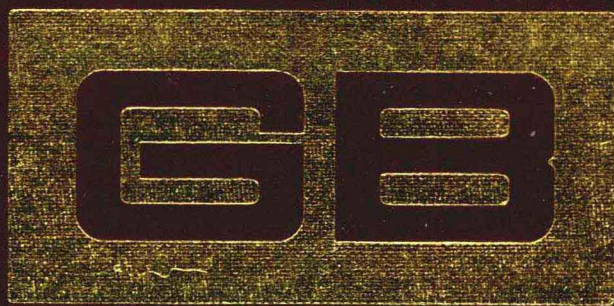




2008年 修订-73

中国国家标准汇编

2008 年修订-73

中国标准出版社 编

中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编: 2008 年修订. 73/中国标准出版社
编. —北京: 中国标准出版社, 2009

ISBN 978-7-5066-5607-8

I. 中… II. 中… III. 国家标准-汇编-中国-2008
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 204415 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 37.5 字数 1 115 千字

2009 年 12 月第一版 2009 年 12 月第一次印刷

*

定价 200.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

ISBN 978-7-5066-5607-8



9 787506 656078 >

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。它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,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。

2. 《中国国家标准汇编》收入我国每年正式发布的全部国家标准,分为“制定”卷和“修订”卷两种编辑版本。

“制定”卷收入上年度我国发布的、新制定的国家标准,顺延前年度标准编号分成若干分册,封面和书脊上注明“20××年制定”字样及分册号,分册号一直连续。各分册中的标准是按照标准编号顺序连续排列的,如有标准顺序号缺号的,除特殊情况注明外,暂为空号。

“修订”卷收入上年度我国发布的、被修订的国家标准,视篇幅分设若干分册,但与“制定”卷分册号无关联,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样。“修订”卷各分册中的标准,仍按标准编号顺序排列(但不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。需提请读者注意的是,个别非顺延前年度标准编号的新制定的国家标准没有收入在“制定”卷中,而是收入在“修订”卷中。

读者配套购买《中国国家标准汇编》“制定”卷和“修订”卷则可收齐上一年度我国制定和修订的全部国家标准。

3. 由于读者需求的变化,自 1996 年起,《中国国家标准汇编》仅出版精装本。

4. 2008 年制修订国家标准共 5946 项。本分册为“2008 年修订-73”,收入新制修订的国家标准 36 项。

中国标准出版社

2009 年 10 月

目 录

GB/T 14454.12—2008	香料	微量氯测定法	1
GB/T 14454.13—2008	香料	碳值和碳基化合物含量的测定	5
GB/T 14454.14—2008	香料	标准溶液、试液和指示液的制备	17
GB/T 14454.15—2008	黄樟油	黄樟素和异黄樟素含量的测定 填充柱气相色谱法	23
GB/T 14455.1—2008	精油	命名原则	31
GB/T 14455.3—2008	香料	乙醇中溶解(混)度的评估	35
GB/T 14455.5—2008	香料	酸值或含酸量的测定	41
GB/T 14455.6—2008	香料	酯值或含酯量的测定	47
GB/T 14455.7—2008	香料	乙酰化后酯值的测定和游离醇与总醇含量的评估	53
GB/T 14456.1—2008	绿茶	第1部分:基本要求	63
GB/T 14456.2—2008	绿茶	第2部分:大叶种绿茶	69
GB/T 14457.3—2008	香料	熔点测定法	77
GB/T 14460—2008	涤纶低弹丝		81
GB/T 14463—2008	粘胶短纤维		89
GB/T 14464—2008	涤纶短纤维		97
GB/T 14477—2008	海图印刷规范		105
GB/T 14480.3—2008	无损检测	涡流检测设备 第3部分:系统性能和检验	125
GB/T 14481—2008	单相同步电机	试验方法	131
GB/T 14484—2008	塑料	承载强度的测定	153
GB/T 14486—2008	塑料模塑件	尺寸公差	165
GB/T 14487—2008	茶叶感官审评	术语	177
GB/T 14488.1—2008	植物油料	含油量测定	223
GB/T 14488.2—2008	油料	杂质含量的测定	235
GB/T 14489.1—2008	油料	水分及挥发物含量测定	245
GB/T 14489.2—2008	粮油检验	植物油料粗蛋白质的测定	253
GB/T 14490—2008	粮油检验	谷物及淀粉糊化特性测定 粘度仪法	259
GB/T 14492—2008	一次性使用电石包装	钢桶	267
GB/T 14501.6—2008	六氟化铀	分析方法 第6部分:铀的测定	279
GB/T 14503—2008	放射性同位素产品	的分类和命名原则	291
GB/T 14511—2008	地图印刷规范		298
GB/T 14522—2008	机械工业产品用塑料、涂料、橡胶材料	人工气候老化试验方法 荧光紫外灯	327
GB/T 14531—2008	办公家具	阅览桌、椅、凳	341
GB/T 14532—2008	办公家具	木制柜、架	355
GB 14536.1—2008	家用和类似用途电自动控制器	第1部分:通用要求	369
GB 14536.3—2008	家用和类似用途电自动控制器	电动机热保护器的特殊要求	560
GB 14536.4—2008	家用和类似用途电自动控制器	管形荧光灯镇流器热保护器的特殊要求	579



中华人民共和国国家标准

GB/T 14454.12—2008

代替 GB/T 14454.12—1993



2008-07-15 发布

2008-12-01 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 14454《香料通用试验方法》由下列部分组成：

- 第1部分：香料 试样制备；
- 第2部分：香料 香气评定法；
- 第4部分：香料 折光指数的测定；
- 第5部分：香料 旋光度的测定；
- 第6部分：香料 蒸发后残留物含量的评估；
- 第7部分：香料 冻点的测定；
- 第11部分：香料 含酚量的测定；
- 第12部分：香料 微量氯测定法；
- 第13部分：香料 羰值和羰基化合物含量的测定；
- 第14部分：香料 标准溶液、试液和指示液的制备；
- 第15部分：黄樟油 黄樟素和异黄樟素含量的测定 填充柱气相色谱法。

本部分为 GB/T 14454 的第 12 部分。

本部分是对 GB/T 14454.12—1993《香料 微量氯测定法》的修订。本部分与 GB/T 14454.12—1993 相比，主要变化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：徐易、曹怡、金其璋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14454.12—1993。

香料 微量氯测定法

1 范围

GB/T 14454 的本部分规定了用铜片或铜网法定性测定香料中微量氯的方法。铜片法的检测灵敏度高于铜网法。

本部分适用于香料微量氯的测定。

2 原理

生成的氯化铜火焰呈绿色。

3 铜片测定法(第一法)

3.1 仪器

3.1.1 铜片,长 50 mm,宽 40 mm,厚 0.1 mm。

3.1.2 滴管,1 mL 约为 20 滴。

3.1.3 本生灯。

3.1.4 坩埚钳。

3.2 操作程序

3.2.1 测定

取铜片(3.1.1),用坩埚钳(3.1.4)钳住,在本生灯(3.1.3)火焰上灼烧至铜片两面生成褐色之氧化铜薄膜为止。

等铜片稍冷,用滴管(3.1.2)将 2 滴试样加于铜片上,在本生灯上点燃后移至空气中燃烧。如此重复三次,共加试样 6 滴。然后将铜片竖起,自左至右或自右至左迅速地在氧化火焰上烧过(火焰高度:还原焰约 30 mm,氧化焰约 50 mm)。此时仔细观察,火焰是否带有瞬息的绿色。

3.2.2 试样含氯的检定

如上操作(3.2.1),重复试验三次,如三次均无绿色火焰即作为通过,三次中如有一次有极微的绿色火焰,则应再重复试验三次,如其中再有一次有明显之绿色,则作为不通过。

本试验应在光线较暗的通风橱中操作,便于清晰观察。

4 铜网测定法(第二法)

4.1 仪器

4.1.1 铜网,长 50 mm,宽 15 mm,筛孔约为 20 孔。

4.1.2 滴管,1 mL 约为 20 滴。

4.1.3 本生灯。

4.1.4 坩埚钳。

4.1.5 玻璃棒,直径为 7 mm。

4.2 操作程序

4.2.1 测定

将铜网(4.1.1)绕在玻璃棒(4.1.5)上应恰为 2 圈。卷好后,用坩埚钳(4.1.4)钳住铜网少许,将铜网在本生灯(4.1.3)火焰上灼烧至铜网上生成一层褐色氧化铜薄膜为止。

待铜网稍冷,用滴管(4.1.2)将 2 滴试样滴加于铜网上,随即在本生灯上点燃后移至空气中燃烧。

如此重复三次,共加试样 6 滴。然后将铜网在氧化火焰上燃烧(火焰高度:还原焰约 30 mm,氧化焰约 50 mm)。此时仔细观察,火焰是否带有瞬息的绿色。

4.2.2 试样含氯的检定

如上操作(4.2.1),重复试验三次,如三次均无绿色火焰作为通过。

本试验应在光线较暗的通风橱中操作,便于清晰观察。

5 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。



中华人民共和国国家标准

GB/T 14454.13—2008

代替 GB/T 14454.13—1993, GB/T 14454.16~14454.17—1993

香料 羰值和羰基化合物含量的测定

Fragrance/Flavor substances—
Determination of carbonyl value and carbonyl compounds content

(ISO 1271:1983, Essential oils—Determination of carbonyl value—
Free hydroxylamine method, ISO 1279:1996, Essential oils—
Determination of carbonyl value—
Potentiometric methods using hydroxylammonium chloride, 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 14454《香料通用试验方法》由下列部分组成：

- 第1部分：香料 试样制备；
- 第2部分：香料 香气评定法；
- 第4部分：香料 折光指数的测定；
- 第5部分：香料 旋光度的测定；
- 第6部分：香料 蒸发后残留物含量的评估；
- 第7部分：香料 冻点的测定；
- 第11部分：香料 含酚量的测定；
- 第12部分：香料 微量氯测定法；
- 第13部分：香料 羰值和羰基化合物含量的测定；
- 第14部分：香料 标准溶液、试液和指示液的制备；
- 第15部分：黄樟油 黄樟素和异黄樟素含量的测定 填充柱气相色谱法。

本部分为 GB/T 14454 的第 13 部分。

本部分修改采用 ISO 1271:1983《精油 羰值的测定 游离羟胺法》和 ISO 1279:1996《精油 羰值的测定 盐酸羟胺电位法》。本部分与 ISO 1271:1983 和 ISO 1279:1996 相比，主要技术差异如下：

- 删除了 ISO 1271:1983 和 ISO 1279:1996 的取样方法；
- 增加了附录 B。

本部分是对 GB/T 14454.13—1993《香料 羰基化合物含量的测定 中性亚硫酸钠法》、GB/T 14454.16—1993《香料 羰值和羰基化合物含量的测定 盐酸羟胺法》、GB/T 14454.17—1993《香料 羰值和羰基化合物含量的测定 游离羟胺法》的合并与修订。本部分与 GB/T 14454.13—1993、GB/T 14454.16—1993、GB/T 14454.17—1993 相比，主要变化如下：

- 在第一法中增加了试样制备和用盐酸羟胺热法肟化酮类的方法；
- 在第二法中增加了试样制备和附录 A。

本部分的附录 A 是规范性附录，附录 B 是资料性附录。

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：徐易、倪宪忠、曹怡、金其璋。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14454.13—1993；
- GB/T 14454.16～14454.17—1993。

香料 羰值和羰基化合物含量的测定

1 范围

GB/T 14454 的本部分的第一法规定了用盐酸羟胺法测定精油羰值和单离及合成香料中羰基化合物含量的方法。

本方法中用盐酸羟胺冷法肟化的方法适用于主要成分为易肟化的醛类或酮类的香料(香茅醛除外,香茅醛需要低温来避免环化和缩醛化现象);用盐酸羟胺热法肟化的方法适用于主要成分为一般难于肟化的酮类的香料。

注 1: 测定含香茅醛的精油用游离羟胺法。见第二法。

注 2: 有关含易肟化的醛类或酮类的精油为柠檬草油、柑果子油、芸香油等。

注 3: 有关含难肟化的甲基酮类的精油为香根油、鼠尾草油、白蒿油等。

GB/T 14454 的本部分的第二法规定了用游离羟胺法测定精油羰值和单离及合成香料中羰基化合物含量的方法。

本方法适用于含有采用第一法所规定的方法不易转化为肟化合物的羰基化合物(尤其是酮类,但甲基酮类除外)的香料,不适用于含有大量酯类或对碱敏感组分的香料。

GB/T 14454 的本部分的第三法规定了用中性亚硫酸钠法测定香料中羰基化合物含量的方法,适用于醛类及某些酮类香料羰基化合物含量的测定。

有关香料产品标准中将规定采用本部分的哪种方法。

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)

GB/T 14454.14 香料 标准溶液、试液和指示液的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 14454 的本部分。

3.1

羰值 carbonyl value

中和 1 g 香料与盐酸羟胺经肟化反应释放出的盐酸时所需的氢氧化钾的毫克数。

注: 肟是羰基化合物和羟胺反应的产物。

第一法 盐酸羟胺法

4 用盐酸羟胺冷法肟化的方法

4.1 原理

羰基化合物与盐酸羟胺反应转化成肟。

用氢氧化钠标准溶液滴定这一反应释放出的盐酸。

4.2 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。

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

4.2.2 溴酚蓝指示液。

4.2.3 盐酸羟胺溶液。

4.3 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

4.3.1 高型烧杯,容量为 100 mL。

4.3.2 锥形瓶,容量为 250 mL。

4.3.3 pH 计。

4.3.4 玻璃电极。

4.3.5 滴定管,容量为 50 mL,有 0.1 mL 的刻度。

4.4 操作程序

4.4.1 试样制备

按 GB/T 14454.1 的要求。

4.4.2 试样量

称取 1 g~1.5 g 香料于高型烧杯(4.3.1)或锥形瓶(4.3.2)中,精确至 0.000 2 g。

注:若要增加试样量,将在有关香料产品标准中规定。

4.4.3 测定

将 50 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.3)加入到试样(4.4.2)中,摇匀,在室温静置 1 h 或按有关香料产品标准中规定的时间静置。加入 3 滴溴酚蓝指示液(4.2.2),充分混合。用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)滴定至与盐酸羟胺溶液(4.2.3)相同的黄绿色。记录所用的氢氧化钠标准溶液(4.2.1)的体积。

注:对于色泽较深的试样或本身的色泽可能会干扰终点判断时,应采用电位滴定法。将 50 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.3)加入到试样(4.4.2)中,摇匀,在室温静置 1 h 或按有关香料产品标准中规定的时间静置。加入 3 滴溴酚蓝指示液(4.2.2),充分混合。溶液中插入玻璃电极(4.3.4),用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)滴定至溶液的 pH 值小于 4.20。在测定过程中确保 pH 值不超过 4.20。静置 15 min。用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)滴定至终点。终点的 pH 值在 3.4 左右。

4.4.4 结果的表述

4.4.4.1 按式(1)计算羰基化合物的含量 A 以质量分数表示,以指定的醛计:

$$A = \frac{M_r \times V \times c}{10m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- M_r ——有关香料产品标准中规定的醛或酮的相对分子质量;
- V ——滴定过程中所耗用的氢氧化钠标准溶液(4.2.1)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)。

4.4.4.2 按式(2)计算羰值 B ,用每克精油所耗用的氢氧化钾毫克数表示:

$$B = 56.1 \times \frac{V \times c}{m} \dots\dots\dots (2)$$

V 、 c 、 m 的含义同式(1)。

平行试验结果允许差:

羰值 1.0;羰基化合物含量 0.5%。

5 用盐酸羟胺热法肼化的方法

5.1 原理

羰基化合物与盐酸羟胺反应生成肼。

用氢氧化钠溶液滴定这一反应释放出的盐酸。

5.2 试剂

同 4.2。

5.3 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

5.3.1 滴定管,容量为 50 mL,有 0.1 mL 的刻度。

5.3.2 高型烧杯,容量为 100 mL。

5.3.3 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。

5.3.4 pH 计。

5.3.5 玻璃电极。

5.3.6 带磁搅拌的加热器。

5.4 操作程序

5.4.1 试样制备

按 GB/T 14454.1 的要求。

5.4.2 试样量

称取 2 g~2.5 g 香料至皂化瓶(5.3.3)中,精确至 0.000 5 g。见 4.4.2 注。

5.4.3 测定

将 50 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.3)加入到试样(5.4.2)中,加入 3 滴溴酚蓝指示液(4.2.2),充分混合。用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)滴定至与盐酸羟胺溶液(4.2.3)相同的黄绿色。皂化瓶接上回流管。将皂化瓶放在加热器(5.3.6)上加热并搅拌,使温度适当,足以保持恒定的回流。10 min 后,冷却,加入 3 滴溴酚蓝指示液(4.2.2),用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)缓慢滴定至与盐酸羟胺溶液(4.2.3)相同的黄绿色。将皂化瓶放到加热器上。每 10 min 重复此操作,直到所加的氢氧化钠标准溶液可保证已到滴定终点。

注 1: 对于色泽较深的试样或本身的色泽可能会干扰终点判断时,应采用电位滴定法。将 50 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.3)加入到试样(5.4.2)中,充分混合。溶液中插入玻璃电极(5.3.5)。用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)滴定至溶液的 pH 值小于 4.20。皂化瓶接上回流管。将皂化瓶放在加热器(5.3.6)上加热并搅拌,使温度适当,足以保持恒定的回流。10 min 后,冷却,加入 3 滴溴酚蓝指示液(4.2.2),用氢氧化钠标准溶液(4.2.1)缓慢滴定至溶液的 pH 值小于 4.20。在测定过程中确保 pH 值不超过 4.20。当溶液颜色开始改变,停止滴定。将皂化瓶放到加热器上。每 10 min 重复此操作,直到所加的氢氧化钠标准溶液可保证已到滴定终点。

注 2: 测定时间通常为 2 h。但对于某些香料,此时间是不够的。在此情况下,继续测定,直到当量点出现。以滴定过程中所用氢氧化钾标准溶液(4.2.1)的体积为函数,绘出 pH 曲线图: $\text{pH} = f(V)$ 。记录当量点。

5.4.4 结果的表述

按式(1)计算羰基化合物的含量。

按式(2)计算羰值。

6 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方法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。

第二法 游离羟胺法

7 原理

羰基化合物通过与盐酸羟胺和氢氧化钾混合物所释放出的游离羟胺反应转化成肟。

用盐酸标准溶液滴定过量的碱。滴定可用比色滴定法或电位滴定法。

8 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。

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

8.2 溴酚蓝指示液。

8.3 羟胺溶液。

9 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

9.1 两种操作技术(比色滴定法和电位滴定法)

9.1.1 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。

9.1.2 滴定管,容量为 50 mL 和 100 mL,有 0.1 mL 的刻度。

9.1.3 分析天平。

9.2 电位滴定法

9.2.1 电位仪(最好是记录式电位仪),具有复合玻璃电极。

9.2.2 磁力搅拌器。

10 操作程序

10.1 试样制备

按 GB/T 14454.1 的要求。

10.2 试样量

称取试样于皂化瓶(9.1.1)中,精确至 0.000 2 g,称取的试样量将在有关香料产品标准中规定。

10.3 空白试验

进行测定的同时,用同样的操作程序、同样的试剂,但不加试样进行空白试验。

如用电位滴定法(见 10.4.2),为了在同样的温度下进行操作,应立即进行空白试验。

10.4 测定

10.4.1 比色滴定法

用滴定管(9.1.2)准确加入 75 mL 羟胺溶液(8.3)于装有试样(10.2)的皂化瓶(9.1.1)中,混匀。将盛有混合物的皂化瓶在室温下静置或加热沸腾回流。静置或回流的时间在有关香料产品标准中规定。如使用沸腾回流,在除去回流冷凝器前,应快速冷却。

加入 3 滴溴酚蓝指示液(8.2),用盐酸标准溶液(8.1)滴定至溶液呈绿黄色。滴定应在自然光线充

足的地方进行。

注：此法适用于浅色的香料。对于深色的香料，宜使用电位滴定法(10.4.2)。如无电位仪，应按附录 A 中所述，改变操作程序进行测定。

10.4.2 电位滴定法

用滴定管(9.1.2)准确加入 75 mL 羟胺溶液(8.3)于装有试样(10.2)的皂化瓶(9.1.1)中，混匀。将盛有混合物的皂化瓶在室温下静置或加热沸腾回流。静置或回流的时间在有关香料产品标准中规定。如使用沸腾回流，在除去回流冷凝器前，应快速冷却。

在磁力搅拌器(9.2.2)的搅拌下，用盐酸标准溶液(8.1)进行电位滴定。使用记录式电位仪将大大简化此操作。

从滴定曲线的当量点或从 pH 值变化计算所用的盐酸溶液的体积。必须强调，终点的 pH 值与被测香料有关，不总是相同的。

部分羰基化合物的分子量和反应时间参见附录 B。

11 结果的表述

按式(3)计算羰值 C ，用每克精油所耗用的氢氧化钾毫克数表示：

$$C = 56.1 \times \frac{(V_0 - V_1)}{m} \times c \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c ——盐酸标准溶液(8.1)的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样的质量(10.2)，单位为克(g)；

V_0 ——空白试验(10.3)中所耗用的盐酸标准溶液(8.1)的体积，单位为毫升(mL)；

V_1 ——测定(10.4)中所耗用的盐酸标准溶液(8.1)的体积，单位为毫升(mL)。

按式(4)计算羰基化合物的含量 D ，以质量分数表示，以指定的醛或酮计：

$$D = \frac{M_r(V_0 - V_1)}{10m} \times c \quad \dots\dots\dots (4)$$

c 、 m 、 V_0 、 V_1 的意义同式(3)。

M_r ——有关香料产品标准中所规定的醛或酮的相对分子质量。

计算结果保留两位有效数字。

平行试验结果允许差：羰值 1.0；羰基化合物含量 0.5%。

12 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方法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。

第三法 中性亚硫酸钠法

13 原理

用中性亚硫酸钠溶液与醛或酮在沸水浴中反应释放出氢氧化钠，逐渐用酸中和使反应完全。

14 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。

14.1 中性亚硫酸钠饱和溶液:以酚酞为指示液,在澄清的亚硫酸钠饱和溶液中加入亚硫酸氢钠溶液(30%)使呈中性。该试剂在使用时应新鲜配制并过滤。

14.2 乙酸水溶液(1:1)。

14.3 酚酞指示液。

15 仪器

实验室常用仪器,特别是下列仪器:

15.1 醛瓶,150 mL,颈部长约 150 mm,具 10 mL 刻度和 0.1 mL 分刻度。刻度的零线应稍高于圆筒形颈部的底处,圆锥形壁和垂直颈部构成的角度约为 30°。

15.2 移液管,10 mL。

15.3 沸水浴。

16 操作程序

16.1 试样制备

按 GB/T 14454.1 的要求。

16.2 测定

用移液管(15.2)吸取干燥并经过滤的试样 10 mL,注入醛瓶(15.1)中。加入 75 mL 中性亚硫酸钠饱和溶液(14.1),振摇使之混合。加入 2 滴酚酞指示液(14.3),随即置于沸水浴中不断振荡。当粉红色显现时,加入数滴乙酸水溶液(14.2),使瓶内混合液的粉红色褪去,重复加热振荡。当粉红色不再显现时,再加入数滴酚酞指示液(14.3),继续加热 15 min。如不再显现粉红色时,取出,冷却至室温。如仍有粉红色呈现,则再加热振荡并滴加乙酸水溶液(14.2)至粉红色褪去。取出,冷却至室温,当油层与溶液完全分开后,加入一定量的中性亚硫酸钠饱和溶液(14.1),使油层全部升至瓶颈刻度处,读取油层的毫升数。

17 结果的表述

按式(5)计算醛或酮含量 x ,以%表示:

$$x = \frac{V - V_1}{V} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V ——试样的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——油层的体积,单位为毫升(mL)。

平行试验结果允许差为 1%。

注 1: 如试样中含有金属杂质,则将试样摇匀后取约 50 mL,再加约 0.5 g 酒石酸,搅和静置后过滤备用。

注 2: 如有油滴粘附瓶壁时,可将瓶置于掌心快速旋转或轻敲瓶壁,使油滴全部上升至瓶颈。

注 3: 冷却至室温时,有时会发现少量亚硫酸盐加成物从溶液中沉淀出来,而且往往留存在油层和溶液层之间,这样使读取毫升数时发生困难。可用滴管沿细颈内壁滴加几滴水,以使油层和溶液层分离清晰。

18 试验报告

试验报告应包括: