SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0735.12—1997

出口芳香油、单离和合成香料芳樟醇的测定 二甲基苯胺-氯化乙酰法

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export —Determination of linalool—Dimethyl aniline/acetyl chloride method

1997-12-22 发布　　1998-05-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局　发布

前　言

本标准是对 ZB Y40 008—86《出口芳香油、单离和合成香料　芳樟醇的测定　二甲基苯胺/氯化乙酰法》的修订。

ZB Y40 008—86 由上海进出口商品检验局姚信君、陈懋英起草。

本标准与前版无技术内容的改变，仅在标准格式上按照 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第 1 单元：标准的起草与表述规则　第 1 部分：标准编写的基本规定》的要求进行修订。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国上海进出口商品检验局负责修订。

本标准主要起草人：杨勇、李晓琪。

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口芳香油、单离和合成香料芳樟醇的测定 二甲基苯胺-氯化乙酰法

SN/T 0735.12—1997

代替 ZB Y40 008—86

Essential oils, perfumery isolates and synthetics for export —Determination of linalool—Dimethyl aniline/acetyl chloride method

1 范围

本标准规定了出口芳香油、单离和合成香料芳樟醇的测定方法。

本标准适用于出口芳香油、单离和合成香料芳樟醇的含量测定，主要用于芳油、芳樟油和单离或合成的芳樟醇。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 14454.1—93 香料 试样制备

GB/T 14455.2—93 精油 取样方法

3 原理

试样加入二甲基苯胺进行稀释，氯化乙酰在乙酸酐的存在下，使试样中的叔醇乙酰化。以氢氧化钾乙醇溶液皂化乙酰化的试样，从所耗碱的量，计算试样中的芳樟醇含量。

4 试剂

所用试剂除注明外均为分析纯。

4.1 二甲基苯胺：不含一甲基苯胺。

4.2 乙酸酐：浓度 98%以上。

4.3 酚酞指示剂：1g 酚酞溶于 100mL95%(V/V)中性乙醇中。

4.4 甲基橙指示剂：0.1%水溶液。

4.5 苯二甲酸氢钾：基准试剂。

4.6 无水碳酸钠：基准试剂。

4.7 氯化乙酰：99%以上，按下法测定其纯度：取 25mL～30mL 蒸馏水，置入具玻璃塞的 100mL 锥形瓶中，称重(准确至0.0002g)，在摇动混合下滴加 0.8g～0.9g 氯化乙酰，冷至室温后再称重(准确至0.0002g)。加酚酞指示剂(4.3)数滴，用氢氧化钠标准溶液(4.8)滴定至终点。按式(1)计算氯化乙酰含量百分数(y)：

$$y=\frac{M\times V\times 78.5/2\times 1000}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

中华人民共和国国家进出口商品检验局1997-12-22批准 1998-05-01实施

式中：M——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

V——滴定所耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；

78.5——氯化乙酰分子量；

m——氯化乙酰的质量，g。

4.8 氢氧化钠标准溶液〔c(NaOH)=0.5mol/L〕：将氢氧化钠配制成饱和溶液（约19mol/L），冷却后注入聚乙烯塑料瓶中，放置至溶液澄清。取28mL澄清的氢氧化钠饱和液于1L容量瓶中，以刚经煮沸冷却的蒸馏水稀释至刻度，摇匀。按下法标定其浓度：称取于105℃～110℃烘至恒重的苯二甲酸氢钾（4.5）3g（准确至0.0002g），置于250mL锥形瓶中，用75mL刚经煮沸冷却的蒸馏水溶解。加入2滴酚酞指示剂（4.3），用氢氧化钠标准溶液滴定至粉红色。按式（2）计算氢氧化钠标准溶液的浓度（M）：

$$M=\frac{m}{V\times 204.2/1000} \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：m——苯二甲酸氢钾的质量，g；

V——滴定所耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；

204.2——苯二甲酸氢钾分子量。

4.9 无水硫酸镁或无水硫酸钠：经干燥并研细。

4.10 硫酸溶液：5%（V/V）。

4.11 碳酸钠溶液：10%（W/V）。

4.12 氯化钠饱和溶液。

4.13 氢氧化钾乙醇溶液〔c(KOH)=0.5mol/L〕：取30g氢氧化钾溶于1L95%（V/V）乙醇中，放置使澄清，小心倾出上层透明澄清液，储于玻璃瓶中。溶液呈黄色时，应重新配制。

4.14 盐酸标准溶液〔c(HCl)=0.5mol/L〕：量取42mL盐酸（比重1.19），缓缓注入蒸馏水中稀释至1000mL并按下法标定其浓度：称取在260℃～270℃预经干燥半小时的无水碳酸钠（4.6）0.8g～1.0g（称准至0.0002g）。置于250mL锥形瓶中，用50mL刚经煮沸并冷却的蒸馏水溶解，加二滴甲基橙指示剂（4.4），用盐酸标准溶液滴定至橙色，并按式（3）计算其摩尔浓度（M）。

$$M=\frac{m}{V/1000\times 106/2} \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：m——无水碳酸钠质量，g；

V——滴定所耗盐酸标准溶液的体积，mL；

106——碳酸钠分子量。

5 仪器

5.1 100mL具塞磨口锥形玻璃瓶。

5.2 水浴。

5.3 量筒：100mL，20mL，10mL。

5.4 皂化装置：250mL抗碱性玻璃锥形瓶，通过磨口接头连接一根长约1m，直径约10mm的空气冷凝管。

5.5 移液管：50mL。

5.6 分液漏斗：250mL。

5.7 滴定管：50mL，分刻度0.1mL。

6 取样

按GB/T 14455.2进行。

7 操作程序

7.1 试样的制备

按 GB/T 14454.1 进行。

7.2 测定

量取预先用无水硫酸镁或无水硫酸钠(4.9)干燥过的 10mL 试样，置入具玻璃塞的 100mL 锥形瓶中，置冰水浴中进行冷却，向已冷却的试样中加入 20mL 二甲基苯胺(4.1)，摇匀，仍置于冰水浴中。加入 8mL 氯化乙酰及 5mL 乙酸酐，继续冷却数分钟，移至室温放置半小时，再浸入 40℃±1℃的水浴中 3h(瓶底离浴底不少于 10mm，而液面须低于水面 20mm～30mm)。取出，倾入分液漏斗，用冰水洗涤三次，每次用 75mL。继续依次用 25mL 5%硫酸(4.10)洗涤三次(可将洗涤分出的酸液与适量的碱作用，如不放出二甲基苯胺，即表明已洗净)，10mL 10%碳酸钠溶液(4.11)洗涤一次，50mL 氯化钠饱和溶液(4.12)洗涤三次，最后用蒸馏水洗涤一次(水洗时应轻摇)。分层后，弃去下层水溶液。将所得乙酰化油置于 25mL 的锥形瓶内，加入无水硫酸镁或无水硫酸钠 3g，将瓶塞塞紧，不时振荡，待油层澄清，过滤。称取脱水乙酰化试样约 2g(准确至 0.0002g)于 250mL 锥形瓶(5.4)中，用移液管(5.5)准确加入氢氧化钾乙醇溶液(4.13)50mL，接上空气冷凝管，置沸水浴上加热皂化 1h。取下冷却后，加入蒸馏水 30mL 及酚酞指示剂(4.3)10 滴，以盐酸标准溶液(4.14)滴定。同时按上述操作程序做空白试验。

8 结果的表述和计算

8.1 芳樟醇含量的质量百分数(X_1)，按式(4)计算：

$$X_1=\frac{(V_0-V_1)\times M\times 154.3/1000}{m-(V_0-V_1)\times M\times 42/1000}\times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：V_0——空白试验所耗盐酸标准溶液的体积，mL；

V_1——滴定试样所耗盐酸标准溶液的体积，mL；

M——盐酸标准溶液的浓度，mol/L；

154.3——芳樟醇的分子量；

42——乙酸芳樟酯与芳樟醇分子量的差数；

m——乙酰化试样的质量，g。

8.2 当试样含有一定量的酯时，以总芳樟醇含量表示的质量百分数(X_2)可按式(5)计算：

$$X_2=\frac{(V_0-V_1)\times M\times 154.3/1000}{m-(V_0-V_1)\times M\times 42/1000}\times(1-0.21\times e/100)\times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中：0.21——乙酰基与乙酸芳樟酯质量的比数；

e——试样酯含量(以乙酸芳樟酯计)的百分数；

V_0，V_1，M，m，154.3，42 见式(4)的说明。

平行试验结果的允许差为 0.5%。