



中国
国家
标准
汇编

中国国家标准汇编

188

GB 14457~14467

中国标准出版社

1994

(京)新登字 023 号

图书在版编目(CIP)数据

中国国家标准汇编 (188) GB 14457~14467/中国
标准出版社编。—北京:中国标准出版社,1994
ISBN 7-5066-1052-3

I. 中… II. 中… III. 国家标准-中国-汇编 IV. T-652
.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(94)第 12628 号

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

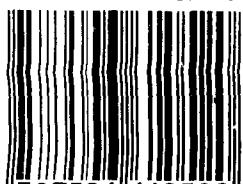
开本 880×1230 1/16 印张 54 字数 1718 千字
1995 年 1 月第一版 1995 年 1 月第一次印刷

印数 1—4 000 定价 50.00 元

标 目 252—07



ISBN 7-5066-1052-3



9 787506 610520 >

出 版 说 明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为第 188 分册,收入了国家标准 GB 14457~14467 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1994 年 9 月

目 录

GB/T 14457.1—93	单离及合成香料	乙醇中溶解度测定法	(1)
GB/T 14457.2—93	单离及合成香料	沸程测定法	(3)
GB/T 14457.3—93	单离及合成香料	熔点测定法	(11)
GB/T 14457.4—93	单离及合成香料	酸值或含酸量的测定	(13)
GB/T 14457.5—93	单离及合成香料	含酯量的测定	(15)
GB/T 14457.6—93	单离及合成香料	伯醇或仲醇含量的测定 乙酰化法	(17)
GB/T 14457.7—93	单离及合成香料	伯醇或仲醇含量的测定 乙酰吡啶法	(19)
GB/T 14457.8—93	单离及合成香料	叔醇含量的测定 氯乙酰-二甲基苯胺法	(21)
GB/T 14458—93	香花浸膏检验方法		(24)
GB/T 14459—93	贵金属首饰计数抽样检查规则		(28)
GB/T 14460—93	涤纶低弹丝		(31)
GB/T 14461—93	包装容器 3~10t 柔性集装袋		(36)
GB/T 14462—93	维纶短纤维		(43)
GB/T 14463—93	粘胶短纤维		(50)
GB/T 14464—93	涤纶短纤维		(72)
GB/T 14465—93	材料阻尼特性术语		(76)
GB/T 14466—93	胶体磨通用技术条件		(86)
GB/T 14467—93	中国植物分类与代码		(93)

中华人民共和国国家标准

单离及合成香料 乙醇中溶解度测定法 GB/T 14457.1—93

Isolate and synthetic aroma chemicals —Method for determination of solubility in ethanol

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定单离及合成香料在规定温度下在乙醇中溶解度的方法。
本标准适用于含单一化学成分的单离及合成香料。

2 定义

溶解度:在规定温度下,1mL 或 1g 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溶液的体积毫升数。

3 原理

各种单离及合成香料在不同浓度的乙醇溶液中有不同的溶解度。

4 仪器

- 4.1 量筒:具磨砂玻塞的 10mL 或 20mL 量筒,有 0.1mL 的分刻度。
- 4.2 移液管:1mL。
- 4.3 分析天平。
- 4.4 恒温水浴。
- 4.5 经校正的温度计:用以控制恒温水浴(4.4)温度,有 0.1 或 0.2℃的分刻度。

5 试剂

除特别注明外,试验中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 乙醇和水的混合液:乙醇的含量可以是:50%、60%、70%、80%、90%和 95%(V/V)。
- 5.2 制备混合液时,可按附录 A(补充件)将蒸馏水加到 95%(V/V)分析纯的乙醇中,并用测定相应的相对密度进行校核。

6 操作步骤

准确量取或称取 1mL 或 1g 试样,置于量筒(4.1)中,按规定温度在水浴(4.4)中保温,用滴管缓缓地逐滴加入一定浓度的乙醇水溶液,每次加入后,均须摇匀,加入至溶液澄清时记录加入乙醇溶液的毫升数,即为溶解度。或按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,将在有关产品标准中指出。

② 在测定时,如加入某种浓度的乙醇水溶液到 10mL 时,尚不能得到澄清溶液,可试用浓度较高的乙醇水溶液重新进行试验。

附 录 A
乙醇和水混合液的制备
(补充件)

乙醇, % (V/V)	95%(V/V)乙醇 的需要量, mL	最后容量 mL	相对密度 (20/20℃)
95	1 000	1 000	0.812 3~0.813 0
90	948	1 000	0.830 3~0.830 9
80	842	1 000	0.860 4~0.860 9
70	737	1 000	0.886 8~0.887 8
60	632	1 000	0.910 5~0.910 9
50	526	1 000	0.931 6~0.932 0

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国香料标准化中心归口。

本标准由轻工业部香料工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人徐彩娟、黄振卿。

自本标准实施之日起,原轻工业部发布的部标准 QB 800—81《香料统一检验方法——溶解度测定法》作废。

- 4.3 辅助温度计:有 1℃ 的分刻度,附于测量温度计上,使其水银球在测定温度计露出塞外部分水银柱的中部。
- 4.4 冷凝器:用硼硅酸盐玻璃制成。在样品沸程高于 150℃ 时,采用空气冷凝器。
- 4.5 接收器:容积为 100mL,两端分度值为 0.5mL,见图 2。

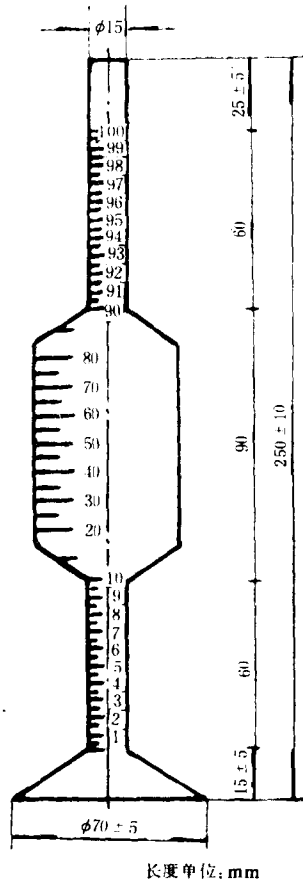


图 2

- 4.6 蒸馏瓶的金属外罩:见图 3。

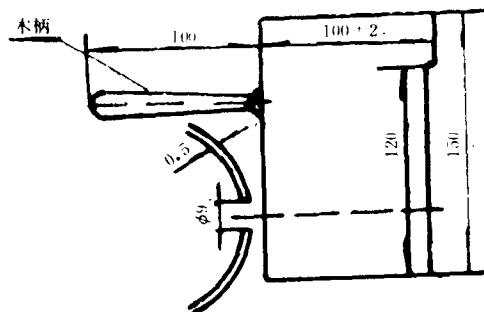


图 3

- 4.7 热源的金属外罩:见图 4。

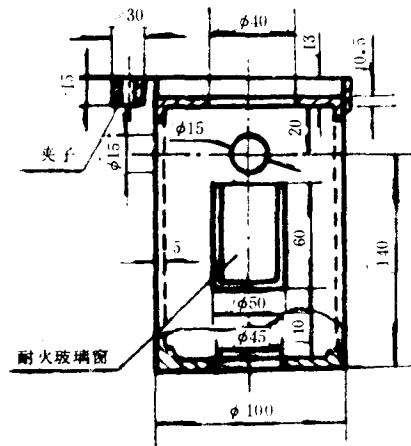


图 4

4.8 接合装置:见图 5。

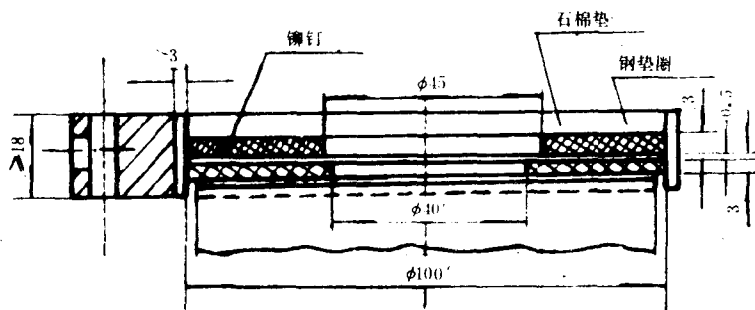


图 5

4.9 热源:可使用煤气灯或电加热装置。在样品沸点低于 80°C 时,应除去外罩,用水浴加热,水浴液面始终不得超过样品液面。

5 操作步骤

5.1 仪器的安装,见图 6。

使测量温度计水银柱上端与蒸馏瓶的瓶颈和支管接合部的下沿保持水平。

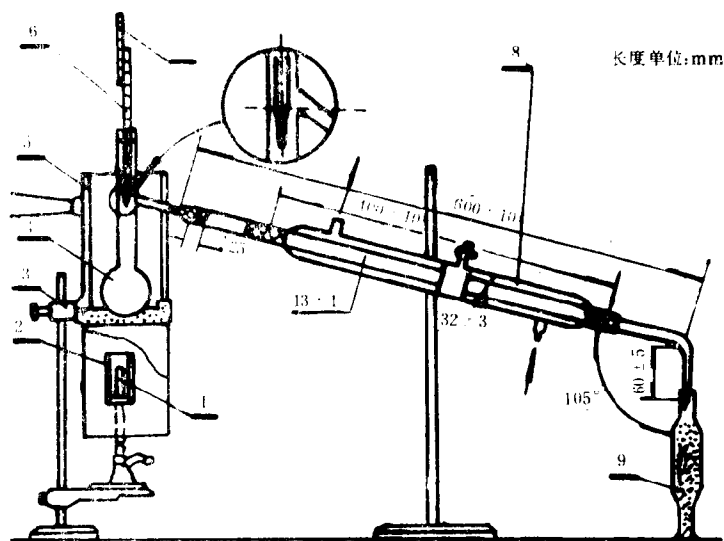


图 6 蒸馏装置

- 1 热源;2 热源的金属外罩;3 接合装置;4 支管蒸馏瓶;5 蒸馏瓶的金属外罩;
6 温度计;7 辅助温度计;8 冷凝器;9 量筒

5.2 气压与温度的校正

5.2.1 将标准中所规定的沸程温度换算成观察气压下的沸程温度。记录气压和室温，并按式(1)换算 0℃时的气压：

$$p_0 = p_t - \Delta p \dots\dots\dots (1)$$

式中： p_0 ——0℃时的气压，hPa；

p_t ——室温时的气压，hPa；

Δp ——由室温时之气压换算至 0℃时的气压之校正值，hPa，见表 1。

根据 0℃时气压与标准气压之差数及标准中规定的沸程温度，按表 2 求出相应的温度校正值。当 0℃时气压高于 1 013.25hPa时，自规定的沸程温度加上此校正值，反之则减。

表 1 气压计读数的校正值

室温 ℃	气 压 计 读 数, hPa							
	925	950	975	1 000	1 025	1 050	1 075	1 100
10	1.51	1.55	1.59	1.63	1.67	1.71	1.75	1.79
11	1.66	1.70	1.75	1.79	1.84	1.88	1.93	1.97
12	1.81	1.86	1.90	1.95	2.00	2.05	2.10	2.15
13	1.96	2.01	2.06	2.12	2.17	2.22	2.28	2.33
14	2.11	2.16	2.22	2.28	2.34	2.39	2.45	2.51
15	2.26	2.32	2.38	2.44	2.50	2.56	2.63	2.69

续表 1

室温 C	气 压 计 读 数,hPa							
	925	950	975	1 000	1 025	1 050	1 075	1 100
16	2.41	2.47	2.54	2.60	2.67	2.73	2.80	2.87
17	2.56	2.63	2.70	2.77	2.83	2.90	2.97	3.04
18	2.71	2.78	2.85	2.93	3.00	3.07	3.15	3.22
19	2.86	2.93	3.01	3.09	3.17	3.25	3.32	3.40
20	3.01	3.09	3.17	3.25	3.33	3.42	3.50	3.58
21	3.10	3.24	3.33	3.41	3.50	3.59	3.67	3.76
22	3.31	3.40	3.49	3.58	3.67	3.76	3.85	3.94
23	3.46	3.55	3.65	3.74	3.83	3.93	4.02	4.12
24	3.61	3.71	3.81	3.90	4.00	4.10	4.20	4.29
25	3.76	3.86	3.96	4.06	4.17	4.27	4.37	4.47
26	3.91	4.01	4.12	4.23	4.33	4.44	4.55	4.66
27	4.06	4.17	4.28	4.39	4.50	4.61	4.72	4.83
28	4.21	4.32	4.41	4.55	4.66	4.78	4.89	5.01
29	4.36	4.47	4.59	4.71	4.83	4.95	5.07	5.19
30	4.51	4.63	4.75	4.87	5.00	5.12	5.24	5.37
31	4.66	4.79	4.91	5.04	5.16	5.29	5.41	5.54
32	4.81	4.94	5.07	5.20	5.33	5.46	5.59	5.72
33	4.96	5.09	5.23	5.36	5.49	5.63	5.76	5.90
34	5.11	5.25	5.38	5.52	5.66	5.80	5.94	6.07
35	5.26	5.40	5.54	5.68	5.82	5.97	6.11	6.25

表 2 沸程温度随气压变化的校正值

标准中规定的沸程温度, °C	气压相差 1hPa 的校正值, °C
10~30	0.026
30~50	0.029
50~70	0.030
70~90	0.032
90~110	0.034
110~130	0.035
130~150	0.038
150~170	0.039
170~190	0.041
190~210	0.043
210~230	0.044
230~250	0.047
250~270	0.048
270~290	0.050
290~310	0.052
310~330	0.053
330~350	0.056
350~370	0.057
370~390	0.059
390~410	0.061

5.2.2 在与测定样品同样的条件下,进行蒸馏,按式(2)求出温度计水银柱露出塞外部分的校正值 Δt :

$$\Delta t = 0.00016h(t_1 - t_2) \dots\dots\dots (2)$$

式中: h ——温度计露出塞上部分的水银柱高度, °C;

t_1 ——观察温度, °C;

t_2 ——附着于 $1/2h$ 处的辅助温度计温度, °C。

将 5.2.1 条校正后的温度减去此校正值, 即得到观察气压下的沸程温度。

5.2.3 蒸馏

用接收器量取 $100 \pm 1\text{mL}$ 样品, 若样品的沸程温度下限低于 80°C , 则应在 $5 \sim 10^\circ\text{C}$ 的温度下量取样品及测量馏出液体积(接收器自口以下 25mm 处均应浸入 $5 \sim 10^\circ\text{C}$ 水浴中)。若样品的沸程温度下限高于 80°C 则在常温下进行, 若样品的沸程温度范围上限高于 150°C , 则应采用空气冷凝, 在常温下量取样品及测量馏出液体积。此接收器不必干燥即可作接收器, 置于冷凝管下端, 使冷凝管口进入接收器部分不少于 25mm , 也不低于 100mL 刻度线, 量筒口塞以棉塞。支管蒸馏瓶放入沸石。蒸馏速度一般自加热起至第一滴冷凝液滴入接收器的时间不少于 5min , 也不迟于 10min , 此后按每 1min 蒸馏出 $3 \sim 4\text{mL}$ 的速度进行。

记录观察沸程温度范围内的馏出物体积, 即为该被测物沸程。

附 录 A
二甲苯沸程的测定实例
(参考件)

已知:规定的沸程(分析纯)	137~140℃
室温	24.5℃
气压(24.5℃之气压)	999.93hPa
辅助温度计读数	35.0℃
温度计刚露出塞外处的刻度	109.0℃

试求:应观察的沸程温度

解: a. 将观察气压换算至 0℃的气压:

$$p_0 = 999.92 - 4.0 = 995.92(\text{hPa})$$

b. 求出气压对沸程的校正值:

$$t = 0.038(1013.25 - 995.92) = 0.66(^\circ\text{C})$$

c. 温度计水银柱露出塞上部分的校正值:

$$137.0^\circ\text{C}:$$

$$\Delta t_1 = 0.00016(137.0 - 109.0)(137.0 - 35.0) = 0.46(^\circ\text{C})$$

$$140.0^\circ\text{C}:$$

$$\Delta t_2 = 0.00016(140.0 - 109.0)(140.0 - 35.0) = 0.52(^\circ\text{C})$$

$$137.0 - 0.66 - 0.46 = 135.9^\circ\text{C}$$

$$140.0 - 0.66 - 0.52 = 138.8^\circ\text{C}$$

因此 135.9~138.8℃即为应观测的沸程温度。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国香料标准化中心归口。

本标准由轻工业部香料工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人杜世祥、黄振卿。

自本标准实施之日起,原轻工业部发布的部标准 QB 802—81《香料统一检验方法——沸程测定法》作废。

中华人民共和国国家标准

单离及合成香料 熔点测定法

GB/T 14457.3—93

Isolate and synthetic aroma chemicals
—Method for determination of melting point

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用毛细管测定单离及合成香料熔点的方法。
本标准适用于结晶或粉末状的单离及合成香料熔点的测定。

2 定义

用熔点管测定试样得到开始熔化的温度称为熔点；试样从开始熔化至全部熔化时的温度范围称为熔程。

3 原理

以加热的方式使熔点管中的试样不断升温，通过目测法观察初熔的温度。

4 仪器

4.1 熔点管(毛细管)

用中性硬质玻璃制成的毛细管，一端熔封，管长约 100mm，内径 0.9～1.1mm，壁厚 0.10～0.15mm。

4.2 温度计

4.2.1 测量温度计

具适当量程的精密温度计，分刻度为 0.1 或 0.2℃。

4.2.2 辅助温度计

具适当量程、分刻度为 1℃ 的温度计。

4.3 加热装置

使用可控制温度的加热装置。

a. 磁力搅拌器。

b. 高型烧杯：容积约为 600mL，蛇形玻璃管中固定一功率为 300W 的电热丝。用调压变压器控制温度。

4.4 传温液体

应选用沸点高于被测试样的终熔温度，而且性能稳定、清澈透明、粘度较小的液体作为传温液体。熔点在 150℃ 以下的可采用甘油或液体石蜡，熔点在 150℃ 以上的可采用硅油。

5 操作步骤

5.1 取少量试样研成尽可能细的粉末，连同一端封闭的熔点管放入干燥器中充分干燥(至少 16h)。取

国家技术监督局 1993-06-05 批准

1994-01-01 实施

出,将试样装入熔点管中用一长约 1m 的干燥玻璃管直立于玻璃板或坚实桌面上,将装有试样的熔点管在其中重复投落数次,直至试样紧密地沉入管底,高度为 2~3mm,备用。

5.2 将上述熔点管附着于温度计上,使熔点管的贮样部分与水银球的中部处于同一水平。打开磁力搅拌器,调节加热装置,将传温液的温度缓缓升至比试样所规定的熔点低约 10℃时,将附有熔点管的温度计放入传温液中,温度计水银球应位于传温液的中部,熔点管距杯底至少 25mm(用内加热的装置:温度计水银球表面距加热表面应 25mm 以上)。控制升温速率稳定保持在 1.0~1.5℃/min。

5.3 当试样出现明显的局部液化或有明显的崩离管壁现象时的温度为始熔点即为熔点;当试样完全熔化时的温度为终熔点。始熔点至终熔点的温度范围即为熔程。

注:① 熔点管必须预先洗净、烘干。管内壁如有碱性物质或尘屑、水汽等时,都可使测得的熔点偏低。

② 易分解的试样升温速度以 3℃/min 为宜,明显崩离管壁(或开始产生气泡,即物质分解时)为始熔点。

③ 有些物质如樟脑等在测定熔点时,可用内径较大的熔点管,这将在具体产品标准中指出。

6 结果的计算

如测定中使用的是全浸式温度计,则应对所测得的熔点值进行校正,校正值按下式计算:

$$\Delta t = 0.000\ 16(t_1 - t_2)N$$

式中: Δt ——校正值,℃;

0.000 16——水银在温度计中的平均膨胀系数,1/℃;

N ——温度计暴露在传温液外的度数,℃;

t_1 ——温度计显示的熔点度数,℃;

t_2 ——辅助温度计所显示的温度,℃。

平行试验结果的允许差为 0.2℃。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由全国香料标准化中心归口。

本标准由轻工业部香料工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人黄振卿、徐易、万馥馨。

自本标准实施之日起,原轻工业部发布的部标准 QB 801—81《香料统一检验方法——熔点测定法》作废。