



中华人民共和国国家标准

GB/T 14455.5—2008

代替 GB/T 14455.5—1993, GB/T 14457.4—1993

香料 酸值或含酸量的测定

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

(ISO 1242:1999, Essential oils—Determination of acid 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5部分。

本部分修改采用 ISO 1242:1999《精油 酸值的测定》。本部分与 ISO 1242:1999 相比，主要技术差异如下：

- 增加了单离及合成香料酸值和含酸量的测定方法及计算公式；
- 删除了 ISO 1242:1999 的取样方法及精密度的有关规定。

本部分是对 GB/T 14455.5—1993《精油 酸值的测定》、GB/T 14457.4—1993《单离及合成香料 酸值或含酸量的测定》的合并与修订。本部分与 GB/T 14455.5—1993、GB/T 14457.4—1993 相比，主要是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。

香料 酸值或含酸量的测定

1 范围

GB/T 14455 的本部分规定了测定单离及合成香料酸值或含酸量、精油酸值的方法。

本部分不适用于含有较多内酯的精油。

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 14455.6 香料 酯值或含酯量的测定(GB/T 14455.6—2008,ISO 709:2001,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

酸值 acid value

中和 1 g 香料中所含的游离酸所需氢氧化钾的毫克数。

4 原理

用氢氧化钠标准溶液或氢氧化钾乙醇标准溶液中和游离酸。

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 氢氧化钠标准溶液, $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.3 氢氧化钠标准溶液, $c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}$ 。

5.4 氢氧化钾乙醇标准溶液, $c(\text{KOH})=0.1\text{ mol/L}$,在每次试验前标定过。

5.5 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,将在有关香料的产品标准中规定。

6 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

6.1 皂化瓶或锥形瓶,容量为 100 mL~250 mL。

注:如随后要测定酯值或含酯量,皂化装置见 GB/T 14455.6。

6.2 量筒,容量为 5 mL 或 20 mL。

6.3 滴定管,容量为 25 mL 或 50 mL,刻度为 0.1 mL。

6.4 滴定管,容量为 2 mL,刻度为 0.01 mL。

6.5 分析天平。

7 试样制备

按 GB/T 14454.1 的规定。

8 操作程序

8.1 单离及合成香料

称取适量试样(精确到 0.000 2 g)于皂化瓶或锥形瓶(6.1)中,加入 20 mL 乙醇(5.1)和 3 滴指示剂(5.5),用滴定管(6.3 或 6.4)中的氢氧化钠标准溶液(5.2 或 5.3)滴定,直至粉红色呈现,维持 10 s 不褪色,记录所用的氢氧化钠标准溶液的体积。

注 1: 如测定酯值,则保留皂化瓶和其中的溶液。

注 2: 如测定酸值时,氢氧化钠标准溶液(5.2)用量超过 10 mL,则需减少试样重做,或改用氢氧化钠标准溶液(5.3)来滴定。

注 3: 在测定醛类产品的酸值时,粉红色呈现即为终点,因活泼的醛类基团在滴定时极易氧化成酸。

注 4: 对于色泽较深的试样,可多加乙醇(5.1)稀释。

注 5: 在测定甲酸酯类,如甲酸香叶酯、甲酸苄酯等的酸值时,由于该类化合物遇碱极易水解,使酸值偏高,因此在测定此类试样时应保持在冰水浴中进行滴定。

注 6: 在测定水杨酸酯类的酸值时要用 50% 的乙醇代替 95% 的乙醇,并用酚红为指示剂。

8.2 精油

8.2.1 试样量

称取试样 2 g(精确到 0.000 2 g)。

注: 如称样量与上述不同,将在有关香料产品标准中规定。

8.2.2 测定

将试样(8.2.1)放入皂化瓶或锥形瓶(6.1)中,加入 5 mL 乙醇(5.1)和 3 滴指示剂(5.5),用滴定管(6.4)中的氢氧化钾乙醇标准溶液(5.4)滴定上述液体,直至色泽变化维持 10 s,记录所用的氢氧化钾乙醇标准溶液的体积。

注: 如要测定酯值,则保留皂化瓶和其中的溶液。

9 结果的表述

9.1 按式(1)计算酸值 AV:

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

式中:

V ——滴定过程中耗用的氢氧化钠标准溶液(5.2 或 5.3)或氢氧化钾乙醇标准溶液(5.4)的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准溶液或氢氧化钾乙醇标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

若耗用的氢氧化钠标准溶液或氢氧化钾乙醇标准溶液体积小于 0.1 mL,则增加试样量再进行测定。

平行试验结果允许差如下:酸值在 10 以下为 0.2;酸值在 10~100 为 0.5;酸值在 100 以上为 1.0。

9.2 按式(2)计算含酸量 A,以%表示:

$$A = \frac{V \times c \times M_r}{10 m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——滴定过程中耗用的氢氧化钠标准溶液(5.2 或 5.3)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);

m ——试样的质量,单位为克(g);

M_r ——酸的相对分子质量。

结果保留到小数点后一位。

平行试验结果的允许差如下:含酸量在 10% 以下为 0.2%;含酸量在 10% 以上为 0.5%。

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。
