

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0735.14—1999

20005725

出口芳香油、单离和合成香料 馏程测定法

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export—
Determination of distillation range



1999-12-30 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 发布

前 言

本标准是对原专业标准 ZB Y40 014—1988《出口芳香油、单离和合成香料——馏程测定法》的修订。

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。原标准技术路线合理,方法实用可行,能满足出口商品的检验工作需要。

本标准自实施之日起代替 ZB Y40 014—1988。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准主要起草单位:中华人民共和国安徽出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:吕小斌。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

出口芳香油、单离和合成香料
馏程测定法

SN/T 0735.14—1999

代替 ZB Y40 014—1988

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export—
Determination of distillation range

1 范围

本标准规定了出口芳香油、单离和合成香料的馏程测定方法。

本标准适用于能适应常压蒸馏的芳香油、单离和合成香料的馏程测定。

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—1993 香料 试样制备

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 馏程测定

在标准状态下,测定在规定温度范围内所馏出的馏出液体积,或测定馏出液达到规定体积时的温度范围。

3.2 初馏点

在标准状态下,当第一滴冷凝液从冷凝管下端落下时的温度。

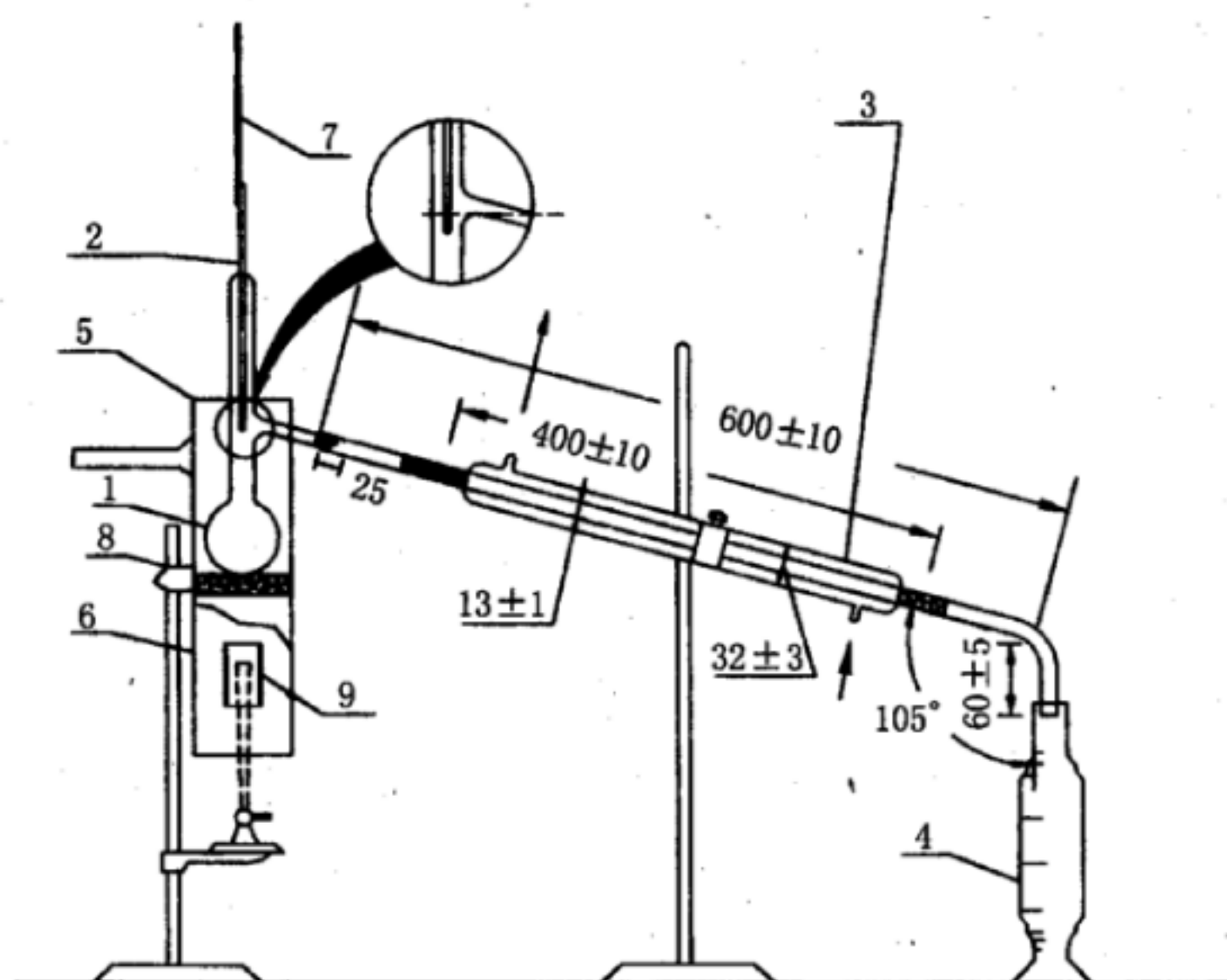
3.3 干点

在标准状态下,在烧瓶底部最后的液滴蒸发气化时的温度。

4 仪器

蒸馏装置如图 1 所示。

单位:mm



1—支管蒸馏烧瓶;2—温度计;3—冷凝管;4—接受器;5,6—金属外罩;
7—辅助温度计;8—接合装置;9—热源

图1 蒸馏装置

4.1 支管蒸馏瓶(见图2)的球部玻璃壁厚 0.5 mm~1.0 mm,颈部玻璃壁厚 0.8 mm~1.2 mm。

单位:mm

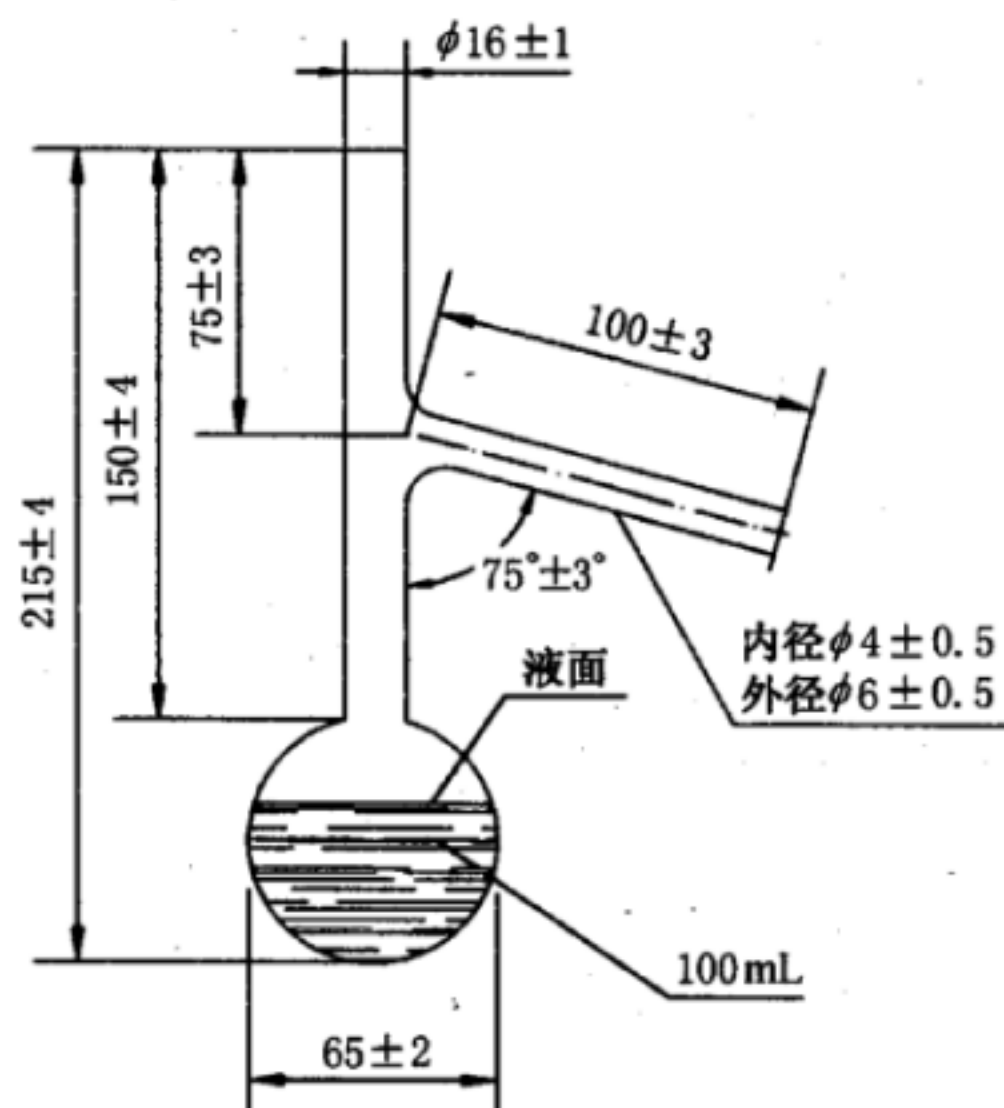


图2 支管蒸馏瓶装置图

- 4.2 单球温度计:分度值为 0.1℃ 的内标式单球温度计,使用前须经校正。
- 4.3 冷凝管:被测样品的馏程低于 150℃ 时,采用水冷凝;高于 150℃,采用空气冷凝。
- 4.4 接受器(见图3):容积 100 mL,两端分度值为 0.5 mL。

单位: mm

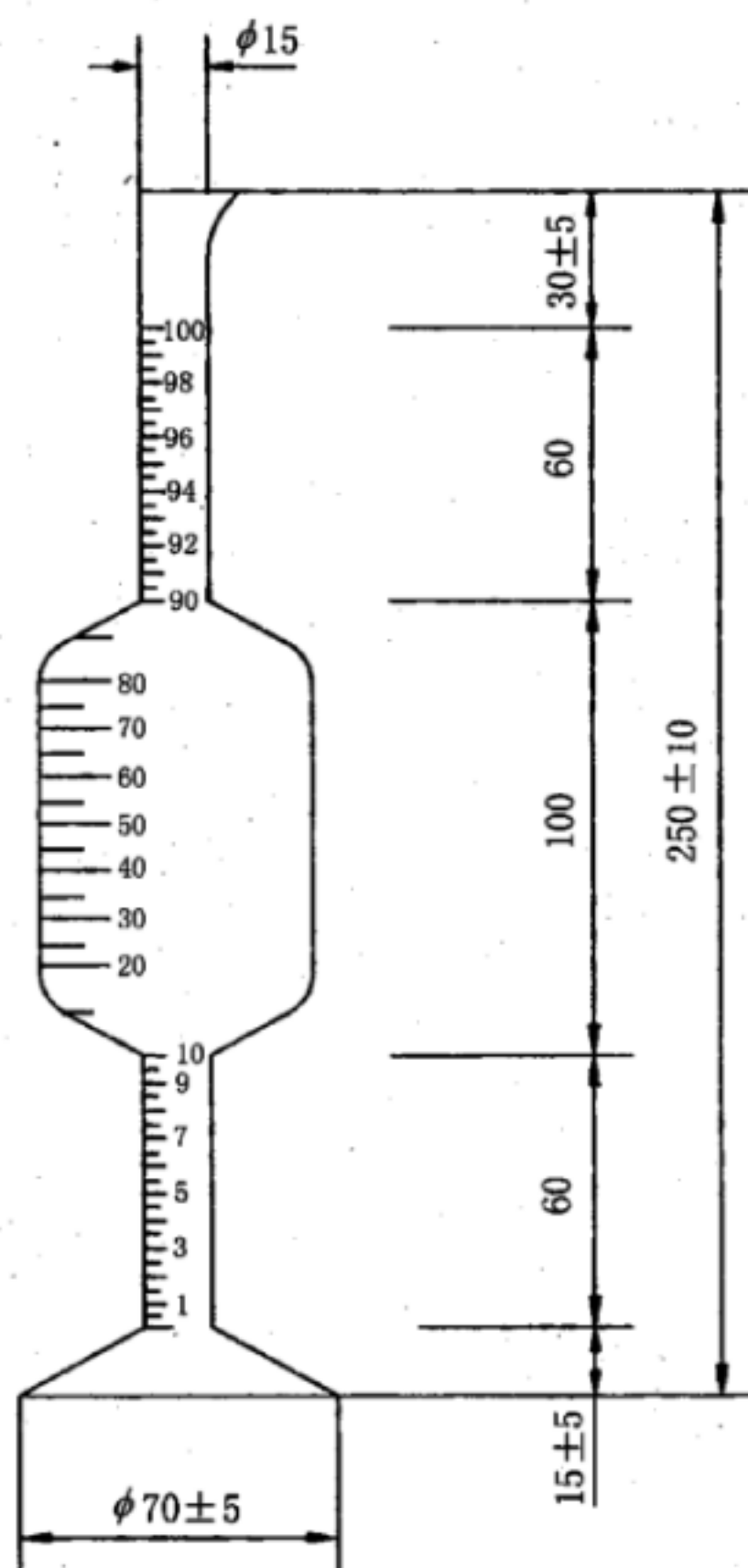


图 3 接受器装置图

4.5 蒸馏瓶的金属外罩见图 4。

4.6 热源的金属外罩见图 5。

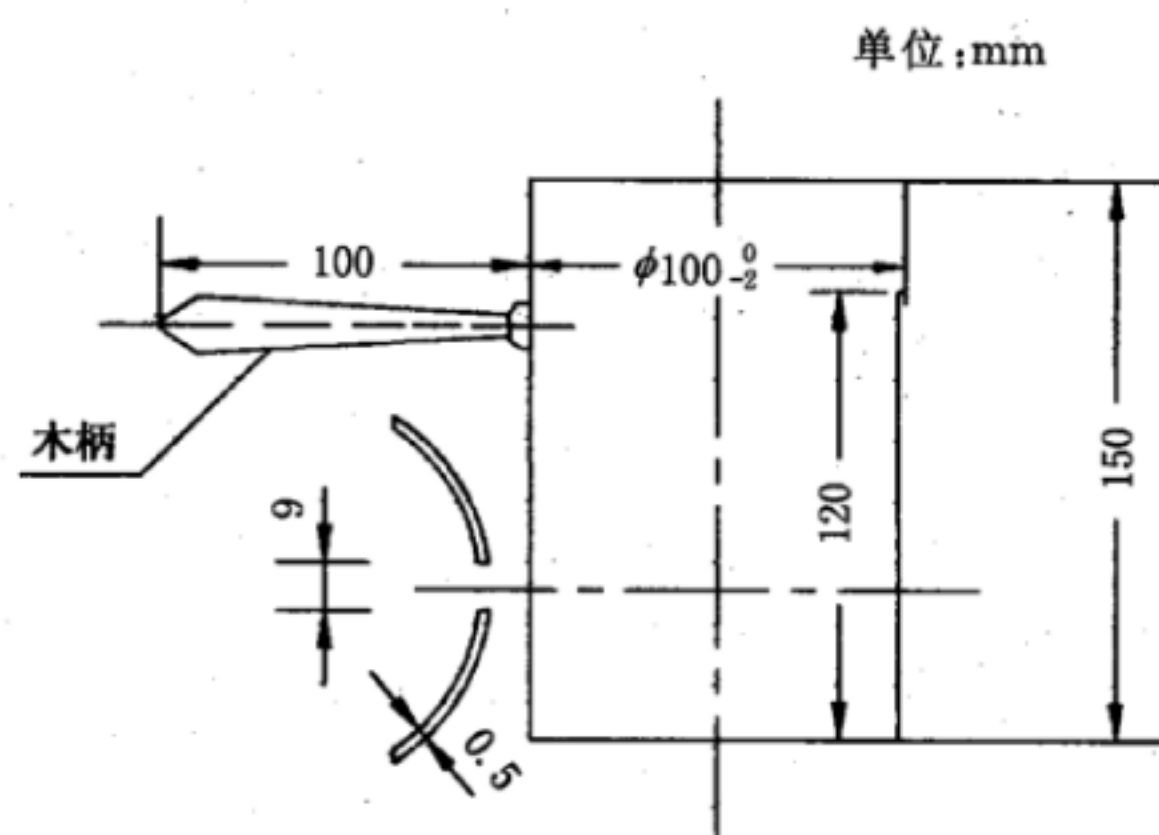


图 4 蒸馏瓶的金属外罩

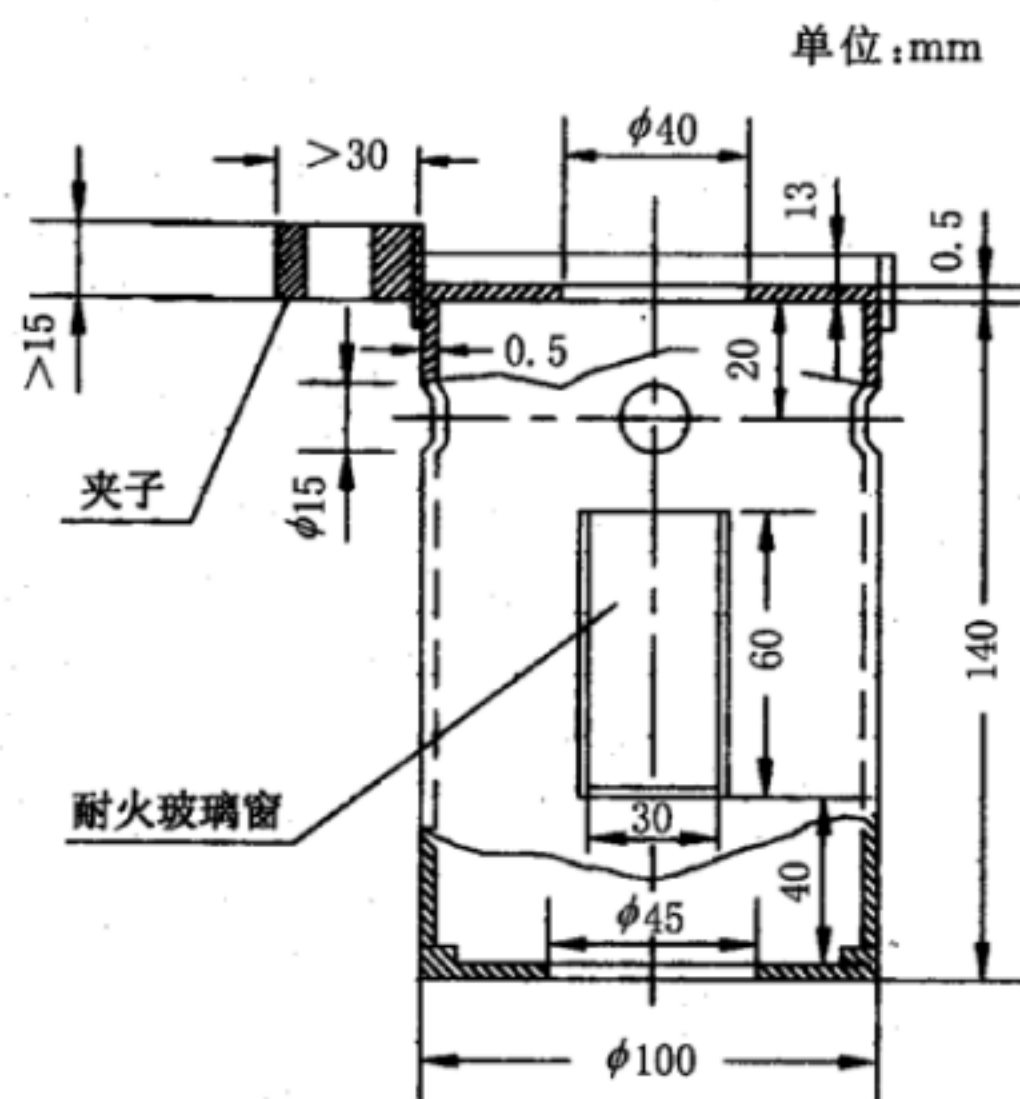


图 5 热源的金属外罩

4.7 辅助温度计:分度值显 1°C ,附着于温度计,使其水银球位于温度计塞上露出水银柱部分的中部。

4.8 接合装置见图 6。

单位:mm

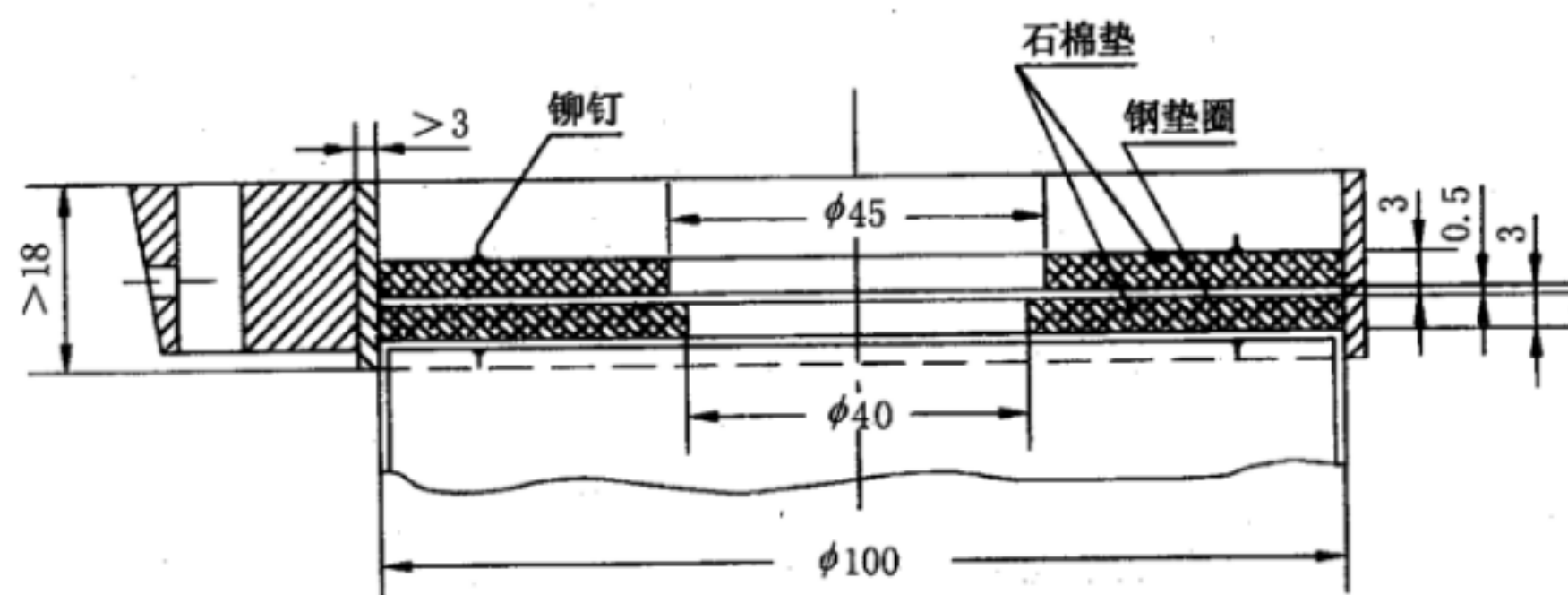


图6 接合装置

4.9 热源:可调节温度的电加热器或本生灯。

5 操作程序

5.1 试样的制备

按 GB/T 14454.1 进行。

5.2 测定

5.2.1 按图 1 装好蒸馏装置,用干燥的接受器量取 100 mL 样品,置于干燥的蒸馏瓶中,将此接受器置于冷凝管下端,使冷凝管下端进入接受器部分不少于 25 mm,也不低于 100 mL 刻度线,接受器口塞以棉塞。在蒸馏瓶中放入沸石,安装好温度计,使水银球上端与蒸馏瓶支管下壁在同一水平面上。

5.2.2 调节升温速度,使初馏点低于 100℃ 的被测样品自开始加热至冷凝管下端滴下第一滴的时间在 5 min~10 min 之间;而初馏点在 100℃ 以上的被测样品则为 10 min~15 min。控制蒸馏速度为 3 mL/min~4 mL/min。

5.2.3 记录下列数据:

- a) 初馏点;
- b) 自蒸馏开始至观测温度范围下限时馏出液的体积;
- c) 自蒸馏开始至观测温度范围上限时馏出液的体积;
- d) 干点。

6 气压与温度校正值的计算

6.1 将标准中所规定的馏程温度换算至观测气压下的馏程温度。记录气压和室温并按式(1)换算 0℃ 时的气压:

$$p_0 = p_t - \Delta p \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: p_0 ——0℃ 时的气压, mmHg;

p_t ——室温时的气压, mmHg;

Δp ——由室温时的气压换算至 0℃ 时气压的校正值(见表 1), mmHg。

注:本标准中的气压单位使用 mmHg, 1 mmHg=133.322 4 Pa。

表 1 气压由室温换算至 0℃ 的校正值

室温,℃	室温时气压,mmHg						
	720	730	740	750	760	770	780
10	1.17	1.19	1.21	1.22	1.24	1.26	1.27
11	1.29	1.31	1.33	1.35	1.36	1.38	1.40
12	1.41	1.43	1.45	1.47	1.49	1.51	1.53
13	1.53	1.55	1.57	1.59	1.61	1.63	1.65
14	1.64	1.67	1.69	1.71	1.73	1.76	1.80
15	1.76	1.78	1.81	1.83	1.86	1.88	1.91
16	1.88	1.90	1.93	1.96	1.98	2.01	2.03
17	1.99	2.02	2.05	2.08	2.10	2.13	2.16
18	2.11	2.14	2.17	2.20	2.23	2.26	2.29
19	2.23	2.26	2.29	2.32	2.35	2.38	2.41
20	2.34	2.38	2.41	2.44	2.47	2.51	2.54
21	2.46	2.50	2.53	2.56	2.60	2.63	2.67
22	2.58	2.61	2.65	2.69	2.72	2.76	2.79
23	2.69	2.73	2.77	2.81	2.84	2.88	2.92
24	2.81	2.85	2.89	2.93	2.97	3.01	3.05
25	2.93	2.97	3.01	3.05	3.09	3.13	3.17
26	3.04	3.09	3.13	3.17	3.21	3.26	3.30
27	3.16	3.20	3.25	3.29	3.34	3.38	3.42
28	3.28	3.32	3.37	3.41	3.46	3.51	3.55
29	3.39	3.44	3.49	3.54	3.58	3.63	3.68
30	3.51	3.56	3.61	3.66	3.71	3.76	3.80
31	3.64	3.69	3.74	3.79	3.84	3.89	3.94
32	3.76	3.81	3.86	3.91	3.96	4.02	4.07
33	3.87	3.93	3.98	4.03	4.09	4.14	4.20
34	3.99	4.05	4.10	4.16	4.21	4.27	4.32
35	4.11	4.16	4.22	4.28	4.34	4.39	4.45
36	4.23	4.28	4.34	4.40	4.46	4.52	4.58
37	4.34	4.40	4.46	4.52	4.58	4.64	4.70
38	4.46	4.52	4.58	4.65	4.71	4.77	4.83
39	4.58	4.64	4.70	4.77	4.83	4.89	4.96
40	4.69	4.76	4.82	4.89	4.96	5.02	5.09

注：气压值在 720 mmHg 以下的，每低 2.7 mmHg 应将温度加上 0.1℃；在 780 mmHg 以上的，每高 2.7 mmHg 应将温度减去 0.1℃。

根据 0℃ 时气压与标准气压之差数及有关标准中规定的馏程温度，按表 2 求出相应的温度校正值。当 0℃ 时气压高于 760 mmHg 时，自己规定的馏程温度加上此校正值，反之则减。

表 2 气压每相差 1 mmHg 时对馏程温度的校正值

标准中规定的馏程温度,℃	气压相差 1 mmHg 的校正值
10~30	0.035
30~50	0.038
50~70	0.040
70~90	0.042

表 2(完)

标准中规定的馏程温度,℃	气压相差 1 mmHg 的校正值
90~110	0.045
110~130	0.047
130~150	0.050
150~170	0.052
170~190	0.054
190~210	0.057
210~230	0.059
230~250	0.062
250~270	0.064
270~290	0.066

6.2 在测定样品时,按式(2)求出单球温度计(4.2条)水银柱露出塞上部分的校正值 Δt :

$$\Delta t = 0.00016h(t_1 - t_2) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: h ——单球温度计(4.2条)露出塞上部分的水银柱高度,℃;

t_1 ——观测温度,℃;

t_2 ——附着于 $\frac{1}{2}h$ 处的辅助温度计温度,℃。

将 6.1 条中校正后的温度减去此校正值,即得到观测时气压下的馏程温度。

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口芳香油、单离和合成香料
馏程测定法

SN/T 0735.14—1999

*

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

*

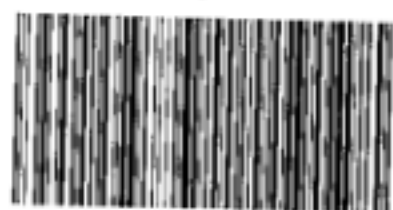
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 11 千字

2000年6月第一版 2000年6月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066 • 2-13082 定价 8.00 元



SN/T0735.14-1999