

ICS 71.100.60
Y 41



中华人民共和国国家标准

GB/T 14454.11—2008
代替 GB/T 14454.11—1993

香料 含酚量的测定

Fragrance/Flavor substances—Determination of content of phenols

(ISO 1272:2000, Essential oils—Determination of content of phenols, MOD)

2008-07-15 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14454《香料通用试验方法》由下列部分组成：

- 第1部分：香料 试样制备；
- 第2部分：香料 香气评定法；
- 第4部分：香料 折光指数的测定；
- 第5部分：香料 旋光度的测定；
- 第6部分：香料 蒸发后残留物含量的评估；
- 第7部分：香料 冻点的测定；
- 第11部分：香料 含酚量的测定；
- 第12部分：香料 微量氯测定法；
- 第13部分：香料 羰值和羰基化合物含量的测定；
- 第14部分：香料 标准溶液、试液和指示液的制备；
- 第15部分：黄樟油 黄樟素和异黄樟素含量的测定 填充柱气相色谱法。

本部分为 GB/T 14454 的第 11 部分。

本部分修改采用 ISO 1272:2000《精油 含酚量的测定》。本部分与 ISO 1272:2000 的主要差异为删除了 ISO 1272:2000 的取样方法及重复性。

本部分是对 GB/T 14454.11—1993《香料 含酚量的测定》的修订，主要变化为删除了取样方法，增加了试验报告的相关内容。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国香料香精化妆品标准化技术委员会归口。

本部分由上海香料研究所负责起草。

本部分主要起草人：徐易、曹怡、金其璋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14454.11—1993。

香料 含酚量的测定

1 范围

GB/T 14454 的本部分规定了用容量法测定香料含酚量的方法。
本部分适用于酚类为主要成分的香料含酚量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14454 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分。然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 14454.1—2008 香料 试样制备(ISO 356:1996,MOD)

3 原理

把已知体积的香料含有的酚类化合物转化为水溶性的碱性酚盐,然后测出未被溶解的香料体积。

4 试剂

所用试剂均为分析纯试剂,水为蒸馏水或纯度相当的水。

4.1 酒石酸,粉末状。

4.2 氢氧化钾,不含氧化硅和氧化铝,5%(质量分数)水溶液。

4.3 二甲苯,不含能溶于氢氧化钾溶液(4.2)的杂质。

制备方法:加适量氢氧化钾溶液(4.2)于分液漏斗中,振摇,分层后取上层二甲苯备用。

5 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

5.1 移液管,容量为 2 mL、10 mL。

5.2 锥形瓶,容量为 100 mL。

5.3 醛瓶,容量为 125 mL 或 150 mL,颈部长约 150 mm,具 10 mL 刻度和 0.1 mL 分刻度。刻度的零线应稍高于圆筒形颈部的底处,圆锥形壁和垂直颈部构成的角度约为 30°。

5.4 沸水浴。

5.5 玻璃棒。

5.6 分液漏斗,容量为 250 mL。

6 试样制备

按 GB/T 14454.1 的要求。

为了避免在测定时出现相间乳化,可用酒石酸按如下方法进行预处理。

——取 10 mL 以上的试样,然后加入酒石酸(4.1),加入量为 0.02 g/mL。

——剧烈振摇,但不过滤,按照 GB/T 14454.1—2008 中 5.1.3 的规定用硫酸镁干燥。

7 操作程序

用移液管(5.1)吸取 10 mL 经制备的试样(见第 6 章)于含有约 75 mL 氢氧化钾溶液(4.2)的醛瓶

(5.3)中。

在沸水浴中加热 10 min,并至少振摇 3 次。

沿瓶壁缓缓加入氢氧化钾溶液(4.2),再加热 5 min,使未转化为水溶性的碱性酚盐的香料上升到醛瓶有刻度的颈部。为了便于分离附着在壁上的油滴,可用两手旋转醛瓶和轻敲瓶壁。

静置使分层,冷却至室温,当全部未被吸收的油相都集中到瓶颈时,读出油层的体积。

若有乳化现象发生,可用移液管(5.1)加入 2 mL 二甲苯(4.3)。用玻璃棒(5.5)搅拌乳化层并静置。若乳化现象消失,读出油层的体积。若仍有乳化现象,可在最初振摇前加入 2 mL 二甲苯重复试验。

在某些情况下,测定过程中不需要加热的,将在有关香料产品标准中规定。

8 结果的表述

按式(1)计算试样的含酚量 w ,以体积分数表示:

$$w = 10(10 - V) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——未被吸收的油相的体积,单位为毫升(mL)。

如果测定过程中加入了 2 mL 二甲苯,则从体积 V 中减去 2 mL。

结果表示为最近似的整数。

平行试验结果允许差为 1%。

9 试验报告

试验报告应包括:

- 所用的测试方法;
- 所得到的测试结果;
- 如果重复性已得到核实,最后所得到的结果。

试验报告还应该说明本部分中未规定的任何操作条件或被认为可选用的操作条件,以及可能影响测试结果的任何事件。

试验报告应包括对样品的完全鉴别所需要的所有详情。