

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0735.12—1997

984353

出口芳香油、单离和合成 香料芳樟醇的测定 二甲基苯胺-氯化乙酰法

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export
—Determination of linalool—Dimethyl aniline/acetyl chloride method

1997-12-22 发布

1998-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

SN/T 0735.12—1997

前 言

本标准是对 ZB Y40 008—86《出口芳香油、单离和合成香料 芳樟醇的测定 二甲基苯胺/氯化乙酰法》的修订。

ZB Y40 008—86 由上海进出口商品检验局姚信君、陈懋英起草。

本标准与前版无技术内容的改变,仅在标准格式上按照 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》的要求进行修订。

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上海进出口商品检验局负责修订。

本标准主要起草人:杨勇、李晓琪。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口芳香油、单离和合成 香料芳樟醇的测定 二甲基苯胺-氯化乙酰法

SN/T 0735.12—1997

代替 ZB Y40 008—86

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export
—Determination of linalool—Dimethyl aniline/acetyl chloride method

1 范围

本标准规定了出口芳香油、单离和合成香料芳樟醇的测定方法。

本标准适用于出口芳香油、单离和合成香料芳樟醇的含量测定,主要用于芳油、芳樟油和单离或合成的芳樟醇。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 14454.1—93 香料 试样制备

GB/T 14455.2—93 精油 取样方法

3 原理

试样加入二甲基苯胺进行稀释,氯化乙酰在乙酸酐的存在下,使试样中的叔醇乙酰化。以氢氧化钾乙醇溶液皂化乙酰化的试样,从所耗碱的量,计算试样中的芳樟醇含量。

4 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯。

4.1 二甲基苯胺:不含一甲基苯胺。

4.2 乙酸酐:浓度 98%以上。

4.3 酚酞指示剂:1g 酚酞溶于 100mL 95%(V/V)中性乙醇中。

4.4 甲基橙指示剂:0.1%水溶液。

4.5 苯二甲酸氢钾:基准试剂。

4.6 无水碳酸钠:基准试剂。

4.7 氯化乙酰:99%以上,按下法测定其纯度:取 25mL~30mL 蒸馏水,置入具玻璃塞的 100mL 锥形瓶中,称重(准确至 0.0002g),在摇动混合下滴加 0.8g~0.9g 氯化乙酰,冷至室温后再称重(准确至 0.0002g)。加酚酞指示剂(4.3)数滴,用氢氧化钠标准溶液(4.8)滴定至终点。按式(1)计算氯化乙酰含量百分数(y):

$$y = \frac{M \times V \times 78.5 / 2 \times 1000}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1997-12-22 批准

1998-05-01 实施

式中： M ——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

V ——滴定所耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；

78.5——氯化乙酰分子量；

m ——氯化乙酰的质量，g。

4.8 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$]：将氢氧化钠配制成饱和溶液（约 19mol/L ），冷却后注入聚乙烯塑料瓶中，放置至溶液澄清。取 28mL 澄清的氢氧化钠饱和液于 1L 容量瓶中，以刚经煮沸冷却的蒸馏水稀释至刻度，摇匀。按下法标定其浓度：称取于 $105^{\circ}\text{C}\sim 110^{\circ}\text{C}$ 烘至恒重的苯二甲酸氢钾（4.5）3g（准确至 0.0002g），置于 250mL 锥形瓶中，用 75mL 刚经煮沸冷却的蒸馏水溶解。加入 2 滴酚酞指示剂（4.3），用氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色。按式（2）计算氢氧化钠标准溶液的浓度（ M ）：

$$M = \frac{m}{V \times 204.2 / 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中： m ——苯二甲酸氢钾的质量，g；

V ——滴定所耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；

204.2——苯二甲酸氢钾分子量。

4.9 无水硫酸镁或无水硫酸钠：经干燥并研细。

4.10 硫酸溶液：5%（V/V）。

4.11 碳酸钠溶液：10%（W/V）。

4.12 氯化钠饱和溶液。

4.13 氢氧化钾乙醇溶液 [$c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$]：取 30g 氢氧化钾溶于 1L 95%（V/V）乙醇中，放置使澄清，小心倾出上层透明澄清液，储于玻璃瓶中。溶液呈黄色时，应重新配制。

4.14 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$]：量取 42mL 盐酸（比重 1.19），缓缓注入蒸馏水中稀释至 1000mL 并按下法标定其浓度：称取在 $260^{\circ}\text{C}\sim 270^{\circ}\text{C}$ 预经干燥半小时的无水碳酸钠（4.6）0.8g~1.0g（称准至 0.0002g）。置于 250mL 锥形瓶中，用 50mL 刚经煮沸并冷却的蒸馏水溶解，加二滴甲基橙指示剂（4.4），用盐酸标准溶液滴定至橙色，并按式（3）计算其摩尔浓度（ M ）。

$$M = \frac{m}{V / 1000 \times 106 / 2} \dots\dots\dots (3)$$

式中： m ——无水碳酸钠质量，g；

V ——滴定所耗盐酸标准溶液的体积，mL；

106——碳酸钠分子量。

5 仪器

5.1 100mL 具塞磨口锥形玻璃瓶。

5.2 水浴。

5.3 量筒：100mL，20mL，10mL。

5.4 皂化装置：250mL 抗碱性玻璃锥形瓶，通过磨口接头连接一根长约 1m，直径约 10mm 的空气冷凝管。

5.5 移液管：50mL。

5.6 分液漏斗：250mL。

5.7 滴定管：50mL，分刻度 0.1mL。

6 取样

按 GB/T 14455.2 进行。

7 操作程序

7.1 试样的制备

按 GB/T 14454.1 进行。

7.2 测定

量取预先用无水硫酸镁或无水硫酸钠(4.9)干燥过的 10mL 试样,置入具玻璃塞的 100mL 锥形瓶中,置冰水浴中进行冷却,向已冷却的试样中加入 20mL 二甲基苯胺(4.1),摇匀,仍置于冰水浴中。加入 8mL 氯化乙酰及 5mL 乙酸酐,继续冷却数分钟,移至室温放置半小时,再浸入 40℃±1℃的水浴中 3h (瓶底离浴底不少于 10mm,而液面须低于水面 20mm~30mm)。取出,倾入分液漏斗,用冰水洗涤三次,每次用 75mL。继续依次用 25mL 5%硫酸(4.10)洗涤三次(可将洗涤分出的酸液与适量的碱作用,如不放出二甲基苯胺,即表明已洗净),10mL 10%碳酸钠溶液(4.11)洗涤一次,50mL 氯化钠饱和溶液(4.12)洗涤三次,最后用蒸馏水洗涤一次(水洗时应轻摇)。分层后,弃去下层水溶液。将所得乙酰化油置于 25mL 的锥形瓶内,加入无水硫酸镁或无水硫酸钠 3g,将瓶塞塞紧,不时振荡,待油层澄清,过滤。称取脱水乙酰化试样约 2g(准确至 0.0002g)于 250mL 锥形瓶(5.4)中,用移液管(5.5)准确加入氢氧化钾乙醇溶液(4.13)50mL,接上空气冷凝管,置沸水浴上加热皂化 1h。取下冷却后,加入蒸馏水 30mL 及酚酞指示剂(4.3)10 滴,以盐酸标准溶液(4.14)滴定。同时按上述操作程序做空白试验。

8 结果的表述和计算

8.1 芳樟醇含量的质量百分数(X_1),按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times 154.3 / 1000}{m - (V_0 - V_1) \times M \times 42 / 1000} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中: V_0 ——空白试验所耗盐酸标准溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试样所耗盐酸标准溶液的体积, mL;

M ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

154.3——芳樟醇的分子量;

42——乙酸芳樟酯与芳樟醇分子量的差数;

m ——乙酰化试样的质量, g。

8.2 当试样含有一定量的酯时,以总芳樟醇含量表示的质量百分数(X_2)可按式(5)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times 154.3 / 1000}{m - (V_0 - V_1) \times M \times 42 / 1000} \times (1 - 0.21 \times e / 100) \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中: 0.21——乙酰基与乙酸芳樟酯质量的比数;

e ——试样酯含量(以乙酸芳樟酯计)的百分数;

$V_0, V_1, M, m, 154.3, 42$ 见式(4)的说明。

平行试验结果的允许差为 0.5%。

中华人民共和国进出口商品检验
行 业 标 准

出口芳香油、单离和合成

香料芳樟醇的测定

二甲基苯胺-氯化乙酰法

SN/T 0735.12—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

版权专有 不得翻印

*

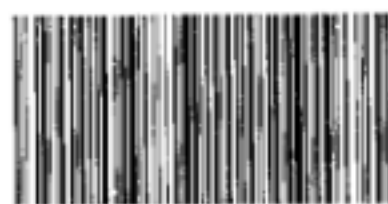
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7千字

1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号:155066·2-12147 定价 6.00 元



SN/T0735.12-1997