



中华人民共和国国家标准

GB/T 14454.5—2008
代替 GB/T 14454.5—1993

香料 旋光度的测定

Fragrance/Flavor substances—Determination of optical rotation

(ISO 592:1998, Essential oils—Determination of optical rotation, 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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 5 部分。

本部分修改采用 ISO 592:1998《精油 旋光度的测定》。本部分与 ISO 592:1998 相比,主要技术差异如下:

- 删除了 ISO 592:1998 的取样方法;
- 增加了附录 A。

本部分是对 GB/T 14454.5—1993《香料 旋光度的测定》的修订。本部分与 GB/T 14454.5—1993 相比,主要是增加了试验报告的相关内容。

本部分的附录 A 是规范性附录。

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 14454.5—1993。

香料 旋光度的测定

1 范围

GB/T 14454 的本部分规定了测定香料旋光度的方法。

本部分适用于测定香料的旋光度,当被测定的香料在室温下呈固体、半固体或粘度很大、颜色很深时,用香料的溶液测定。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 14454 的本部分。

3.1

旋光度 optical rotation

在规定的温度条件下,波长为 $589.3\text{ nm} \pm 0.3\text{ nm}$ (相当于钠光谱 D 线)的偏振光穿过厚度为 100 mm 的香料时,偏振光振动平面发生旋转的角度,用毫弧度或角的度数来表示。

注:若在不同厚度进行测定时,其旋光度应换算为 100 mm 厚度的值。

3.2

溶液中的旋光度 optical rotation in solution, so-called

比旋度 specific rotation

香料溶液的旋光度与单位体积中香料的质量之比。

4 试剂

4.1 所用试剂均为分析纯试剂,水为蒸馏水或纯度相当的水。

4.2 溶剂(仅在测定香料的比旋度时使用):最好使用 95%(体积分数)的乙醇。使用前应先检查所使用的溶剂的旋光度应为 0° 。

5 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

5.1 旋光仪,精度至少为 ± 0.5 毫弧度($\pm 0.03^\circ$),用水调整到 0° 和 180° 。

旋光仪应该用已知旋光度的石英片进行校验。如果没有石英片,就用每 100 mL 中含 26.00 g 无水纯净蔗糖的水溶液来校验。此溶液在 20°C ,厚度为 200 mm 时的比旋度应为 $+604$ 毫弧度($+34.62^\circ$)。

此仪器应在稳定状态下使用,非电子型仪器应在黑暗中使用。

5.2 光源,任何波长为 $589.3\text{ nm} \pm 0.3\text{ nm}$ 的光源均可使用,最好是钠蒸气灯泡。

5.3 旋光管,通常长度为 $100\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 。

当测定低旋光度的浅色试样时,可使用长度为 $200\text{ mm} \pm 0.5\text{ mm}$ 的旋光管。当测定深色试样时,

如有必要,可使用长度为 50 mm±0.05 mm 或 10 mm±0.05 mm 的旋光管,甚至更短的旋光管。

在 20 ℃或其他规定的温度下测定,应使用配有温度计(5.4)的双壁管,以确保水在所需温度下循环。

对于常温测定,可使用上述旋光管,也可使用其他任何类型的旋光管。

5.4 温度计,测量范围在 10 ℃~30 ℃,具有 0.2 或 0.1 ℃的分刻度。

5.5 恒温控制器,用以将试样的温度控制在 20 ℃±0.2 ℃或其他规定的温度。

6 操作程序

6.1 试样制备

如有必要对试样进行干燥,按 GB/T 14454.1 的规定。

当测定比旋度(见 3.2)时,应按有关香料产品标准中规定的浓度和溶剂(4.2)配制该香料产品的溶液。

6.2 测定

接通光源(5.2),待其至充分亮度。

如有必要,可将试样(6.1)的温度调至 20 ℃±1 ℃或其他规定的温度¹⁾,然后将试样注入同等温度的适当的旋光管(5.3)中。在恒温控制下,开始水循环,使旋光管在测试过程中保持在规定的温度(±0.2 ℃)。

将试样注满旋光管,确保管中无气泡。

将旋光管放入旋光仪(5.1),根据仪器上的刻度读出香料右旋(+)或左旋(-)旋光度。

6.3 测定次数

同一试样至少测定三次。

三次测定的值相互之差不得大于 1.4 毫弧度(0.08°)。取三次读数的平均值即为所测结果。

非电子型旋光仪的操作程序见附录 A。

7 结果的表述

7.1 按式(1)计算旋光度 α'_D ,用毫弧度和/或角的度数表示:

$$\alpha'_D = \frac{A}{l} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

A——偏转角(见 6.3),毫弧度和/或角的度数;

l——旋光管的长度,单位为毫米(mm)。

右旋用(+)表示,左旋用(-)表示。

当不具备水循环双壁旋光管时,应对被测香料使用合适的校正系数加以校正(例如:柑橘油类及其他一些精油的校正系数是已知的)。

注:这些校正系数将在有关香料的产品标准中给出。

7.2 按式(2)计算比旋度 $[\alpha]$,用毫弧度和/或角的度数表示:

$$[\alpha] = \frac{\alpha'_D}{c} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

α'_D ——香料溶液的旋光度,按 7.1 计算;

c——香料溶液的浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

1) 通常测定应在 20 ℃下进行。例外的则按照有关香料产品标准中的规定进行。

平行试验结果允许差为 0.2° 。

8 试验报告

试验报告应包括：

- 所用的测试方法；
- 试验中是否使用了香料溶液，注明溶剂的性质和香料的浓度；
- 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。

附录 A

(规范性附录)

非电子型旋光仪的操作程序

- A.1 接通光源,将光源对准旋光仪的中心轴,使由目镜观察时有清晰的视场,用蒸馏水或溶剂校正刻度盘上的零点。
- A.2 将试样注入 100 mm 旋光管,将旋光管置于中心轴中的起偏振镜与检偏振镜间。
- A.3 调整目镜,使有清晰的视场。转动检偏振镜的螺旋,直至视场中明暗两部分的亮度相同,若此时微向左或微向右转时即发生明暗度的差别。读取刻度盘上的读数,再慢慢地转动检偏振镜的螺旋,用同法再读取刻度盘上的度数两次,取三次读数的平均值,即得试样的旋光度。
-