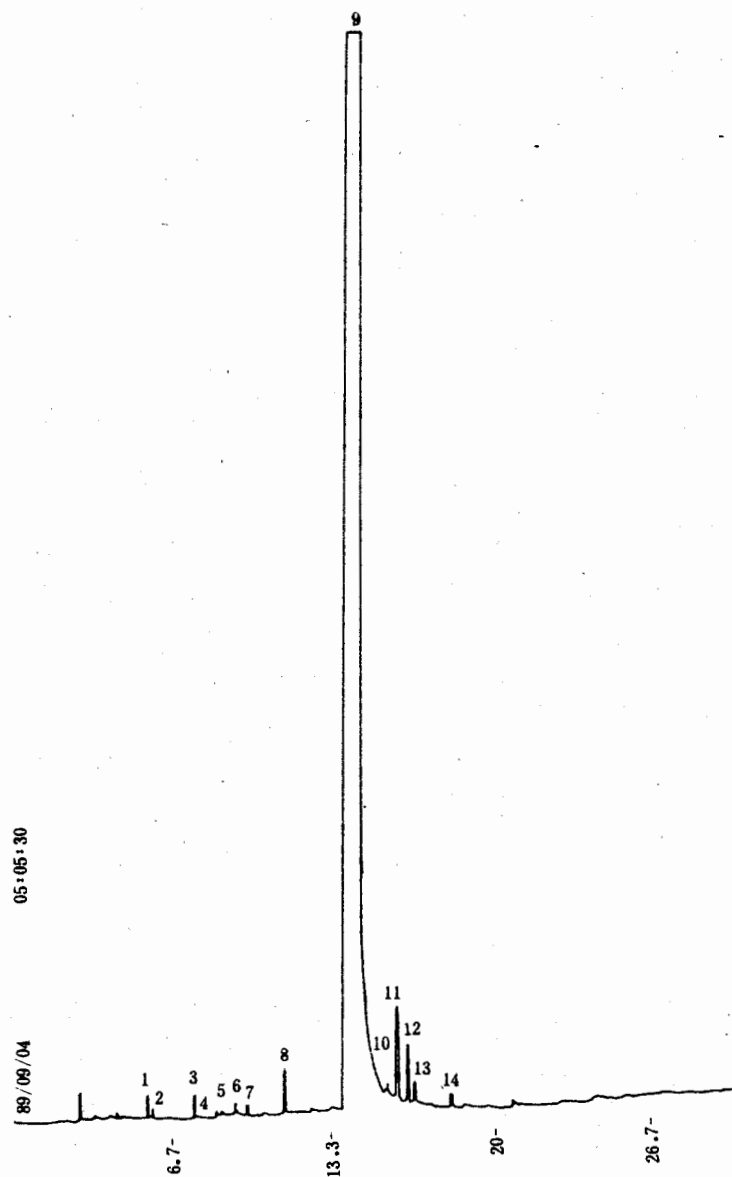


图 A1

气相色谱条件:

样品:天然冬青油。

柱:毛细管柱,柱长 25~50m,内径 0.2~0.3mm。

固定相:OV-101。

色谱炉温度:线性程序升温,从 80℃至 200℃。

速率:3~5℃/min。

进样口温度:200℃。

检测器温度:250℃。

载气流速:氮气 50mL/min。

检测器:氢火焰离子化检测器。

进样量:0.3~0.5μL。

纸速:2.5mm/min。

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云南进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人:句赤江、张东葵、马晓刚、肖清、何静。