



中华人民共和国国家标准

GB/T 14455.3—2008

代替 GB/T 14455.3—1993, GB/T 14457.1—1993

香料 乙醇中溶解(混)度的评估

Fragrance/Flavor substances—Evaluation of solubility (miscibility) in ethanol

(ISO 875:1999, Essential oils—Evaluation of miscibility in ethanol, 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3部分。

本部分修改采用 ISO 875:1999《精油 乙醇中溶混度的评估》。本部分与 ISO 875:1999 相比，主要技术差异如下：

- 增加了单离及合成香料在乙醇中的溶解度的测定方法；
- 删除了 ISO 875:1999 的取样方法。

本部分是对 GB/T 14455.3—1993《精油 乙醇中溶混度的评估》、GB/T 14457.1—1993《单离及合成香料 乙醇中溶解度测定法》的合并与修订。本部分与 GB/T 14455.3—1993、GB/T 14457.1—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、金其璋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14455.3—1993；
- GB/T 14457.1—1993。

香料 乙醇中溶解(混)度的评估

1 范围

GB/T 14455 的本部分规定了评估精油在已知含量的乙醇水溶液中溶混度及测定单离及合成香料在已知含量的乙醇水溶液中溶解度的方法。

本部分适用于精油溶混度的评估、单离及合成香料溶解度的测定。

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 原理

3.1 精油在乙醇中的溶混度

在 20℃ 时,将适当浓度的乙醇水溶液逐渐加入到精油中,评估溶混度和可能出现的乳色现象。

3.2 单离及合成香料在乙醇中的溶解度

在 25℃ 时,各种单离及合成香料在不同浓度的乙醇水溶液中有不同的溶解度。

注:溶解度是指在规定温度下,1 mL 或 1 g 的单离及合成香料全溶解于一定浓度的乙醇水溶液时所需该乙醇水溶液的体积毫升数。

4 溶混度的分类

4.1 在 20℃ 时,当一体积的某种精油和 V 体积一定浓度的乙醇水溶液混合后澄清透明,再将该浓度的乙醇水溶液渐渐加入至乙醇体积为 20 体积,仍能保持澄清透明,则认为此精油能与 V 体积或更多体积的该浓度的乙醇水溶液混溶。

4.2 在 20℃ 时,当一体积的某种精油和 V 体积一定浓度的乙醇水溶液混合后澄清透明,但在继续渐渐加入 $(V'-V)$ 体积的该浓度的乙醇水溶液后,变为浑浊,且当加入至乙醇体积为 20 体积时仍保持浑浊时,则认为是此精油能与 V 体积该浓度的乙醇水溶液混溶,而稀释至 V' 体积时变为浑浊。

4.3 在 20℃ 时,当一体积的某种精油和 V 体积一定浓度的乙醇水溶液混合后澄清透明,但在继续渐渐加入 $(V'-V)$ 体积的该浓度的乙醇水溶液后,变为浑浊,而在进一步加入 $(V''-V')$ 体积的该浓度的乙醇水溶液后变为澄清透明,则认为此精油能与 V 体积该浓度的乙醇水溶液混溶,而稀释至 V' 到 V'' 体积时变为浑浊。

4.4 将一种精油和一定浓度的乙醇水溶液混合后(按 4.1、4.2 和 4.3 规定的条件)呈乳色,此种乳色和 5.3 中规定的新鲜制备的乳色标准溶液乳色相同,则认为此精油能与该浓度的乙醇水溶液溶混成乳色溶液。

注: V 、 V' 、 V'' 的数值均不大于 20。

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。

5.1 95%(体积分数)乙醇。

5.2 乙醇水溶液:通常使用的乙醇水溶液,乙醇的含量(体积分数)为50%、55%、60%、65%、70%、75%、80%、85%、90%和95%。

制备乙醇水溶液时,可按表1的指示,将蒸馏水加入到乙醇(5.1)中,再用乙醇比重计或密度仪来核对其浓度。

表1 乙醇水溶液的制备

稀释: 100 mL 溶液 中乙醇的毫升 数,精确到 0.1% Q%(体积分数)	为制备相应浓度的 混合液,在20℃时加 到100 mL处于相同温 度±0.1℃下的95% (体积分数)乙醇的蒸 馏水的体积/mL	95%(体积分 数)乙醇的质 量/g	加入水的质 量/g	相对密度和绝对密度	
				1)	2)
				d_{20}^{20} ±0.000 1	ρ_{20} +0.000 01 g/mL
50	95.76	45.9	54.1	0.931 8	0.930 14
55	77.90	51.1	48.9	0.921 6	0.919 96
60	62.92	56.4	43.6	0.910 8	0.909 11
65	50.15	61.8	38.2	0.899 3	0.897 65
70	39.12	67.5	32.5	0.887 2	0.885 56
75	29.47	73.4	26.6	0.874 4	0.872 79
80	20.94	79.5	20.5	0.860 8	0.859 27
85	13.31	85.9	14.1	0.846 4	0.844 85
90	6.40	92.7	7.3	0.830 7	0.828 18
95	0.00	100.0	0.0	0.812 9	0.811 38

5.3 用于测定乳色的标准溶液:将0.5 mL的硝酸银溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$]加到50 mL的氯化钠溶液[$c(\text{NaCl})=0.000\ 2\text{ mol/L}$]中,然后加入一滴浓硝酸($\rho_{20}=1.38\text{ g/mL}$),搅拌溶液后静置5 min,避免直接光照。

使用前,溶液要新鲜配置。

6 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

- 6.1 滴定管,容量为25 mL或50 mL。
- 6.2 移液管,容量为1 mL。在适当的场合(见8.1)可使用分析天平,精度为0.001 g。
- 6.3 量筒或量瓶,容量为25 mL或30 mL,配有不受乙醇和被测试样侵蚀的塞头。
- 6.4 恒温水浴,能使温度保持在规定的温度±0.2℃。
- 6.5 经校准的温度计,用以测定装置(6.4)的温度,具刻度为0.2℃或0.1℃。

7 试样制备

按GB/T 14454.1的规定。

8 操作程序

8.1 试样

用移液管(6.2)将 1 mL 试样置于量筒或量瓶(6.3)中,把盛有试样的量筒或量瓶放在恒温水浴(6.4)中,使温度保持在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (单离及合成香料)、 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (精油)。

注:当试样的物理状态不允许使用移液管时,则称取 $1\text{ g} \pm 0.005\text{ g}$ 试样(精确到 0.001 g)。在这种情况下,定义和结果均以质量/体积表示。

8.2 精油溶混度的评估

用滴定管(6.1)将先调整到 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的已知浓度的乙醇水溶液(5.2)加入精油中,每次加入量为 0.1 mL,并剧烈摇动,直至完全溶混。当混合液澄清时,记下所加入的乙醇水溶液(5.2)的体积。

继续加入乙醇水溶液,每次加入量为 0.1 mL,并充分摇动,直至加入的乙醇水溶液的总体积为 20 mL。

如在 20 mL 加完前出现浑浊或乳色,记下开始出现浑浊或乳色时所加入的乙醇水溶液的体积;如可能,记下浑浊或乳色现象消失时所加入的乙醇水溶液的体积。

如加至 20 mL,还不能得到澄清透明的溶液,则用表 1 中更浓一级的乙醇水溶液重新测定。

乳色:如不能获得澄清透明的溶液而得到乳色液时,则将此乳色液和 5.3 中的标准溶液比较。

8.3 单离及合成香料溶解度的测定

用滴定管(6.1)将先调整到 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的已知浓度的乙醇水溶液(5.2)加入试样中,每次加入量为 0.1 mL,并剧烈摇动,直至完全溶解。当溶液澄清时,记录加入乙醇水溶液的毫升数,即为溶解度。或按有关香料的产品标准中溶解度的规定,一次加入规定浓度及体积的乙醇水溶液,保温并振摇片刻,如能得到澄清溶液,即作为通过。

注 1:溶解度的测定,通常用乙醇作为溶剂。用其他溶剂时,将在有关香料产品标准中指出。

注 2:在测定时,如加入某种浓度的乙醇水溶液到 10 mL 时,还不能得到澄清透明的溶液,则用表 1 中更浓一级的乙醇水溶液重新测定。

9 结果的表述

9.1 精油的溶混度

在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,精油与 Q 浓度的乙醇水溶液(见表 1)的溶混度表示如下:

a) 第一种情况(4.1):

1 体积的精油溶在 V 体积 Q 浓度的乙醇水溶液中;

b) 第二种情况(4.2):

1 体积的精油溶在 V 体积 Q 浓度的乙醇水溶液中,而在 V' 体积同浓度的乙醇水溶液中出现浑浊;

c) 第三种情况(4.3):

1 体积的精油溶在 V 体积 Q 浓度的乙醇水溶液中,而在 V' 至 V'' 体积同浓度的乙醇水溶液中出现浑浊;

其中:

V——获得澄清透明溶液所需的 Q 浓度乙醇水溶液的体积,单位为毫升(mL);

V'——澄清透明后产生浑浊时所需的 Q 浓度乙醇水溶液的体积,单位为毫升(mL);

V''——当浑浊消失所需的 Q 浓度乙醇水溶液的体积,单位为毫升(mL)。

V、V'、V'' 表示到小数点后一位。

d) 第四种情况(4.4):

如果只发生乳色现象(见 4.4),则报告乳色是否大于、等于或小于标准溶液(5.3)的乳色。

9.2 单离及合成香料的溶解度

在 25 ℃时,试样溶在 V 体积 Q 浓度的乙醇水溶液(见表 1)中。

10 试验报告

试验报告应包括:

- 所用的测试方法;
- 使用乙醇水溶液的浓度 Q ;
- 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。
