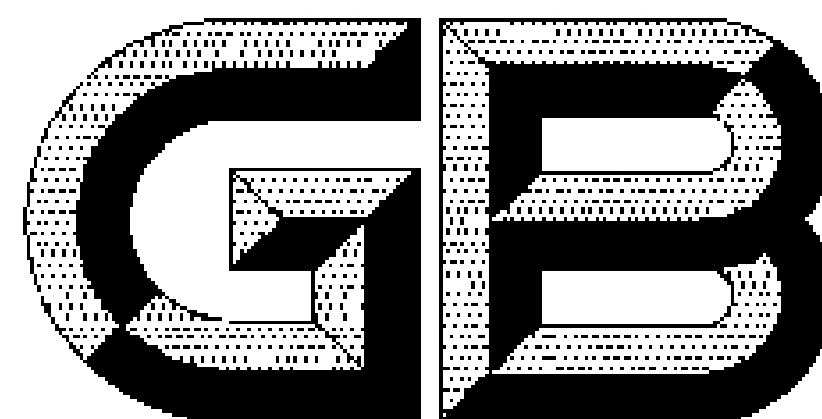




中华人民共和国国家标准

GB/T 14454.14—2008
代替 GB/T 14454.14—1993

香料 标准溶液、试液和指示液的制备

Fragrance/Flavor substances—Preparation of standard solution,
test solution and indicator solution

2008-07-15 发布

2008-12-01 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14部分。

本部分是对 GB/T 14454.14—1993《香料 标准溶液、试液和指示液的制备》的修订，技术内容与 GB/T 14454.14—1993 一致，编写方法按 GB/T 1.1—2000。

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：金其璋、徐易、曹怡。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14454.14—1993。

香料 标准溶液、试液和指示液的制备

1 范围



GB/T 14454 的本部分规定了香料滴定分析用标准溶液、试液和指示液的配制和标定方法。
本部分适用于制备准确浓度之溶液,也适用于试液及指示液的制备。

2 一般规定

- 2.1 GB/T 14454 的本部分中所用的水,在没有注明其他要求时,应为蒸馏水或纯度相当的水。
- 2.2 本部分中所用试剂的纯度至少为分析纯。
- 2.3 分析天平的砝码、滴定管、容量瓶和移液管等均应定期校正。
- 2.4 标定标准溶液浓度时,平行试验不得少于八次,两人各做四平行。每人四平行测定结果的极差以及两人测定结果平均值之差与平均值之比对于 0.5 mol/L 浓度的标准溶液均不得大于 0.1%,对于 0.1 mol/L浓度的标准溶液均不得大于 0.5%(即第四位有效数字之差值不得大于 5)。
- 2.5 制备的标准溶液浓度与规定浓度相对误差不得大于 5%。
- 2.6 滴定分析用标准溶液应在常温 15 ℃~25 ℃下标定和使用,保存时间一般不得超过三个月。

3 标准溶液的配制与标定

3.1 氢氧化钠标准溶液

$c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L},c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

3.1.1 配制

称取 120 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 水中,配成饱和溶液,摇匀,注入聚乙烯塑料桶中,密闭放置至溶液清亮。用塑料管虹吸表 1 规定体积的上层清液,注入 1 000 mL 不含二氧化碳的水中,摇匀。

表 1

$c(\text{NaOH})/(\text{mol/L})$	氢氧化钠饱和溶液/mL
0.5	26
0.1	5

3.1.2 标定

3.1.2.1 测定方法

称取下述规定量的于 105 ℃~110 ℃烘至恒定质量的基准邻苯二甲酸氢钾,称准至 0.000 2 g,溶于表 2 规定体积的不含二氧化碳的水中,加 2 滴酚酞指示液,用配制好的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈粉红色,同时做空白试验。

表 2

$c(\text{NaOH})/(\text{mol/L})$	基准邻苯二甲酸氢钾/g	不含二氧化碳的水/mL
0.5	3	80
0.1	0.6	50

3.1.2.2 计算

氢氧化钠标准溶液浓度按式(1)计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.204\ 2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g)；
- V_1 ——滴定所用氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- V_2 ——空白试验所用氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- 0.204 2——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液相当的以克表示的邻苯二甲酸氢钾的质量。

3.2 盐酸标准溶液

$c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L},c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。

3.2.1 配制

量取表 3 规定体积的盐酸(相对密度为 1.19),注入 1 000 mL 水中,摇匀。

表 3

$c(\text{HCl})/(\text{mol/L})$	盐酸/mL
0.5	45
0.1	9

3.2.2 标定

3.2.2.1 测定方法

称取表 4 规定量的于 270 ℃~300 ℃灼烧至恒定质量的基准无水碳酸钠,称准至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 蒸馏水溶解,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用配制好的盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

表 4

$c(\text{HCl})/(\text{mol/L})$	基准无水碳酸钠/g
0.5	0.8
0.1	0.2

3.2.2.2 计算

盐酸标准溶液浓度按式(2)计算：

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.052\ 99} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- m ——无水碳酸钠的质量,单位为克(g)；
- V_1 ——滴定所用盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- V_2 ——空白试验所用盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- 0.052 99——与 1.00 mL 盐酸标准溶液相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

3.3 硫酸标准溶液

$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L},c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

3.3.1 配制

量取表 5 规定体积的硫酸(相对密度为 1.84),缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却后摇匀。

表 5

$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)/(\text{mol/L})$	硫酸/mL
0.5	14
0.1	3

3.3.2 标定

3.3.2.1 测定方法

称取表 6 规定量的于 270 ℃~300 ℃灼烧至恒定质量的基准无水碳酸钠,称准至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用 50 mL 蒸馏水溶解,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用配制好的硫酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

表 6

$c(1/2H_2SO_4)/(mol/L)$	基准无水碳酸钠/g
0.5	0.8
0.1	0.2

3.3.2.2 计算

硫酸标准溶液浓度按式(3)计算:

$$c(1/2H_2SO_4) = \frac{m}{(V_1 - V_2) \times 0.052\ 99} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- $c(1/2H_2SO_4)$ ——硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- m ——无水碳酸钠的质量,单位为克(g);
- V_1 ——滴定所用硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验所用硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.052 99——与 1.00 mL 硫酸标准溶液相当的以克表示的无水碳酸钠的质量。

3.4 氢氧化钾乙醇标准溶液

$c(KOH \cdot C_2H_5OH) = 0.1\ mol/L。$

3.4.1 配制

称取 6 g 氢氧化钾,溶于 1 000 mL 95%乙醇中,静置使澄清,小心倾取上层透明溶液,或过滤贮存于玻璃瓶中。

3.4.2 标定

3.4.2.1 测定方法

准确量取 25 mL 0.1 mol/L 的盐酸标准溶液,加 50 mL 不含二氧化碳的水及 2 滴酚酞指示液,用配制好的氢氧化钾乙醇溶液滴定至溶液呈粉红色。

3.4.2.2 计算

氢氧化钾乙醇标准溶液浓度按式(4)计算:

$$c(KOH \cdot C_2H_5OH) = \frac{V_1 \times c_1}{V} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- $c(KOH \cdot C_2H_5OH)$ ——氢氧化钾乙醇标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——盐酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_1 ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——滴定所用氢氧化钾乙醇标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4 试液的制备

4.1 精制乙醇(95%)

于每 1 000 mL 工业用 95%乙醇中加入 1 g 硝酸银(AgNO₃),溶于 5 mL 水的溶液,充分混合。另溶解 5 g 氢氧化钾于 25 mL 温热乙醇中,冷却后,缓缓加于上述溶液中,回流 4 h,蒸馏后备用。

GB/T 14454.14—2008

4.2 中性分析纯乙醇或中性精制乙醇(95%)

取适量分析纯乙醇或精制乙醇,加热,加数滴酚酞指示液,趁热用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液中和。

4.3 氢氧化钾乙醇溶液(0.5 mol/L)

溶解 30 g 氢氧化钾于 1 000 mL 95%乙醇中,静置使澄清,小心倾取上层透明溶液,或过滤贮存于玻璃瓶中。溶液如呈现微黄色时则不得使用。

4.4 羟胺溶液

溶解 20 g 盐酸羟胺于 40 mL 蒸馏水中,用 95%乙醇稀释至 400 mL,继续加 300 mL 氢氧化钾乙醇溶液(0.5 mol/L),将溶液搅匀后加入 5 mL 溴酚蓝指示液,静置 30 min 后过滤备用。该试剂使用时需新鲜配制,或可将盐酸羟胺溶液与氢氧化钾乙醇溶液各置一瓶,使用时再混合。

4.5 盐酸羟胺溶液(0.5 mol/L)

溶解 40 g 盐酸羟胺于 50 mL 蒸馏水中,加入 900 mL 95%乙醇,再加 10 mL 溴酚蓝指示液,加入足够量的 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液,使溶液由黄色转呈黄绿色,或用 pH 计调节酸度至 pH=3~4 之间的一点。

5 指示液的制备

5.1 酚酞指示液

称取 1.0 g 酚酞,溶于 60 mL 95%乙醇中,用水稀释至 100 mL。

5.2 溴酚蓝指示液

称取 0.10 g 溴酚蓝,溶于 100 mL 50%乙醇中,过滤后备用。

5.3 甲基红指示液

称取 0.20 g 甲基红,溶于 100 mL 95%乙醇中。

5.4 溴甲酚绿指示液

称取 0.10 g 溴甲酚绿,溶于 100 mL 95%乙醇中。

5.5 溴甲酚绿-甲基红指示液

将溴甲酚绿指示液与甲基红指示液按 3+1 体积比混合,摇匀。

5.6 酚红指示液

称取 0.10 g 酚红,溶于 100 mL 95%乙醇中。