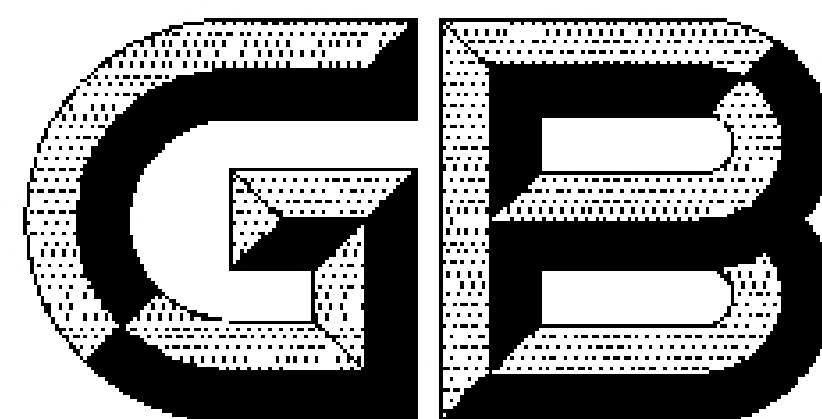




中华人民共和国国家标准

GB/T 14458—2013
代替 GB/T 14458—1993

香花浸膏检验方法

Method for inspection of flower concrete

2013-09-06 发布

2014-02-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 14458—1993《香花浸膏检验方法》。与 GB/T 14458—1993 相比,主要变化如下:

- 增加了“GB/T 14454.14 香料 标准溶液、试液和指示液的制备”的引用(见第 2 章,6.1,7.1);
- 增加了试验报告的相关内容(见第 9 章)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。

本标准起草单位:上海香料研究所、广西产品质量监督检验研究院、天津市产品质量监督检测技术研究院。

本标准主要起草人:徐易、刘培杰、王萍、曹怡、莫佳琳、赵伏生。

本标准于 1993 年 6 月首次发布,本次为第一次修订。



香花浸膏检验方法

1 范围

本标准规定了检验香花浸膏色泽、香气、熔点、酸值、酯值和净油含量的方法。

本标准适用于用香花规格的石油醚浸提香花制成的浸膏的分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 14454.2 香料 香气评定法

GB/T 14454.14 香料 标准溶液、试液和指示液的制备

3 色泽的检定

用内径约 4 mm、长为 60 mm 的无色玻璃管插入样品瓶中取浸膏约 30 mm 高,在白色背景下观察其色泽。

4 香气的评定

按 GB/T 14454.2 的规定。

5 熔点的测定

5.1 仪器

5.1.1 烧杯:250 mL。

5.1.2 温度计:30 ℃~80 ℃。经校正并具有 0.1 ℃或 0.2 ℃分刻度。

5.1.3 毛细管:长约 100 mm,内径 0.9 mm~1.1 mm、管壁厚 0.10 mm~0.15 mm 的中性硬质玻璃管,两端开口。

5.1.4 搅拌器:用玻璃棒或不锈钢丝,一端弯曲成环,直径约为 40 mm。或用磁力搅拌器。

5.2 操作步骤

在尽可能低的温度(60 ℃以下)下,将试样熔化搅匀后,吸入两端开口的毛细管(5.1.3)中,使试样在管中高度为 10 mm。在 10 ℃或 10 ℃以下放置 24 h,必要时可置于冰浴中冷却 2 h 以上。待完全凝固后,将毛细管紧缚在温度计(5.1.2)上,毛细管存样部分之下端应位于温度计水银球的中部。

将温度计和毛细管浸入盛有传温液的烧杯(5.1.1)中,管底距杯底约 20 mm~30 mm,管中存样部分上端在液面下 10 mm。放入搅拌器(5.1.4),将传温液加热并不断搅拌,使温度均匀上升,在达到预

期熔点以下 5℃时,调节升温速率,使每分钟升高 0.5℃~1.0℃。当试样在毛细管中开始上升时的温度即为熔点。

平行试验结果的允许差为 0.3℃。

注:用预经煮沸并冷却到室温的蒸馏水作传温液。

6 酸值的测定

6.1 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。制备方法除特别规定外,应按 GB/T 14454.14 执行。

6.1.1 中性 95%(体积分数)乙醇与甲苯混合溶剂(1:1):取等体积 95%(体积分数)乙醇与甲苯混合后中和之。

6.1.2 氢氧化钠(或氢氧化钾)标准溶液, $c(\text{NaOH}$ 或 $\text{KOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

6.1.3 酚酞指示液。

6.2 仪器

6.2.1 锥形瓶:250 mL。

6.2.2 滴定管:25 mL~50 mL。

6.3 操作步骤



称取预经在 60℃以下熔融的试样 1.5 g~2.0 g(精确至 0.000 2 g)于锥形瓶(6.2.1)中,加 50 mL 乙醇与甲苯混合溶剂(6.1.1),置水浴上温热溶解,取下在室温冷却,加 5~10 滴酚酞指示液(6.1.3),用氢氧化钠(或氢氧化钾)标准溶液(6.1.2)滴定至粉红色呈现并持续 30 s 不褪色即为滴定终点。

6.4 计算

按式(1)计算酸值:

$$AV = \frac{V \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- AV ——酸值;
- V ——滴定试样所耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 56.1 ——氢氧化钾的相对分子质量;
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

平行试验结果的允许差为 0.5。

注:色泽较深的浸膏如白兰浸膏等,滴定终点如不明显,可用酸度计(pH 计),滴定至 pH 为 9.0 或适当减少称样量。

7 酯值的测定

7.1 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。制备方法除特别规定外,应按

GB/T 14454.14 执行。

7.1.1 中性 95% (体积分数) 乙醇与甲苯混合溶剂 (1 : 1); 制备同 6.1.1。

7.1.2 氢氧化钾乙醇溶液, $c(\text{KOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

7.1.3 盐酸标准溶液, $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

7.1.4 酚酞指示液。

7.2 仪器

7.2.1 锥形瓶: 250 mL。

7.2.2 滴定管: 50 mL。

7.2.3 冷凝管: 400 mL, 直形。

7.2.4 移液管: 25 mL。

7.3 操作步骤



称取预经在 60 °C 以下熔化搅匀的试样 1.5 g~2.0 g (精确至 0.000 2 g) 于锥形瓶 (7.2.1) 中, 加 50 mL 乙醇与甲苯混合溶剂 (7.1.1) 溶解之, 再用移液管准确地加入 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液 (7.1.2), 接上冷凝管, 置于沸水浴上回流 1 h。取下, 冷却至室温。加 5~10 滴酚酞指示液 (7.1.4), 用盐酸标准溶液 (7.1.3) 滴定至粉红色消失为止, 同时不加试样按上述操作步骤进行空白试验。

7.4 计算

按式 (2) 计算酯值:

$$EV = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 56.1}{m} - AV \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

EV —— 酯值;

V_0 —— 空白试验所耗盐酸标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 —— 滴定试样所耗盐酸标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

c —— 盐酸标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

56.1 —— 氢氧化钾的相对分子质量;

m —— 试样的质量, 单位为克 (g);

AV —— 酸值。

平行试验结果的允许差为: 酯值在 50 以下为 1; 酯值在 50~100 为 2; 酯值在 100 以上为 3。

注: 如果皂化后色泽较深, 则可用酸度计 (pH 计) 滴定至 pH 为 9.0; 或在滴定前加蒸馏水 30 mL, 空白试验加水量相同。

8 净油含量的测定

8.1 试剂

8.1.1 无水乙醇: 分析纯。

8.2 仪器

8.2.1 温度计: 0 °C~100 °C。

- 8.2.2 高型玻璃杯:高约 13 cm,直径约 7.5 cm。
- 8.2.3 瓷漏斗:直径约 6.5 cm。
- 8.2.4 烧结玻杯漏斗:3 号或 4 号,100 mL。
- 8.2.5 圆底烧瓶:100 mL。
- 8.2.6 广口试剂瓶:125 mL,100 mL 处作标记。
- 8.2.7 水银减压计(安氏)。
- 8.2.8 搅拌器:具有密封装置。
- 8.2.9 冷冻设备:−20 °C 以下。
- 8.2.10 减压蒸馏装置:蒸馏烧瓶容量 100 mL。
- 8.2.11 冷凝器:30 mm,球形。
- 8.2.12 真空干燥器。
- 8.2.13 吸滤瓶。

8.3 操作步骤

称取预经在 60 °C 以下水浴中熔化搅匀的试样 10 g(精确至 0.001 g)置于高型玻璃杯(8.2.2)中,加 80 mL 无水乙醇(8.1.1),移入 50 °C~55 °C 水浴中,接上搅拌器(8.2.8)搅拌 1 h。减压过滤,将滤液倒入广口试剂瓶(8.2.6)。用约 20 mL 无水乙醇(8.1.1)分数次洗涤滤渣,每次用滴管吸取 2 mL~3 mL 滴洗。反复洗涤,直至洗液呈无色。将洗液并入滤液,再加入无水乙醇(8.1.1)至广口试剂瓶(8.2.6) 100 mL 标记处。置广口试剂瓶于冷冻设备(8.2.9)内,在 −15 °C~−20 °C 温度下冷冻 3 h。然后将预先在同样温度冷却 0.5 h 的烧结玻杯漏斗(8.2.4)及吸滤瓶(8.2.13)装置在冷冻设备内进行减压过滤。用 10 mL 同样温度的无水乙醇(8.1.1)滴洗。滤液分二次倒入已称至恒重的圆底烧瓶(8.2.5),在 50 °C~55 °C 水浴中减压(13 332.2 Pa)蒸馏至不见溶剂滴出为止,提高水浴温度至 60 °C,汞柱压力至 5 332.88 Pa,保持 15 min。取出,放置真空干燥器(8.2.12)中,在减压(5 332.88 Pa)下干燥 15 min 后称重。重复以上干燥操作步骤,至前后两次失重相差在 3 mg 以下为恒重。

注:色泽较深的样品,最后的洗液呈浅棕色。

8.4 计算



按式(3)计算净油含量:

$$w(\%) = \frac{m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w ——净油含量(质量分数), %;
 - m₁ ——净油的质量,单位为克(g);
 - m ——试样的质量,单位为克(g)。
- 平行试验结果的允许差为 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；

——如果重现性已得到核实,最后所得到的结果。

试验报告还应该说明本标准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。

