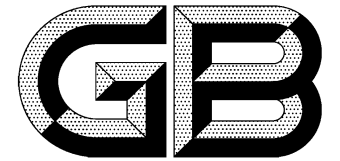


ICS 65.160
X 87



中华人民共和国国家标准

GB/T 31758—2015

GB/T 31758—2015

烟叶和烟叶提取物中茄尼醇的测定 高效液相色谱法

Determination of solanesol in tobacco leaves and the extracts of tobacco leaves—
High performance liquid chromatography method

中华人民共和国
国家标准
烟叶和烟叶提取物中茄尼醇的测定
高效液相色谱法
GB/T 31758—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

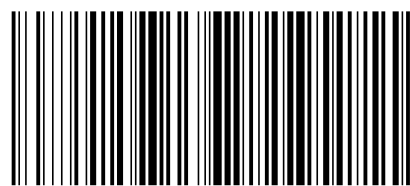
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字
2015年7月第一版 2015年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-51218 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 31758—2015

2015-07-03 发布

2015-11-02 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国烟草标准化技术委员会(SAC/TC 144)归口。

本标准起草单位：福建省农业科学院中心实验室、福建省三明金叶复烤有限公司、福建中烟工业有限责任公司、陕西中烟工业有限责任公司。

本标准主要起草人：潘葳、刘文静、罗钦、张望兴、谢卫、刘泽春、黄朝章、张建平、雷东锋、王健强、涂杰峰、余华。

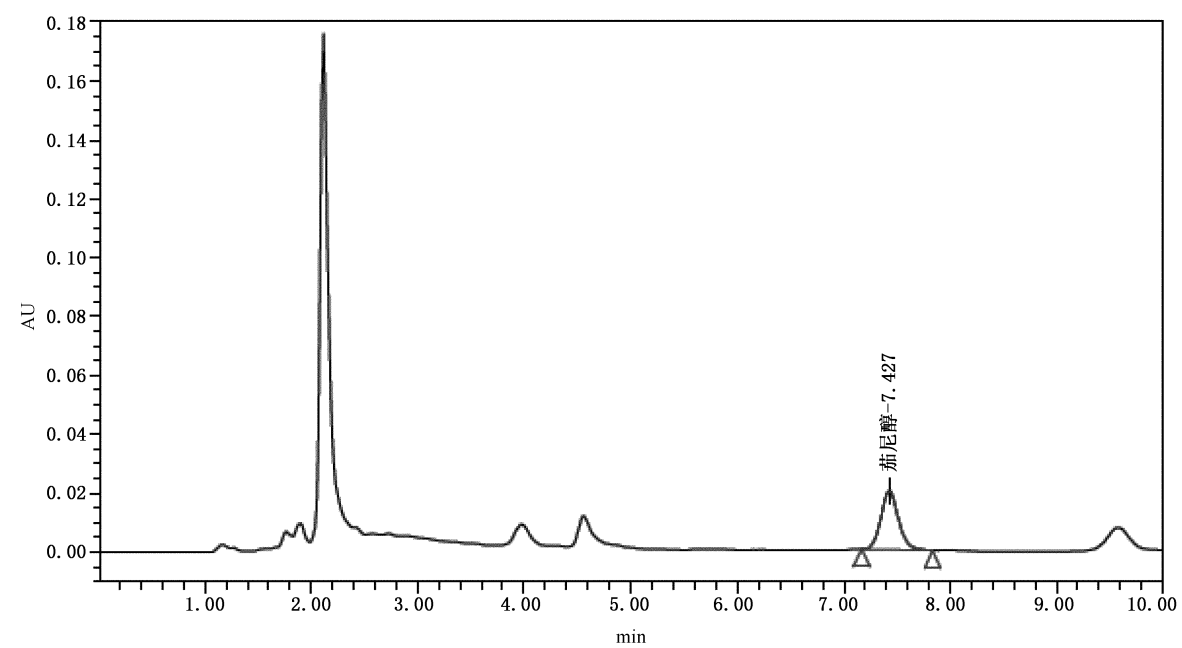


图 A.3 烟膏试样色谱图

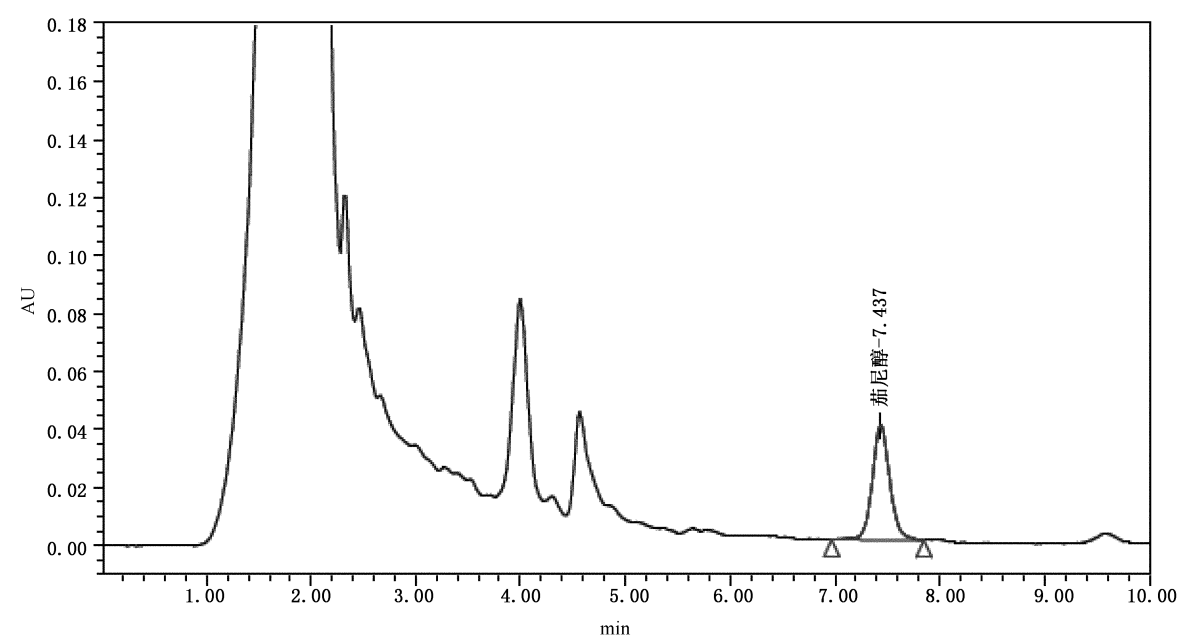


图 A.4 提取液试样色谱图

待测样液中茄尼醇的响应值应在标准曲线范围内,超过线性范围则应稀释后再进行分析。分析过程中,每 20 次样品测定后应加入一个与样品峰面积相近的标准工作液,如果测得的值与原值相对平均偏差超过 5%,则应重新进行标准曲线的制作。标准样品及典型样品色谱图参见附录 A。

7 结果计算与表示

7.1 结果计算

烟叶干基中茄尼醇的含量按式(1)进行计算,烟叶提取物中茄尼醇的含量按式(2)进行计算:

$$\text{烟叶: } X = \frac{c \times V \times f}{m \times (1 - w)} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{烟叶提取物: } X = \frac{c \times V \times f}{m} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——试样干基中茄尼醇的含量(以质量分数计),单位为毫克每克(mg/g);

c ——由标准工作曲线得出的茄尼醇浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样最终定容体积,单位为毫升(mL);

f ——试样稀释倍数,测定烟叶、烟膏 $f=25$;测定提取液 $f=1$;

m ——试样质量,单位为克(g);

w ——烟叶试样水分的质量分数。

7.2 结果表示

测定结果以平行测定的算术平均值表示,计算结果保留两位有效数字。两次平行测定结果的相对平均偏差不应超过 5%。

8 精密度和回收率

本方法的精密度和回收率试验结果参见附录 B。

9 检验报告

检验报告应包括以下内容:

——识别被测试样需要的所有信息;

——依据本标准方法(本标准编号);

——茄尼醇的测定结果;

——实验日期;

——测定人员。

此外,还需说明使用的方法,还应包括本标准未规定的或选择性的条件,以及可能影响结果的其他条件。测试报告应包括试样的唯一性资料。

烟叶和烟叶提取物中茄尼醇的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了烟叶及烟叶提取物中游离茄尼醇和总茄尼醇含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于烟叶及烟叶提取物中游离茄尼醇和总茄尼醇含量的测定。

本方法测定烟叶中游离茄尼醇和总茄尼醇含量的检出限为 0.001 3 mg/g,定量限为 0.004 3 mg/g;烟膏中游离茄尼醇和总茄尼醇含量的检出限为 0.013 mg/g,定量限为 0.043 mg/g;提取液中游离茄尼醇和总茄尼醇含量的检出限为 0.000 052 mg/g,定量限为 0.000 17 mg/g。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

YC/T 31 烟草及烟草制品 试样的制备和水分测定 烘箱法

3 原理

用正己烷提取烟叶中游离茄尼醇,用水除去杂质,离心分离,取上层溶液用流动相稀释定容,经微膜过滤后高效液相色谱仪测定,外标法定量。测定总茄尼醇时需用氢氧化钠皂化以释放出结合态的茄尼醇。

4 试剂与材料

4.1 正己烷(C_6H_{14})。

4.2 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

4.3 异丙醇($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$):色谱纯。

4.4 氢氧化钠(NaOH)。

4.5 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{O}$)。

4.6 茄尼醇标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

4.7 NaOH 乙醇溶液(0.02 mol/L):称取 0.4 g 氢氧化钠(4.4),溶于无水乙醇(4.5),用无水乙醇稀释至 500 mL,贮存于聚乙烯瓶中,旋紧瓶盖。

4.8 流动相:甲醇(4.2):异丙醇(4.3)=70:30(体积比),使用前经滤膜(5.1)过滤。

4.9 茄尼醇标准储备溶液(0.50 mg/mL):称取 50 mg 茄尼醇标准品(4.6),置于 100 mL 容量瓶(5.9)中,精确至 0.000 1 g,用正己烷(4.1)溶解并定容至刻度,混匀。标准储备溶液避光保存于 4 °C 冰箱备用,有效期 3 个月。

4.10 茄尼醇系列标准工作溶液:分别准确移取 0.1 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL、4 mL、5 mL 茄尼醇标准储备溶液(4.9)于不同的 50 mL 容量瓶(5.9)中,用流动相(4.8)稀释并定容至刻度,摇匀,得到茄尼醇系