



中华人民共和国国家标准

GB/T 14455.6—2008

代替 GB/T 14455.6—1993, GB/T 14457.5—1993

香料 酯值或含酯量的测定

Fragrance/Flavor substances—Determination of ester value or ester content

(ISO 709:2001, Essential oils—Determination of ester value, 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 14455《香料通用试验方法》由下列部分组成：

- 第1部分：精油 命名原则；
- 第3部分：香料 乙醇中溶解(混)度的评估；
- 第5部分：香料 酸值或含酸量的测定；
- 第6部分：香料 酯值或含酯量的测定；
- 第7部分：香料 乙酰化后酯值的测定和游离醇与总醇含量的评估。

本部分为 GB/T 14455 的第6部分。

本部分修改采用 ISO 709:2001《精油 酯值的测定》。本部分与 ISO 709:2001 相比，主要技术差异如下：

- 增加了单离及合成香料含酯量的测定方法及计算公式；
- 删除了 ISO 709:2001 的取样方法及附录 A。

本部分是对 GB/T 14455.6—1993《精油 酯值的测定》、GB/T 14457.5—1993《单离及合成香料 含酯量的测定》的合并与修订。本部分与 GB/T 14455.6—1993、GB/T 14457.5—1993 相比，主要变化如下：

- 增加了用电位计来判断终点；
- 增加了试样制备；
- 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：曹怡、徐易、杜世祥、金其璋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14455.6—1993；
- GB/T 14457.5—1993。

香料 酯值或含酯量的测定

1 范围

GB/T 14455 的本部分规定了测定香料酯值或含酯量的方法。

本部分适用于单离及合成香料中单一酯类含酯量、精油酯值的测定。

本部分不适用于混合酯类及难以皂化的酯类的含酯量、含有内酯或较多醛类的精油酯值的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14455 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)

GB/T 14454.14 香料 标准溶液、试液和指示液的制备

GB/T 14455.5 香料 酸值或含酸量的测定(GB/T 14455.5—2008,ISO 1242:1999,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 14455 的本部分。

3.1

酯值 ester value

中和 1 g 香料中所含的酯在水解后释放出的酸所需氢氧化钾的毫克数。

4 原理

在规定的条件下,用氢氧化钾乙醇标准溶液加热水解香料中存在的酯。过量的碱用盐酸标准溶液回滴。

5 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。

5.1 中性分析纯乙醇。

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

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

5.4 指示剂:酚酞指示液,或当香料中含有带酚基团的组分时,用酚红指示液。

注:特殊情况将在有关香料产品标准中规定。

6 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

6.1 皂化瓶,耐碱玻璃制成,有磨砂瓶口,容量为 100 mL~250 mL,装上一根长至少为 1 m,内径为 1 cm~1.5 cm 的带磨砂口的玻璃空气冷凝器。

如有必要,特别是对于那些含有多量轻馏分以及与放置于沸水浴中时间有关的香料,可用冷水回流

冷凝器代替玻璃空气冷凝器。

6.2 量筒,容量为 5 mL 或 25 mL。

6.3 滴定管,容量为 25 mL 或 50 mL,刻度为 0.1 mL。

6.4 移液管,容量为 25 mL。

6.5 沸水浴。

6.6 分析天平。

6.7 电位计。

7 试样制备

按 GB/T 14454.1 的规定。

8 操作程序

8.1 试样

称取约 2 g 精油或适量的单离及合成香料(精确至 0.000 2 g)。

如称样量与上述不同,则在有关香料产品标准中规定。

8.2 空白试验

在同样条件下使用同样的试剂与试样测定(8.3)同时进行,见 8.3.3。

8.3 测定

8.3.1 将试样(8.1)放入皂化瓶(6.1)中。用移液管(6.4)加入 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液(5.2)和一些浮石或瓷片。

对于酯值高的香料,要增加氢氧化钾乙醇溶液(5.2)的加入量,以使 $V_0 - V_1$ (见第 9 章)至少为 10 mL。

对于酯值低的香料,应加大试样量。

接上空气冷凝器,将皂化瓶置于沸水浴(6.5)中,回流 1 h(或按有关香料产品标准中规定的时间进行回流)。

冷却,拆去空气冷凝器。加入 20 mL 水和 5 滴酚酞指示液或者酚红指示液(5.4)(如果香料中含有带酚基团的组分)。

8.3.2 过量的氢氧化钾用盐酸标准溶液(5.3)滴定。

8.3.3 此测定可以在测定过酸值的溶液中进行。空白试验中,在加入 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液前加入一定体积的乙醇(5.1)(这一体积相当于测定过酸值的溶液的体积)。

8.4 电位计

电位计可用于所有的香料,但特别推荐用于颜色较深而滴定终点难判断的香料(如:香根油)。在此情况下,测定和空白试验应使用相同的试剂和仪器。

注:特殊情况将在有关香料产品标准中规定。

9 结果的表述

9.1 计算

9.1.1 酯值

按式(1)计算酯值 EV:

$$EV = \frac{56.1 \times c \times (V_0 - V_1)}{m} - AV \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——盐酸标准溶液(5.3)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——空白试验(8.2)所耗用的盐酸标准溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样测定(8.3.2)所耗用的盐酸标准溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

AV——按 GB/T 14455.5 测得的酸值。

按式(2)计算酯的质量分数 w ,以%表示,以指定的酯计:

$$w = \frac{M_r \times EV}{561} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

M_r ——通常用来表示指定酯的相对分子质量;

EV——由式(1)计算得到的酯值。

当酯值小于 100 时,保留两位有效数字;当酯值等于或大于 100 时,保留三位有效数字。

9.1.2 测定酸值后的酯值

当试样测定是在测定过酸值的溶液中进行时,按式(3)计算酯值 EV:

$$EV = \frac{56.1 \times c \times (V_0 - V'_1)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V'_1 ——新测定过程中耗用的盐酸标准溶液(5.3)的体积,单位为毫升(mL)。

9.2 含酯量

9.2.1 按式(4)计算含酯量 E ,以%表示:

$$E = \frac{(V_0 - V'_1) \times c \times M_r}{10m}$$

结果保留到小数点后一位。

9.2.2 平行试验结果允许差:酯值在 10 以下为 0.2;含酯量在 10%以下为 0.2%;酯值在 10~100 为 0.5;含酯量在 10%以上为 0.5%;酯值在 100 以上为 1.0。

10 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。