

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0735.13—1997

984354

出口芳香油、单离和合成香料总醇的测定 乙酰化法

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export
—Determination of total alcohols—Acetylation 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

前 言

本标准是对 ZB Y40 007—86《出口芳香油、单离和合成香料总醇的测定 乙酰化法》的修订,原 ZB Y 40 007—86 等效采用国际标准 ISO 1241:1981《香精油—乙酰化后酯值的测定以及游离醇含量和醇总含量的测定》。

ZB Y40 007—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、单离和合成香料总醇的测定 乙酰化法

SN/T 0735.13—1997

代替 ZB Y40 007—86

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export
—Determination of total alcohols—Acetylation method

1 范围

本标准规定了用乙酰化法测定出口芳香油、单离和合成香料中总醇量的方法。

本标准适用于薄荷油、香茅油、香叶油等芳香油以及香叶醇、香茅醇、苯乙醇等单离和合成醇类。

本标准不适用于含有叔醇的芳香油。

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为本标准的条文。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

在乙酸钠存在下,乙酸酐对试样进行乙酰化。以氢氧化钾乙醇溶液皂化乙酰化后的试样,从所消耗氢氧化钾的量计算试样中的总醇含量。

4 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯。

4.1 乙酸酐:纯度不低于 98%。

4.2 无水乙酸钠:经熔融并研细。

4.3 氯化钠饱和溶液。

4.4 碳酸钠-饱和氯化钠溶液:称取 20g 无水碳酸钠,用饱和氯化钠溶液溶解并稀释至 1 升。

4.5 无水硫酸镁或无水硫酸钠:经干燥并研细。

4.6 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,过滤上层清液备用。溶液呈黄色时,应重新配制。

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

4.8 甲基橙指示剂:0.1%水溶液。

4.9 无水碳酸钠:基准试剂。

4.10 石蕊试纸。

4.11 盐酸:比重 1.19。

4.12 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$]:量取 45mL 盐酸(4.11),注入 1 000mL 蒸馏水中并按下法

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

标定其浓度:称取在 270℃~300℃灼烧至恒重的无水碳酸钠(4.9)0.8g~1.0g(称准至 0.000 2g)。置于 250mL 锥形瓶中,用 50mL 蒸馏水溶解,加二滴甲基橙指示剂(4.8),用盐酸标准溶液滴定至橙色,煮沸 2min,冷却后继续滴定至溶液呈橙色,并按式(1)计算其浓度(M)。

$$M = \frac{m}{V/1\,000 \times 106/2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——无水碳酸钠质量, g;

V ——盐酸标准溶液的用量, mL;

106——碳酸钠分子量。

5 仪器

5.1 乙酰化装置:一个 100mL 圆底乙酰化烧瓶,连接一根长约 1m,内径约 10mm 的磨口空气冷凝管,用前须干燥。

5.2 加热装置:油浴或其他适当装置,能保持试样沸腾而不发生局部过热。

5.3 皂化装置:250mL 抗碱性锥形瓶,连接一根长约 1m,直径约 10mm 的磨口空气冷凝管。

5.4 移液管:50mL。

5.5 分液漏斗:250mL。

5.6 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

取试样 10mL,乙酸酐(4.1)10mL(如试样中醇的分子量较低时,需适当增加乙酸酐用量,如苯乙醇用 12mL,苧醇用 14mL)及无水乙酸钠(4.2)2g,置于乙酰化烧瓶(5.1)中,接上冷凝管,在加热装置(5.2)上加热,缓慢沸腾 60min(薄荷油于 145℃±3℃加热 75min;香茅油于 160℃±5℃加热 120min)。然后取出冷却,加蒸馏水 50mL,置 40℃~50℃水浴上加热 15min,并时时振摇。冷却后全部移至分液漏斗(5.5),分层后,弃去下层酸液,加氯化钠饱和溶液(4.3)50mL,充分振荡混合,静置后弃去下层水溶液,用碳酸钠-饱和氯化钠溶液(4.4)及氯化钠饱和溶液各 50mL,依次洗涤,最后用蒸馏水洗涤数次,每次为 50mL(水洗时应轻摇),直至以石蕊试纸(4.10)测洗液呈中性为止。分出油层,置于 25mL 锥形瓶内,加入无水硫酸镁或无水硫酸钠(4.5)3g,将瓶塞紧,不时振荡,待油层澄清,过滤。

称取脱水乙酰化试样 2g~3g(准确至 0.000 2g)于锥形瓶(5.3)中,用移液管(5.4)准确加入 0.5mol/L 氢氧化钾乙醇溶液(4.6)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(4.7)10 滴,以 0.5mol/L 盐酸标准溶液(4.12)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 总醇含量(以指定醇计)的质量百分数(X_1),按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times E / 1\,000}{m - (V_0 - V_1) \times M \times 42 / 1\,000} \times (1 - 0.21 \times e / 100) \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

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;

E ——指定醇的分子量;

0.21——乙酰基与乙酸酯重量的比数;

42——乙酸酯与醇分子量的差数;

e ——试样酯含量的百分数;

m ——乙酰化试样的质量;

$1-0.21 \times e/100$ ——酯校正系数, 香茅油的总醇含量(以香叶醇计), 不将此系数项列入计算。

8.2 游离醇含量(以指定醇计)的质量百分数(X_2)

当试样酯的含量甚少, 可以略而不计时, 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times E / 1\,000}{m - (V_0 - V_1) \times M \times 0.042} \times 100 \quad (3)$$

式中: V_0, V_1, M, m 见式(2)的说明。

当试样中含有相当量的酯时, 则应按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{(EV_2 - EV_1) \times M}{561 - 0.42EV_2} \quad (4)$$

式中: EV_2 ——试样乙酰化后酯值;

EV_1 ——试样的酯值;

M ——指定醇的分子量。

8.3 乙酰化酯值(EV_2)以每克乙酰化试样所耗氢氧化钾的毫克数表示, 按式(5)计算:

$$EV_2 = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times 56.1}{m} \quad (5)$$

式中: 56.1——氢氧化钾的分子量;

V_0, V_1, M, m 见式(2)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、单离和合成香料总醇的测定
乙酰化法

SN/T 0735.13—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: 155066·2-12148 定价 6.00 元



SN/T0735.13-1997