

SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0735.9—1997

984350

出口芳香油、单离和合成香料酯的测定

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

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 006—86《出口芳香油、单离和合成香料 酯的测定》的修订。

ZB Y40 006—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。

出口芳香油、单离和合成香料酯的测定

代替 ZB Y40 006—86

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

1 范围

本标准规定了出口芳香油、单离和合成香料中酯的测定方法。

本标准适用于出口芳香油、单离和合成香料中酯的测定。

本标准不适用于含内酯的、或含醛量较多的芳香油。

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

试样以氢氧化钾乙醇溶液皂化,从所消耗氢氧化钾的量计算试样中酯的含量或酯值。

4 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯。

4.1 中性乙醇,95%(V/V)

取适量 95%(V/V)乙醇,在有酚酞指示剂存在下,用氢氧化钾乙醇溶液(4.3)中和。

4.2 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。

4.3 氢氧化钾乙醇溶液[$c(\text{KOH})=0.1\text{mol/L}$]

溶解 6g 氢氧化钾于 1L 95%(V/V)乙醇中,配制同 4.2。

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

4.5 甲基橙指示剂:0.1%水溶液。

4.6 无水碳酸钠:基准试剂。

4.7 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 1L,并按下法标定其摩尔浓度:称取在 260℃~270℃预经干燥 0.5h 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(4.5),用盐酸标准溶液滴定至橙色,并按式(1)计算其浓度(M)。

$$M = \frac{m}{V/1000 \times 106/2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: M ——碳酸钠溶液的浓度, mol/L;

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

5.2 移液管: 25mL, 50mL。

5.3 滴定管: 50mL, 分刻度 0.1mL。

5.4 水浴。

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

称取试样约 2g (准确至 0.0002g)¹⁾ 置于 250mL 锥形瓶(5.1)中, 用 10mL 中性乙醇(4.1)溶解, 继加 2 滴酚酞指示剂(4.4), 以氢氧化钾乙醇溶液(4.3)中和游离酸, 用移液管(5.2)准确加入氢氧化钾乙醇溶液(4.2) 25mL²⁾, 连接空气冷凝管, 在沸水浴上加热皂化 1h³⁾, 取下冷却后, 加 10 滴酚酞指示剂⁴⁾, 以盐酸标准溶液(4.7)滴定至粉红色消失为止。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 酯含量(以指定酯计)的质量百分数(X), 按式(2)计算:

$$X = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times E / 1000}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

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 ——指定酯的分子量;

m ——试样的质量, g。

8.2 酯值(EV_1)以每克试样所耗氢氧化钾的毫克数表示, 按式(3)计算:

$$EV_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times M \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

1) 视试样酯含量的高低减少或增加称取量, 以使滴定试样所耗盐酸的毫升数, 略大于空白滴定所耗盐酸的毫升数的一半。

2) 测定柳酸, 苯甲酸及苯二甲酸酯时, 应在加热皂化前, 先加入 5mL 的蒸馏水, 以防止这些酸的盐在皂化过程中析出。

3) 某些酯不易皂化完全, 必须延长加热时间, 如乙酸柏木酯需 2h, 乙酸松油酯需 4h。

4) 遇组分中含有酚基的芳香油, 应改用酚红指示剂(0.4g/L 的 20%(V/V)中性乙醇溶液)。

式中：56.1——氢氧化钾的分子量；

V_0, V_1, M, m 见式(2)的说明。

酯含量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、单离和合成香料酯的测定
SN/T 0735.9—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

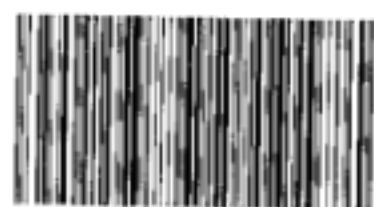
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6千字
1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号:155066·2-12121 定价 6.00 元



SN/T0735.9-1997