

中华人民共和国国家标准

单离及合成香料 沸程测定法

GB/T 14457.2—93

Isolate and synthetic aroma chemicals —Method for determination of distillation range

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用蒸馏法测定液体单离及合成香料沸程的方法。

本标准适用于沸点在 30~300℃ 范围内,并且在蒸馏过程中化学性能稳定的液体单离及合成香料沸程的测定。

2 定义

在本标准中,沸程系指在标准状况下(1 013.25hPa,0℃),在产品标准规定的温度范围内的馏出物体积。

3 原理

用蒸馏方法测定已知温度范围的被测物的馏出体积。

4 仪器

4.1 支管蒸馏瓶:用硼硅酸玻璃制成,有效容积为 100mL,见图 1。

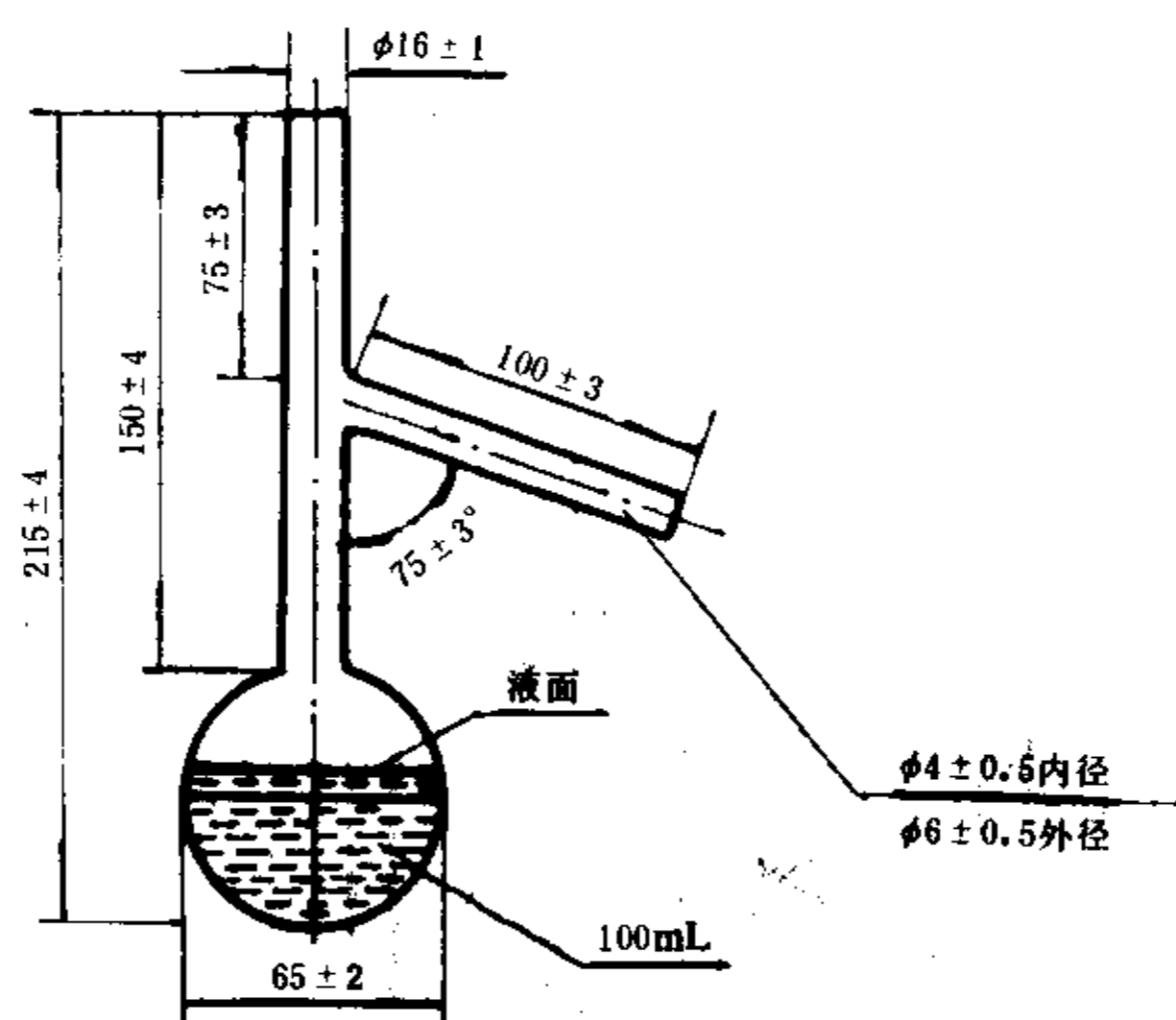


图 1

4.2 测量温度计:内标式单球温度计,有 0.1 或 0.2℃ 的分刻度,量程适合于所测样品的温度范围。

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。

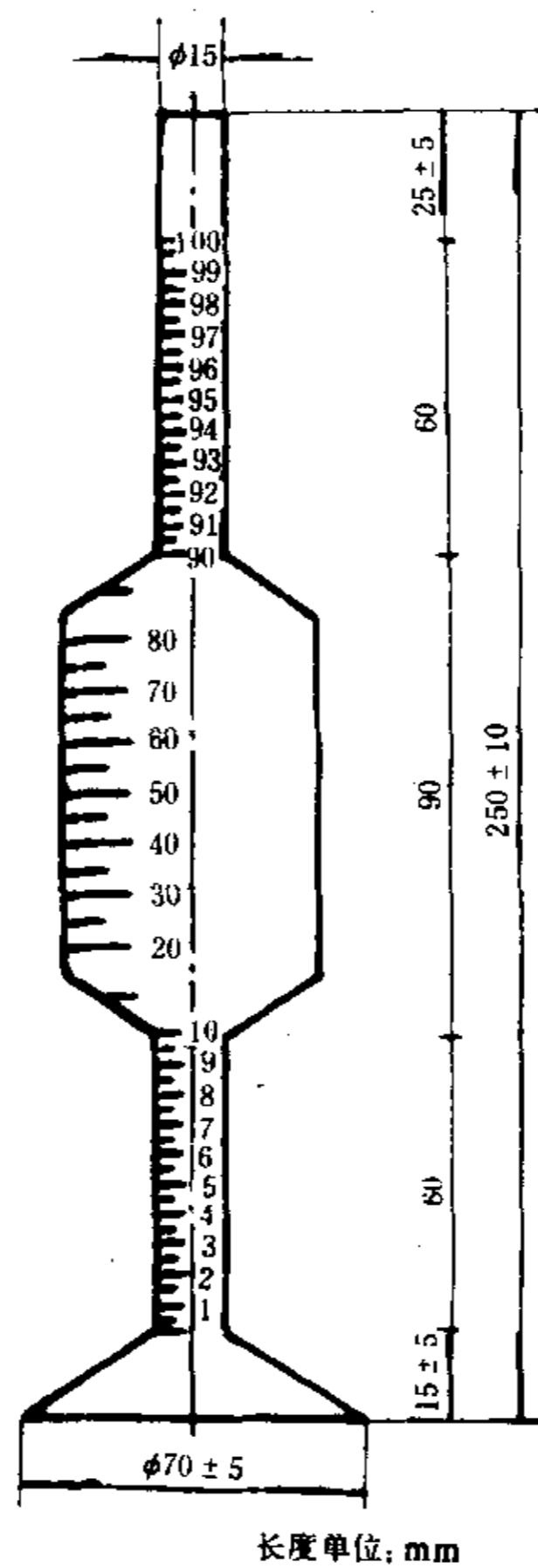


图 2

4.6 蒸馏瓶的金属外罩:见图 3。

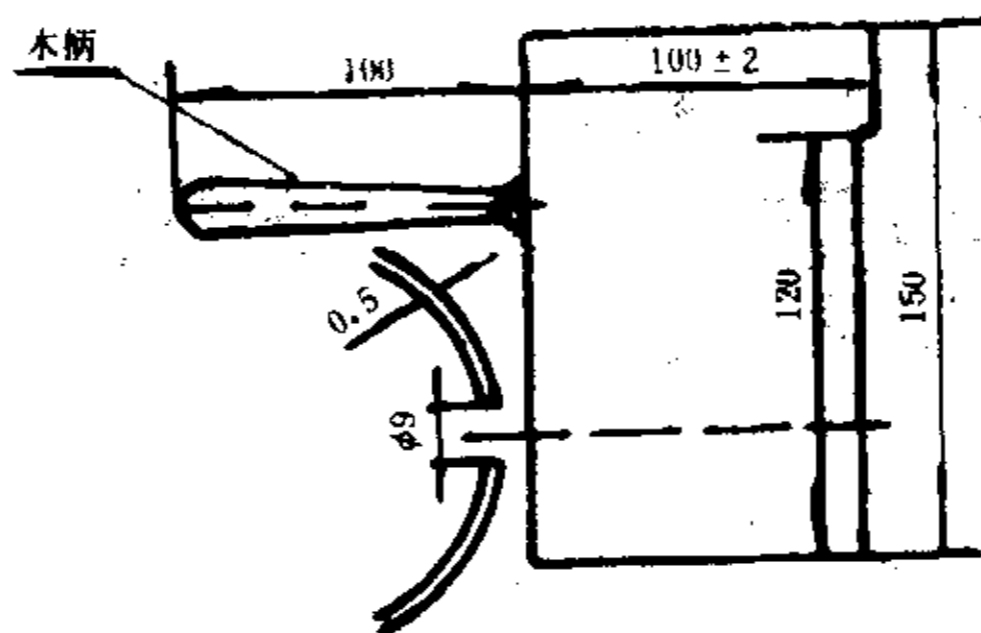


图 3

4.7 热源的金属外罩:见图 4。

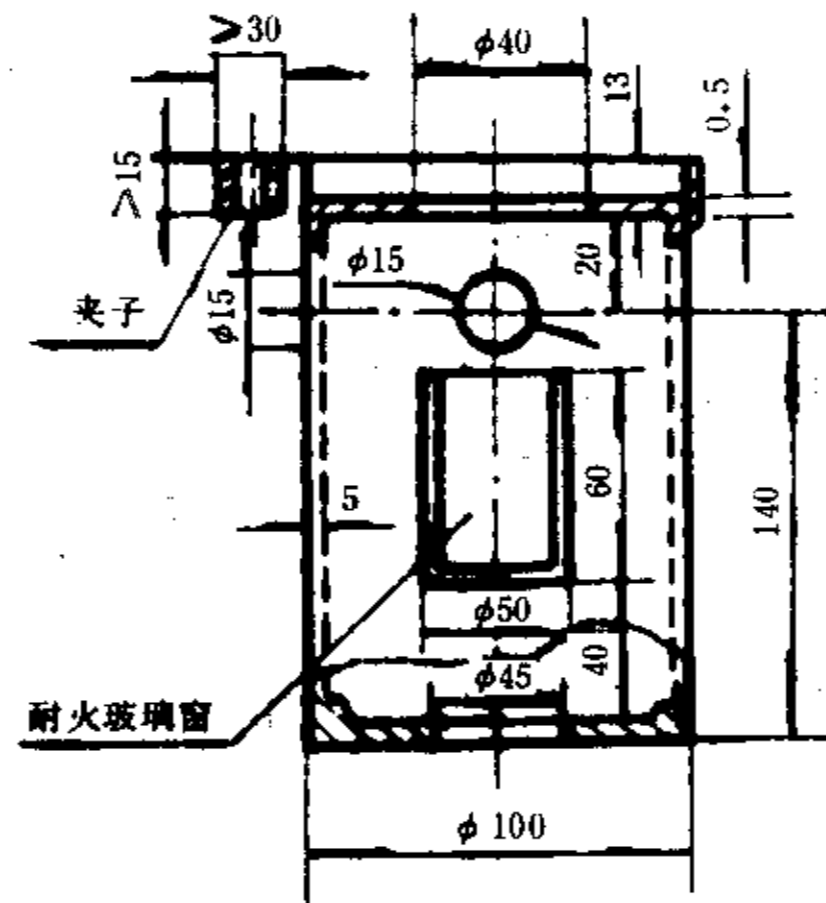


图 4

4.8 接合装置:见图 5。

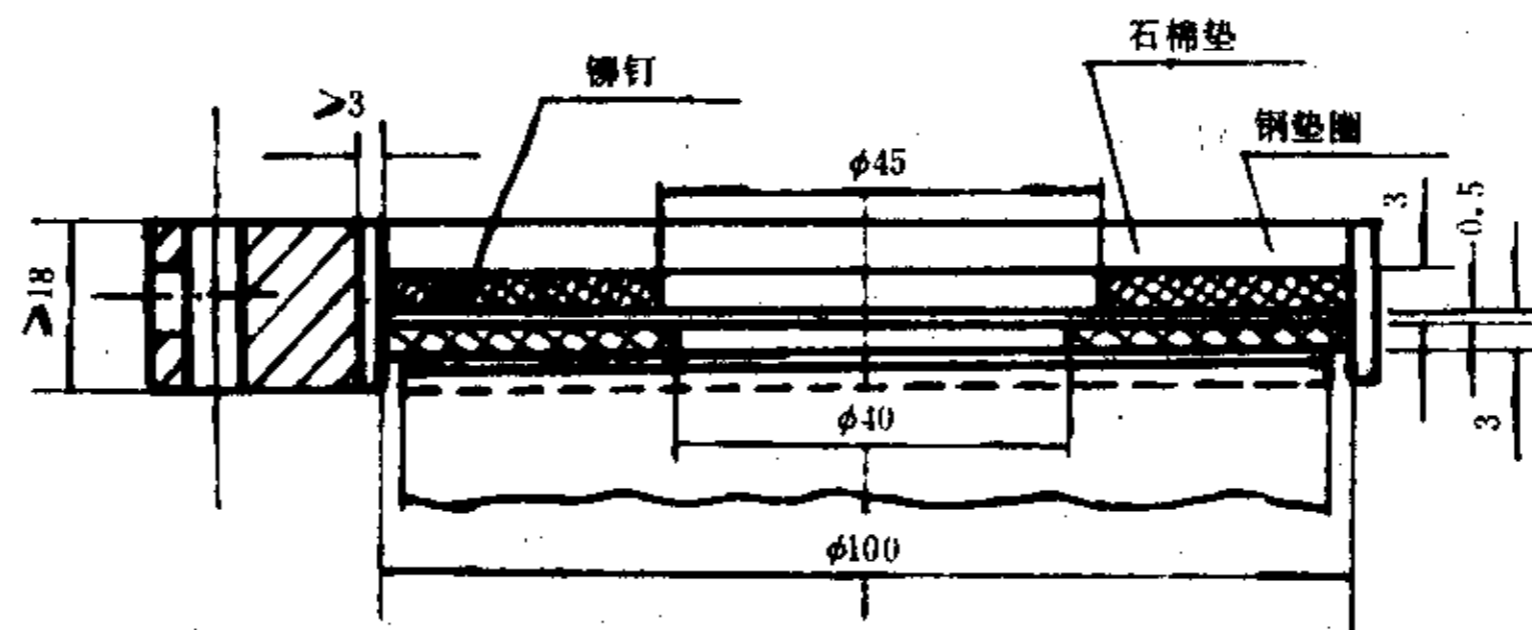


图 5

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。

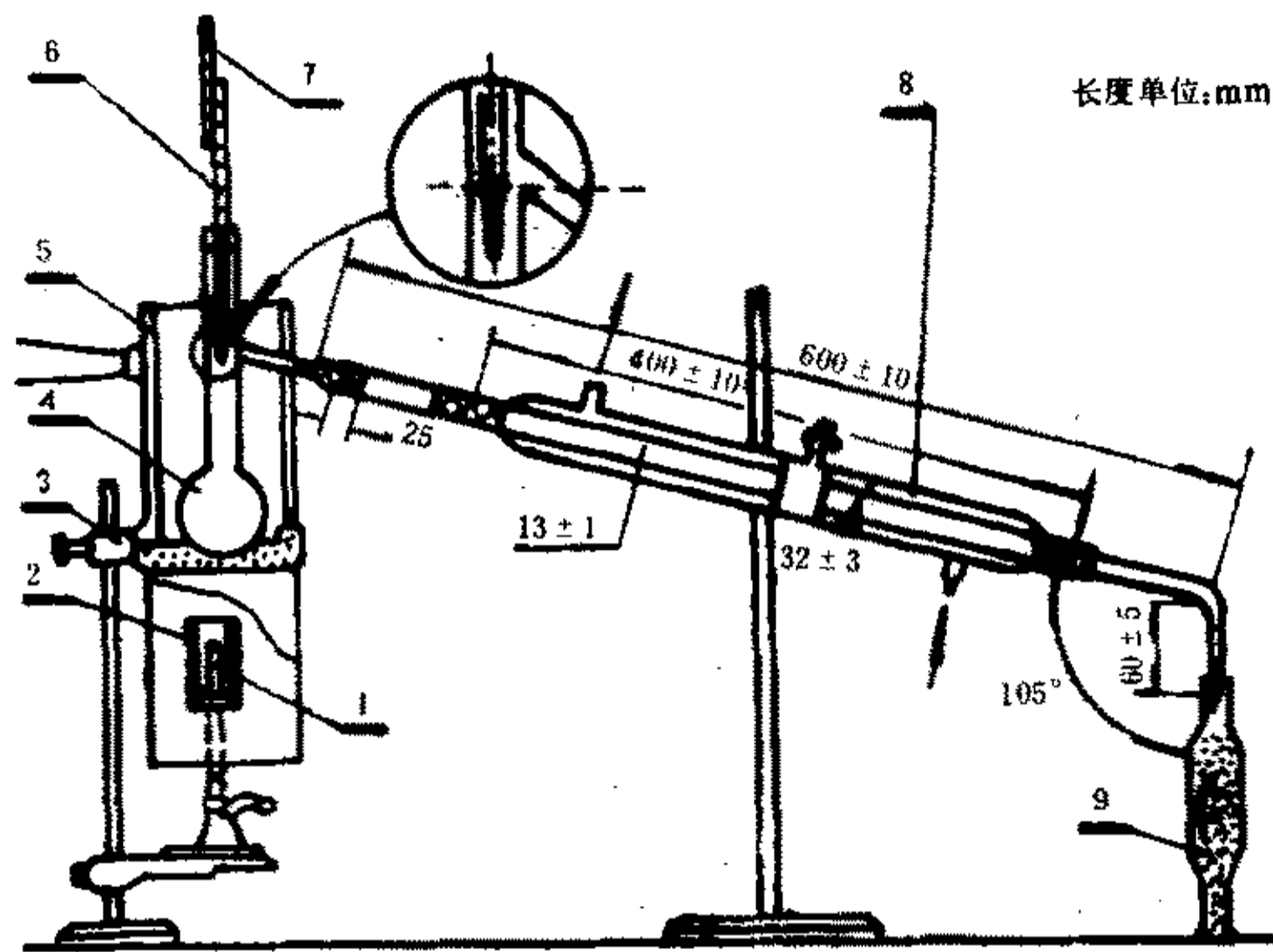


图 6 蒸馏装置

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 ℃	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	4.44	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,℃	气压相差 1hPa 的校正值,℃
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,℃;

t_1 ——观察温度,℃;

t_2 ——附着于 $1/2h$ 处的辅助温度计温度,℃。

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℃:

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

140.0℃:

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

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

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

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。