МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 11024-2— 2015

МАСЛА ЭФИРНЫЕ

Общее руководство по хроматографическим профилям

Часть 2

Применение хроматографических профилей проб эфирных масел

(ISO 11024-2:1998, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, 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 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 22 июля 2015 г. № 78-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
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 августа 2015 г. № 1199-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 11024-2—2015 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2017 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 11024-2:1998 «Масла эфирные. Общее руководство по хроматографическим профилям. Часть 2. Применение хроматографических профилей образцов эфирных масел» («Essential Oils – General guidance on chromatographic profiles – Part 2: Utilization of chromatographic profiles of samples of essential oils», IDT).

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

6 Некоторые элементы настоящего стандарта могут являться объектом патентных прав

7 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2016

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

Международный стандарт ISO 11024-2 разработан техническим комитетом ISO/TC 54 «Эфирные масла».

Международный стандарт ISO 11024 состоит из следующих частей под общим наименованием «Масла эфирные. Общее руководство по хроматографическим профилям»:

- Часть 1: Подготовка хроматографических профилей для представления в стандартах;
- Часть 2: Применение хроматографических профилей проб эфирных масел.

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

Общее руководство по хроматографическим профилям

Часть 2

Применение хроматографических профилей проб эфирных масел

Essential Oils. General guidance on chromatographic profiles. Part 2.
Utilization of chromatographic profiles of samples of essential oils

Дата введения — 2017–01–01

1 Область применения

В настоящем стандарте описаны общие рекомендации по определению соответствия хроматографического профиля пробы эфирного масла контрольному хроматографическому профилю, представленному в стандарте на это масло.

Примечание – См. также ISO 11024-1 [1)].

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного документа, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного документа (включая его изменения).

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **репрезентативные компоненты** (representative components): Компоненты, присутствующие во всех пробах эфирного масла, вне зависимости от доли.

Пример – Гернилформиат, изоментон, цитронеллол, гераниол и др. являются репрезентативными компонентами для эфирных масел герани.

3.2 **характерные компоненты** (characteristic components): Один или более репрезентативных компонентов, концентрация которых является характерной для данного эфирного масла.

Примечание – Концентрация может быть нулевой.

Примеры

В Africa geranium гвайа-6,9-диен присутствует в незначительном количестве, а в Bourbon geranium – в большом.

10-эпи-гамма-эудесмол отсутствует в Bourbon geranium и присутствует в Africa geranium.

В лаванде камфора присутствует в количестве менее 0,5 %.

3.3 **типичная хроматограмма** (typical chromatogram): Графическое изображение, полученное путем инъекции в хроматограф пробы эфирного масла, которое считается показательным для производства, наряду с технологическими условиями, при которых был получено масло.

[1)] ISO 11024-1, Essential oils – General guidance on chromatographic profiles – Part 1: Preparation of chromatographic profiles for presentation in standards (Масла эфирные. Общее руководство по хроматографическим профилям. Часть 1: Применение хроматографических профилей для представления в стандартах).

Издание официальное

Примечание – Хроматограмма предоставляется исключительно в ознакомительных целях.

3.4 **хроматографический профиль** (chromatographic profile): Перечень компонентов эфирного масла, выбранных из репрезентативных и характерных, а также предельные значения концентрации каждого из них, и, возможно, отношения таких концентраций.

4 Сущность метода

Пробу эфирного масла анализируют с помощью газовой хроматографии на капиллярной колонке.

На полученной хроматограмме находят те пики эфирного масла, которые считают репрезентативными и характерными. Их сравнивают с пиками, указанными в разделе «Хроматографический профиль», в стандарте, касающегося изучаемого эфирного масла.

Используя результаты, полученные непосредственно с помощью системы обработки данных, контролируют соответствие минимальных и максимальных концентраций (или отношений концентраций) этих репрезентативных и характерных компонентов.

5 Стандартный раствор сравнения

Следуя рекомендациям ISO 7609, готовят стандартный раствор сравнения, смешивая 1 $см^3$ гексана и базовых веществ соответствующих репрезентативным и характерным компонентам, определенным в разделе «Хроматографический профиль» стандарта, касающегося изучаемого эфирного масла.

6 Оборудование

6.1 Газовый хроматограф с инжектором, с возможностью деления потока и капиллярной колонкой.

6.2 Пламенно-ионизационный детектор.

6.3 Система обработки данных (интегратор, калькулятор и пр.) в соответствии с указаниями, приведенными в ISO 7609.

Работоспособность устройства проверяют при помощи испытания, описанного в разделе 7.

7 Работа устройства

7.1 Общая информация

Собирают устройство, состоящее из хроматографа и системы обработки данных (см. 6.3) таким образом, чтобы оно правильно выделяло и элюировало все летучие компоненты эфирного масла. Хроматографический профиль, полученный при испытании тестовой смеси, приведенной в таблице 1, должен отвечать хроматографическому профилю, определенному межлабораторными испытаниями (см. таблицу 2).

7.2 Подготовка и состав стандартной тестовой смеси

Готовят стандартную тестовую смесь, как указано в таблице 1.

Таблица 1 — Подготовка и состав стандартной тестовой смеси

Наименование вещества	Регистрационный номер CAS[a)]	Регистрационный номер EINECS[b)]	Минимальная степень чистоты	Массовая доля, %
n-Гексанол	111-27-3	203-852-3	99 %	0,80
α-Пинен	7785-70-8	232-087-8	99 %	5,00
1,8-Цинеол (эвкалиптол)	470-82-6	207-431-5	99,5 %	50,00
Линалоол	78-70-6	201-134-4	99 %	10,00
n-Деканаль[c)]	112-31-2	203-957-4	98 %	0,20
Линалилацетат	115-95-7	204-116-4	99 %	25,00
Эвгенол	97-53-0	202-589-1	99 %	3,00
β-Кариофиллен	87-44-5	201-746-1	99 %	5,00
Бензилсалицилат	118-58-1	204-262-9	99 %	1,00

[a)] Регистрационный номер Химической реферативной службы.
[b)] Регистрационный номер в Европейском реестре выпускаемых промышленных химических веществ.
[c)] Свежедистиллированный и/или химически стабилизированный.

Проверяют чистоту каждого компонента с использованием газовой хроматографии и стандартных физико-химических методов.

Хранят смесь в запечатанных бутылках в темном месте при температуре от минус 5 °С до 5 °С. При соблюдении этих условий смесь может храниться не менее года.

7.3 Проведение испытания

Выполняют хроматографический анализ тестовой смеси, которую вводят при обычных рабочих условиях для эфирных масел в лаборатории.

7.4 Результаты

Результаты получают напрямую от системы обработки данных.

Полученные данные, в процентном выражении, не должны выходить за пределы границ, указанных в таблице 2.

Таблица 2 — Хроматографический профиль стандартной тестовой смеси

Наименование вещества	Минимальное значение, %	Максимальное значение, %
n-Гексанол	0,65	0,75
α-Пинен	5,85	6,25
1,8-Цинеол (эвкалиптол)	49,0	50,5
Линалоол	10,10	10,50
n-Деканаль	0,15	0,20
Линалилацетат	22,80	23,50
Эвгенол	2,50	2,75
β-Кариофиллен	5,85	6,30
Бензилсалицилат	0,75	0,95
Соотношение *n*-гексанола и бензил салицилата	0,75	0,95

Для пикового значения *n*-деканаля соотношение сигнал/шум должно превышать 100. Соотношение можно вычислить следующим образом:

- сигналом является высота пика деканаля;
- шумом является половина разницы между максимальным и минимальным значением сигнала в отсутствии пика в течение 30 с.

8 Подготовка пробы для испытания

Выполняют действия согласно методу, указанному в ISO 356.

9 Определение и отбор репрезентативных и характерных компонентов эфирного масла

Находят на хроматограмме изучаемого эфирного масла те пики, которые соответствуют репрезентативным и характерным компонентам, определенным в стандартном хроматографическом профиле.

Это можно осуществить различными способами, например, используя один или несколько следующих методов:

- сравнение с типичной хроматограммой, полученной на хроматографической колонке, имеющей такое же строение;
- использование добавок;
- использование индекса удерживания;
- соединение с масс-спектрометром.

В качестве альтернативы используют стандартный раствор сравнения, как изложено ниже.

Вводят стандартный раствор сравнения. Получают хроматограмму А. Определяют пики, полученные как зависимость порядка их элюирования и их площадей, которые должны приблизительно соответствовать концентрациям, используемым для приготовления стандартного раствора сравнения.

Примечание – Порядок элюирования приведен посредством данных (в таблице) типичных хроматограмм, полученных с помощью различных колонок.

Вводят при таких же условиях проведения испытания пробу эфирного масла, качество которого должно быть проверено. Получают хроматограмму В.

С помощью времени удержания, считанного на хроматограмме А, располагают на хромато-

грамме В пики, соответствующие репрезентативным и характерным компонентам. Все репрезентативные компоненты должны быть представлены в пробе изучаемого эфирного масла.

10 Контроль концентрации репрезентативных и характерных компонентов

Используя информацию, полученную с помощью системы обработки данных (представленную на хроматограмме В), и метод нормализации площади пика (метод внутренней нормализации в соответствии с ISO 7609), проверяют, чтобы концентрации (принятые равным, в процентном отношении, площадям пика, принимаемым во внимание) или отношения концентраций не выходили за пределы минимальных и максимальных значений, определенных в разделе «Хроматографический профиль» стандарта на изучаемое эфирное масло.

11 Обработка результатов

Хроматографический профиль представляют в виде перечня репрезентативных и характерных компонентов, обнаруженных в пробе изучаемого эфирного масла, сопровождаемыми их концентрациями, которые были установлены с помощью метода нормализации. Отношения этих концентраций также могут быть вычислены.

12 Протокол испытания

В протоколе испытания указывают используемый метод и полученные результаты. Также описывают все рабочие условия, не упомянутые в настоящем стандарте, или те, которые считают необязательными, наряду с описанием любых воздействий, которые могли повлиять на результат.

Протокол испытания должен включать всю информацию, необходимую для полной идентификации пробы.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов ссылочным 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	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 IDT

Ключевые слова: эфирные масла, хроматографический профиль, применение хроматографического профиля

Редактор *М.И. Максимова*
Корректор *Ю.М. Прокофьева*
Компьютерная верстка *А.В. Балвановича*

Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 38 экз. Зак. 3693.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru