

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9653 : 2013**

**ISO 7609 : 1985**

Xuất bản lần 1

**TINH DẦU –  
PHÂN TÍCH BẰNG SẮC KÝ KHÍ TRÊN CỘT MAO QUẢN –  
PHƯƠNG PHÁP CHUNG**

*Essential oils - Analysis by gas chromatography on capillary columns - General method*

HÀ NỘI - 2013

**Lời nói đầu**

TCVN 9653:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 7609:1985;

TCVN 9653:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/F2  
*Dầu mỡ động vật và thực vật* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường  
Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

### **Lời giới thiệu**

Phần mô tả đối với các phương pháp phân tích bằng sắc ký khí rất dài, do đó một mặt cần thiết lập các phương pháp chung, trong đó đưa ra các thông tin chi tiết về tất cả các thông số chung, thiết bị, dụng cụ, sản phẩm, phương pháp, công thức v.v... và mặt khác xây dựng các tiêu chuẩn có thông tin ngắn gọn về phương pháp xác định các thành phần cụ thể trong tinh dầu, trong đó đưa ra các điều kiện thao tác cụ thể.

Các tiêu chuẩn cụ thể sẽ viện dẫn đến tiêu chuẩn này đối với phép phân tích trên cột mao quản hoặc viện dẫn đến TCVN 9652 (ISO 7359) đối với phép phân tích sắc ký trên cột nhồi.

## Tinh dầu – Phân tích bằng sắc ký khí trên cột mao quản – Phương pháp chung

*Essential oils – Analysis by gas chromatography on capillary columns –  
General method*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chung để xác định hàm lượng của thành phần đặc trưng và/hoặc nghiên cứu các đặc tính của tinh dầu bằng phân tích sắc ký khí trên cột mao quản.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 8443 (ISO 356), *Tinh dầu – Chuẩn bị mẫu thử*.

TCVN 9652 (ISO 7359), *Tinh dầu – Phân tích bằng sắc ký khí trên cột nhỏ – Phương pháp chung*.

### 3 Nguyên tắc

Phân tích một lượng nhỏ<sup>1)</sup> tinh dầu bằng sắc ký khí trên cột có đường kính nhỏ và dài, thành trong của cột đã được phủ trước đó bằng pha tĩnh quy định hoặc bằng chất nền (cột được phủ bên trong bằng chất nền) trong các điều kiện quy định.

Nhận biết các thành phần khác nhau dựa vào các chỉ số lưu của chúng, nếu cần.

Định lượng các thành phần đặc trưng bằng cách đo các diện tích pic.

### 4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và các sản phẩm mới được chưng cất, trừ khi có quy định khác.

<sup>1)</sup> Lấy cẩn thận để đảm bảo rằng phần mẫu thử được bơm vào không bão hòa cột.

## TCVN 9653:2013

**4.1 Khí mang:** hydro<sup>2)</sup>, heli hoặc nitơ, phù hợp với kiểu detector được sử dụng. Nếu sử dụng detector có yêu cầu khí mang khác các loại khí nêu trên thì phải có quy định cho loại khí đó.

**4.1.1 Khí phụ trợ:** các loại khí thích hợp với detector được sử dụng. Đối với detector ion hóa ngọn lửa thì không khí và hydro phải có độ tinh khiết cao.

**4.2 Sản phẩm dùng để kiểm tra độ trở hóa học của cột:** linalyl axetat, có độ tinh khiết ít nhất là 98 %.

**4.3 Sản phẩm dùng để kiểm tra hiệu quả của cột<sup>3)</sup>.**

**4.3.1 Linalol,** có độ tinh khiết ít nhất là 99 % xác định được bằng sắc ký.

**4.3.2 Metan,** có độ tinh khiết ít nhất là 99 % xác định được bằng sắc ký.

**4.4 Chất chuẩn,** tương ứng với thành phần cần xác định hoặc cần phát hiện. Chất chuẩn được xác định rõ trong từng tiêu chuẩn tương ứng.

### 4.5 Chất chuẩn nội

Chất chuẩn nội được quy định trong từng tiêu chuẩn tương ứng; chất chuẩn nội cần được rửa giải càng gần với thành phần cần xác định càng tốt và pic của chúng không được chồng lên pic của bất kỳ thành phần nào của tinh dầu.

**4.6 Alkan chuẩn,** có độ tinh khiết ít nhất là 95 % xác định được bằng sắc ký. Dài alkan chuẩn được sử dụng trong tiêu chuẩn cụ thể phụ thuộc vào các chỉ số lưu của các thành phần trong các điều kiện thử nghiệm.

CHÚ THÍCH Chỉ sử dụng alkan chuẩn khi đã xác định được chỉ số lưu.

### 4.7 Hỗn hợp thử nghiệm

Chuẩn bị hỗn hợp chứa các lượng bằng nhau của:

- limonen,
- axetophenon,
- linalol,
- linalyl axetat,
- naphthalen,
- alcohol cinnamic.

<sup>2)</sup> Cần tuân thủ nghiêm ngặt các quy định an toàn khi sử dụng khí này.

<sup>3)</sup> Có thể sử dụng các sản phẩm khác để kiểm tra hiệu quả của cột, chúng sẽ được quy định trong từng tiêu chuẩn tương ứng.

Tất cả các thuốc thử này phải có độ tinh khiết ít nhất là 95 % khi được xác định bằng sắc ký.

CHÚ THÍCH Có thể sử dụng các sản phẩm khác, nếu được quy định trong các tiêu chuẩn cụ thể.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Máy sắc ký, được gắn với bộ bơm đặc biệt dùng cho cột mao quản, cho phép bơm các lượng  $10^{-6}$  g, có detector thích hợp và bộ cài đặt chương trình nhiệt độ. Hệ thống bơm và detector phải phù hợp với bộ phận để kiểm soát độc lập nhiệt độ tương ứng của chúng.

5.2 Cột, được làm bằng vật liệu trơ (ví dụ thủy tinh hoặc thép không gỉ, silica hoặc silica nung chảy), có đường kính trong từ 0,2 mm đến 0,5 mm và có chiều dài từ 15 m đến 100 m.

Bản chất của pha tĩnh được quy định trong từng tiêu chuẩn tương ứng. Hiện nay các pha tĩnh được sử dụng nhiều nhất là methyl- hoặc phenylpolysiloxan và các polyetyleneglycol có các nhóm hydroxy cuối cùng của chúng có thể là tự do hoặc đã este hóa.

5.3 Bộ ghi và bộ tích phân, tính năng của chúng phải tương thích với các bộ phận khác của thiết bị.

## 6 Chuẩn bị mẫu thử

Xem TCVN 8443 (ISO 356).

Nếu mẫu thử cần chuẩn bị đặc biệt trước khi bơm thì phải chỉ rõ trong tiêu chuẩn tương ứng.

## 7 Điều kiện vận hành

### 7.1 Nhiệt độ

Nhiệt độ của lò, hệ thống bơm mẫu và detector phải được quy định trong từng tiêu chuẩn tương ứng.

### 7.2 Tốc độ dòng khí mang

Điều chỉnh tốc độ dòng khí sao cho thu được hiệu quả cần thiết (xem 8.2).

### 7.3 Tốc độ dòng khí phụ trợ

Theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất để thu được độ nhạy tối ưu từ detector.

## 8 Tính năng của cột

### 8.1 Phép thử về độ trơ hóa học

Bơm một lượng linalyl axetat trong các điều kiện thử nghiệm (xem 7.1).

Chỉ thu được một pic (trong giới hạn xác định của độ tinh khiết).

## 8.2 Hiệu quả của cột

Xác định hiệu quả của cột từ pic linalol ở chế độ đẳng nhiệt 130 °C. Xác định số đĩa lý thuyết  $N$ , ít nhất là 25 000, theo công thức:

Công thức số 1: (xem Hình 1)

$$N = 16 \left( \frac{d'_r}{\omega} \right)^2$$

Công thức số 2:

$$N = 5,54 \left( \frac{d'_r}{b} \right)^2$$

Trong đó:

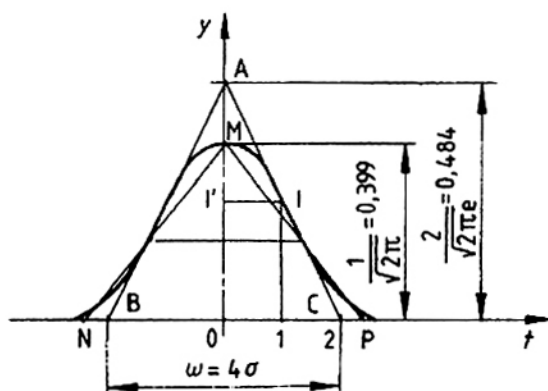
$d'_r$  là khoảng thời gian lưu giảm, biểu thị bằng đơn vị chiều dài (khoảng thời gian lưu của pic linalol trừ đi thời gian lưu của pic không khí hoặc pic metan ở 130 °C, có thể so sánh được với pic không khí);

$\omega$  là khoảng cách, biểu thị bằng đơn vị chiều dài giống như đơn vị của khoảng thời gian lưu, giữa hai điểm giao nhau của đường nền với hai đường tiếp tuyến ở điểm uốn của pic linalol;

$b$  là độ rộng pic của hợp chất quy định (linalol) tại nửa chiều cao pic, tính bằng milimet (mm).

Tốc độ của bộ ghi phải sao cho  $\omega$  ít nhất là 10 mm, để thu được độ chụm thích hợp.

Tốc độ của bộ ghi phải sao cho  $b$  ít nhất là 5 mm, để thu được độ chụm thích hợp.



Hình 1

### 8.3 Độ phân giải và độ tách

Để xác định độ phân giải và/hoặc độ tách, bơm một lượng thích hợp của hỗn hợp mẫu thử nghiệm (4.7) trong các điều kiện thử nghiệm.

#### 8.3.1 Xác định độ phân giải (xem Hình 2)

Tính hệ số phân giải,  $R$ , của hai pic gần nhau I và II, theo công thức sau:

$$R = 2 \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{\omega_{(I)} + \omega_{(II)}}$$

Trong đó:

$d_{r(I)}$  là khoảng thời gian lưu của pic I;

$d_{r(II)}$  là khoảng thời gian lưu của pic II;

$\omega_{(I)}$  là độ rộng chân của pic I;

$\omega_{(II)}$  là độ rộng chân của pic II.

Nếu  $\omega_{(I)} = \omega_{(II)}$  thì tính  $R$  theo công thức sau:

$$R = \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{\omega} = \frac{d_{r(II)} - d_{r(I)}}{4\sigma}$$

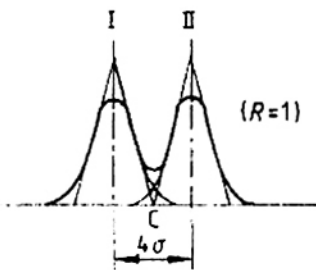
Trong đó  $\sigma$  là độ lệch chuẩn (xem Hình 1).

Nếu khoảng cách giữa hai pic,  $d_{r(II)} - d_{r(I)} = 4\sigma$  thì hệ số phân giải  $R = 1$  (xem Hình 2).

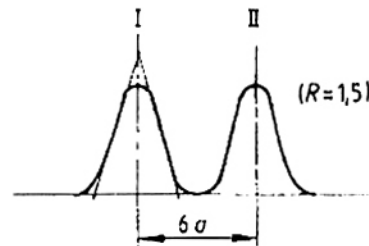
Nếu hai pic không phân giải hoàn toàn thì các đường tiếp tuyến của điểm uốn của hai pic gặp nhau ở điểm C. Để phân giải hoàn toàn, khoảng cách giữa các pic phải bằng:

$$d_{r(II)} - d_{r(I)} = 6\sigma$$

từ đó  $R = 1,5$  (xem Hình 3).



Hình 2

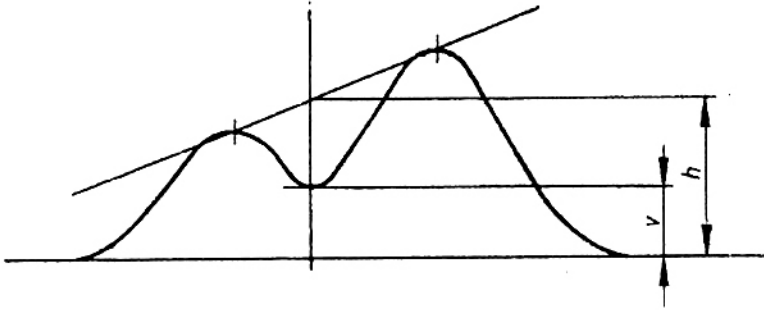


Hình 3



## 8.3.2 Xác định độ tách (xem Hình 4)

Vẽ đường thẳng nối các đỉnh của các pic có liên quan. Từ đường nền, dựng đường vuông góc qua điểm cực tiểu giữa hai pic. Đo khoảng cách,  $h$ , theo đường vuông góc này, giữa đường nền và điểm cắt với đường thẳng nối hai đỉnh pic.



Hình 4

Đo khoảng cách,  $v$ , theo đường vuông góc từ đường nền đến điểm uốn thấp nhất giữa hai pic.

Tính độ tách,  $p$ , biểu thị bằng phần trăm, theo công thức:

$$p = \frac{100(h-v)}{h}$$

## 8.3.3 Kiểm tra độ phân giải theo chương trình nhiệt độ

Sử dụng các điều kiện sau:

- cột dimethylpolysiloxan hoặc polyetylen glycol;
- nhiệt độ đã cài đặt theo chương trình từ 80 °C đến 220 °C, với tốc độ tăng nhiệt 2 °C/min hoặc 3 °C/min.

Tốc độ dòng khí mang phải cho phép rửa giải tất cả các thành phần của hỗn hợp thử nghiệm (4.7) và alkan chuẩn (4.6) cần thiết cho phép đo các chỉ số lưu của chúng, trước khi kết thúc chương trình nhiệt độ.

## 8.3.3.1 Bơm một lượng thích hợp của hỗn hợp thử nghiệm (4.7).

Trên sắc đồ thu được:

- a) trong trường hợp dùng cột dimethylpolysiloxan, các pic của limonen và axetophenon phải có độ tách ít nhất là 95 % (xem 8.3.2);

b) trong trường hợp dùng cột polyetylen glycol ( $M_r = 20\ 000$ ), các pic của linalol và linalyl axetat phải có độ tách ít nhất là 95 % (xem 8.3.2).

Nếu sử dụng cột nhồi khác được quy định trong tiêu chuẩn cụ thể thì cần phải theo tiêu chuẩn đó.

**8.3.3.2** Bơm một lượng thích hợp của hỗn hợp thử nghiệm (4.7) và tính các chỉ số lưu (xem Điều 9) của các thành phần hỗn hợp này.

Trong trường hợp dùng cột dimethylpolysiloxan thì sử dụng các alkan từ  $C_{10}$  đến  $C_{16}$ .

Trong trường hợp dùng cột polyetylen glycol ( $M_r = 20\ 000$ ) thì sử dụng các alkan từ  $C_{11}$  đến  $C_{24}$ .

Các chỉ số lưu phải chỉ rõ độ phân cực của cột so với các đặc tính cấu trúc khác nhau của các thành phần được phân tích.

Các kết quả thu được trên các cột khác nhau với cùng chất nhồi chuẩn có thể chấp nhận được nếu các chỉ số lưu của các thành phần trong hỗn hợp thử nghiệm chỉ khác nhau không đáng kể trên các cột khác nhau<sup>1)</sup>.

## 9 Xác định chỉ số lưu

Nếu cần xác định các chỉ số lưu thì chuẩn bị hỗn hợp của phần mẫu thử với alkan chuẩn gồm *n*-pentan. Chọn các alkan chuẩn phù hợp với dải chỉ số lưu dự kiến. Sau khi nhiệt độ của cột ổn định, bơm một lượng thích hợp của hỗn hợp và tiến hành phân tích theo các điều kiện quy định trong 10.1.1.

Thu được sắc đồ "B".

### 9.1 Đo chỉ số lưu

So sánh sắc đồ "A" (xem 10.1.1) và sắc đồ "B" (xem Điều 9) và ghi lại pic tương ứng với alkan chuẩn trên sắc đồ "B".

Trên sắc đồ "B", thực hiện các phép đo sau đây:

#### 9.1.1 Điều kiện đẳng nhiệt

Tính chênh lệch giữa các khoảng cách lưu của đỉnh pic cần xác định và đỉnh của pic metan. Độ chênh lệch này là  $d'_x$ , tính bằng milimet.

Tính độ chênh lệch giữa các khoảng cách lưu của đỉnh pic không khí và đỉnh pic alkan chuẩn xuất hiện ngay trước pic cần xác định. Độ chênh lệch này là  $d'_n$ , tính bằng milimet.

<sup>1)</sup> Giới hạn đối với các chênh lệch này sẽ được quy định sau.

## TCVN 9653:2013

Tính độ chênh lệch giữa khoảng cách lưu của đỉnh pic không khí và đỉnh pic alkan chuẩn xuất hiện ngay sau pic cần xác định. Độ chênh lệch này là  $d'_{n+1}$ , tính bằng milimet.

### 9.1.2 Quy trình sử dụng chương trình nhiệt độ tuyến tính từ quá trình bơm

Đo khoảng cách trên đường nền giữa đỉnh của pic có chỉ số lưu cần xác định và đỉnh của pic alkan chuẩn ( $n$  nguyên tử cacbon) xuất hiện ngay trước pic cần xác định. Khoảng cách này là  $\Delta_x$ , tính bằng milimet.

Đo khoảng cách trên đường nền giữa các đỉnh của các pic alkan chuẩn liên kế (với  $n$  nguyên tử cacbon và với  $n + 1$  nguyên tử cacbon xuất hiện ngay sau pic cần xác định). Khoảng cách này là  $\Delta_y$ , tính bằng milimet.

## 9.2 Tính chỉ số lưu

### 9.2.1 Trong điều kiện đẳng nhiệt

Tính chỉ số lưu,  $I$ , theo công thức:

$$I = 100 \frac{\log d'_x - \log d'_n}{\log d'_{n+1} - \log d'_n} + 100 n$$

Trong đó:

$d'_x$  là khoảng cách giữa đỉnh của pic có chỉ số lưu cần tính và đỉnh của pic không khí (hoặc pic metan) (xem 9.1.1), tính bằng milimet (mm);

$d'_n$  là khoảng cách giữa đỉnh của pic alkan chuẩn có  $n$  nguyên tử cacbon và đỉnh của pic metan (xem 9.1.1), tính bằng milimet (mm);

$d'_{n+1}$  là khoảng cách giữa đỉnh của pic alkan chuẩn có  $(n + 1)$  nguyên tử cacbon và đỉnh của pic metan (xem 9.1.1), tính bằng milimet (mm).

CHÚ THÍCH Công thức này chỉ có ý nghĩa nếu  $d'_{n+1} > d'_x > d'_n$ .

### 9.2.2 Quy trình sử dụng chương trình nhiệt độ tuyến tính từ quá trình bơm

Phép tính này chỉ có giá trị đối với các thành phần có thời gian lưu nằm trong vùng tuyến tính của chương trình nhiệt độ.

Tính chỉ số lưu,  $I$ , theo công thức:

$$I = 100 \frac{\Delta_x}{\Delta_y} + 100 n$$

Trong đó:

$\Delta_x$  là khoảng cách giữa đỉnh của pic có chỉ số lưu cần tính và đỉnh của pic alkan chuẩn có  $n$  nguyên tử cacbon (xem 9.1.2), tính bằng milimet (mm);

$\Delta_y$  là khoảng cách giữa đỉnh pic của alkan chuẩn có  $n$  nguyên tử cacbon và đỉnh pic của alkan chuẩn có  $(n + 1)$  nguyên tử cacbon (xem 9.1.2), tính bằng milimet (mm).

CHÚ THÍCH Nếu tiến hành theo chương trình nhiệt độ khác thì không thể tính được chỉ số lưu.

## 10 Phương pháp xác định

### 10.1 Điều kiện chung

#### 10.1.1 Sắc đồ của tinh dầu

Ghi lại sắc đồ theo quy định trong tiêu chuẩn tương ứng.

Các điều kiện nhiệt độ và dòng khí phải giống như điều kiện sử dụng cho phép thử hiệu quả của cột (xem 8.2);

Đối với phép xác định các thành phần đặc trưng cụ thể thì trong tiêu chuẩn tương ứng có thể quy định việc sử dụng các điều kiện đẳng nhiệt ở nhiệt độ quy định. Trong trường hợp đó, tốc độ dòng khí phải được kiểm soát sao cho việc tách chiết thu được như trong tiêu chuẩn tương ứng.

Sau khi nhiệt độ của cột ổn định, bơm một lượng phần mẫu thử thích hợp (lần lượt  $10^{-6}$  g).

Thu được sắc đồ "A".

### 10.2 Phương pháp nội chuẩn

Ghi lại sắc đồ của tinh dầu và của chất chuẩn nội (4.5) trong cùng điều kiện thao tác. Kiểm tra trên sắc đồ xem sản phẩm cần xác định đã tách khỏi thành phần khác của tinh dầu chưa và chất chuẩn nội không gây nhiễu cho bất kỳ thành phần nào khác của tinh dầu.

#### 10.2.1 Xác định hệ số đáp ứng

Nếu để định lượng thì hệ số đáp ứng của thành phần tương ứng với chất chuẩn nội cần được xác định, cân một lượng thích hợp chất chuẩn nội (4.5) và chất chuẩn (4.4) sao cho thu được diện tích pic tương ứng gần bằng nhau.

Nếu sử dụng dung môi thì sẽ được quy định trong tiêu chuẩn tương ứng.

## TCVN 9653:2013

Sau khi nhiệt độ của cột ổn định, bơm một lượng thích hợp của hỗn hợp này và tiến hành phân tích trong các điều kiện quy định trong 10.1.1.

Thu được sắc đồ "F".

Tính hệ số đáp ứng,  $K$ , của thành phần tương ứng với chất chuẩn nội theo công thức sau:

$$K = \frac{A_E \times m_R}{A_R \times m_E}$$

Trong đó:

$A_R$  là diện tích pic tương ứng với chất chuẩn có hệ số đáp ứng cần tính, tính bằng đơn vị tích phân;

$A_E$  là diện tích pic, tương ứng với chất chuẩn nội, tính bằng đơn vị tích phân;

$m_R$  là khối lượng của chất chuẩn, tính bằng miligam (mg);

$m_E$  là khối lượng của chất chuẩn nội, tính bằng miligam (mg).

### 10.2.2 Xác định

Nếu tiêu chuẩn tương ứng có quy định việc sử dụng chất chuẩn nội thì chuẩn bị hỗn hợp bằng cách cân các lượng thích hợp của tinh dầu và chất chuẩn nội, chính xác đến 0,001 g. Chọn lượng chất chuẩn nội sao cho diện tích pic của thành phần cần xác định và của chất chuẩn nội gần bằng nhau.

Sau khi nhiệt độ của cột ổn định, bơm một lượng thích hợp của hỗn hợp và tiến hành phân tích trong các điều kiện quy định trong 10.1.1.

Thu được sắc đồ "C".

### 10.3 Phương pháp thêm chuẩn

Nếu không thể sử dụng phương pháp nội chuẩn để xác định thì sử dụng phương pháp thêm chuẩn.

Trong trường hợp này, bơm một lượng tinh dầu thích hợp trong đó X là thành phần cần xác định và Y là thành phần cho pic gần với X trên sắc đồ "D" thu được.

Sau đó chuẩn bị hỗn hợp  $m$  gam tinh dầu và  $m_R$  gam chất chuẩn (4.4), chính xác đến 0,001 g, tương ứng với thành phần X cần xác định.

Bơm hỗn hợp này.

Thu được sắc đồ "E".

#### 10.4 Phương pháp chuẩn hóa nội

Phương pháp này không phải là phương pháp xác định đúng, mà chỉ cho phép ước tính sơ bộ các nồng độ tương đối của các thành phần khác nhau được rửa giải ra khỏi hỗn hợp bằng phép so sánh các diện tích pic của chúng, nhưng không xác định phần trăm khối lượng của chúng.

### 11 Biểu thị kết quả

#### 11.1 Phương pháp nội chuẩn

Tính hàm lượng  $c_x$  của thành phần cần xác định, bằng phần trăm khối lượng, theo công thức:

$$\frac{A_x \times m_E \times K}{A_E \times m} \times 100$$

Trong đó:

$A_x$  là diện tích pic tương ứng với thành phần cần xác định (xem 10.2.2), tính bằng đơn vị tích phân;

$A_E$  là diện tích pic tương ứng với chất chuẩn nội (xem 10.2.2), tính bằng đơn vị tích phân;

$m$  là khối lượng của tinh dầu, tính bằng miligam (mg);

$m_E$  là khối lượng của chất chuẩn nội, tính bằng miligam (mg);

$K$  là hệ số đáp ứng đối với thành phần cần xác định tương ứng với chất chuẩn nội (xem 10.2.1).

#### 11.2 Phương pháp thêm chuẩn

Tính hàm lượng  $c_x$  của thành phần cần xác định, bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$\frac{m_R}{m} \times \frac{r}{r'-r} \times 100 \quad (r' > r)$$

Trong đó:

$m_R$  là khối lượng của chất chuẩn (4.4), tính bằng gam (g);

$m$  là khối lượng của tinh dầu, tính bằng gam (g).

và

$$r = \frac{A_x}{A_y}$$

## TCVN 9653:2013

$A_x$  là diện tích pic tương ứng với thành phần X trên sắc đồ "D" (xem 10.3);

$A_y$  là diện tích pic tương ứng với thành phần Y gần với X trên sắc đồ "D".

và

$$r' = \frac{A_x}{A'_y}$$

$A'_x$  là diện tích pic tương ứng với thành phần X trên sắc đồ "E" (xem 10.3);

$A'_y$  là diện tích pic tương ứng với thành phần Y gần với X trên sắc đồ "E".

### 11.3 Phương pháp chuẩn hóa nội

Khi phân mẫu thử bay hơi hoàn toàn (tinh dầu không còn cặn) trong các điều kiện thử và sắc đồ thu được không có mặt quá nhiều pic nhỏ, tính hàm lượng  $c_x$  của thành phần cần xác định, bằng phần trăm, theo công thức sau:

$$\frac{A_x}{\sum A} \times 100$$

Trong đó:

$A_x$  là diện tích pic của thành phần cần xác định, tính bằng đơn vị tích phân;

$\sum A$  là tổng của tất cả diện tích pic, tính bằng đơn vị tích phân.

### 11.4 Kết quả và độ lặp lại

Lấy các kết quả đối với hệ số đáp ứng  $K$  và hàm lượng  $c_x$  của thành phần cần xác định là trung bình các giá trị của vài phép xác định (ít nhất là ba phép xác định) được tiến hành trên cùng mẫu thử. Các giá trị được sử dụng để tính không được khác nhiều hơn một tỷ lệ phần trăm nhất định (thường là  $\pm 2,5\%$ ) so với giá trị trung bình. Phần trăm này và số phép xác định được quy định trong các phương pháp khác nhau hoặc trong các tiêu chuẩn tương ứng.

## 12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải gồm các thông tin sau:

- kiểu loại thiết bị, dụng cụ được sử dụng;
- các đặc tính của cột (vật liệu, chiều dài, kích thước trong, pha tĩnh, chất nền và tỷ lệ của pha tĩnh

với chất nền, phép đo độ hạt của chất nền, nhiệt độ của cột hoặc nhiệt độ chương trình);

c) các đặc tính của hệ thống bơm (kiểu loại và nhiệt độ);

d) các đặc tính của detector (kiểu loại và nhiệt độ);

e) tốc độ khí mang và tốc độ dòng;

f) các đặc tính của bộ ghi (chiều cao tín hiệu tối đa, tốc độ ghi, thời gian phản ứng toàn thang đo);

g) phép nhận biết mẫu.

---