

# 中华人民共和国国家标准

## 单离及合成香料 叔醇含量的测定

### 氯乙酰-二甲基苯胺法

GB/T 14457.8—93

Isolate and synthetic aroma chemicals—Determination of tertiary content by acetyl chloride-dimethyl aniline method

#### 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含醇量的方法。

本标准适用于单离及合成香料叔醇含量的测定,不适用于伯、仲醇含量的测定。

#### 2 引用标准

GB/T 14454.14 香料 标准溶液、试液和指示液的制备

#### 3 原理

在二甲基苯胺存在下,用氯乙酰和乙酐使叔醇乙酰化成酯,经分离、干燥后进行皂化,用酸标准溶液进行滴定,计算其含醇量。

#### 4 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。

- 4.1 N,N-二甲基苯胺:新蒸馏(沸程为 192.5~193.5℃)。
- 4.2 氯乙酰:纯度不少于 99%。
- 4.3 乙酐:纯度不少于 98%(沸程为 138~141℃)。
- 4.4 无水硫酸镁或无水硫酸钠:应呈中性,新干燥并经粉碎。
- 4.5 硫酸溶液(5%)。
- 4.6 碳酸钠溶液(10%)。
- 4.7 氯化钠饱和溶液。
- 4.8 氢氧化钾乙醇溶液 [ $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ ]。
- 4.9 盐酸或硫酸标准溶液 [ $c(\text{HCl})$ 或  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{mol/L}$ ]。
- 4.10 酚酞指示液。

#### 5 仪器

- 5.1 定碘瓶:100mL。
- 5.2 量筒:10mL、25mL、50mL 和 100mL。
- 5.3 保温箱或恒温水浴:能将温度控制在  $50\pm 1^\circ\text{C}$ 。
- 5.4 分液漏斗:250mL。
- 5.5 锥形瓶:25mL。

国家技术监督局 1993-06-05 批准

1994-01-01 实施

- 5.6 移液管:50mL。  
 5.7 皂化瓶:150mL,具有冷凝器或长约1m、直径约10mm之空气冷凝管。  
 5.8 滴定管:50mL,刻度为0.1mL。  
 5.9 分析天平。

## 6 操作步骤

6.1 乙酰化:量取预经无水硫酸镁或无水硫酸钠(4.4)干燥的试样10mL,置于100mL定碘瓶中,用冰水冷却至少10min。加入20mL二甲基苯胺,摇匀后,在冰水中再冷却15min。加入8mL氯乙酰和5mL乙酐,继续冷却10min。移入20℃保温箱中(或恒温水浴中)静置30min,浸入50±1℃的水浴中(或保温箱中)保持4h。瓶底离浴底不少于10mm,液面须低于水面20~30mm。取出,冷却后倾入分液漏斗中,用冰氯化钠饱和溶液洗涤3次,每次75mL。继续用25mL硫酸(5%)洗涤5次,以洗去二甲基苯胺。用10mL碳酸钠溶液(10%)洗涤1次和50mL氯化钠饱和溶液洗涤2次,最后用蒸馏水洗涤数次,每次50mL,直至洗液呈中性为止。将所得乙酰化试样置于25mL锥形瓶中,加入3g无水硫酸镁或无水硫酸钠(4.4)干燥,并不时振摇至乙酰化试样透明为止,用干燥滤纸过滤备用。

注:检查二甲基苯胺是否完全洗净,可将几滴酸层洗液加到重铬酸钾溶液中检验。如加入洗液后5min,重铬酸钾溶液色泽不变(与空白对照)即作为洗净。

6.2 皂化:称取干燥乙酰化试样约2g(精确至0.0002g)于皂化瓶中,用移液管准确加入50mL氢氧化钾乙醇溶液(0.5mol/L),连接空气冷凝管或冷凝器,在沸水浴上回流1h(或按有关的产品标准中规定的时间回流)。冷却至室温,取下空气冷凝管或冷凝器,加5~10滴酚酞指示液,用盐酸或硫酸(4.9)标准溶液滴定至粉红色消失为止(如皂化后溶液色泽较深,滴定前可加蒸馏水50mL)。同时不加试样按上述操作步骤进行空白试验。

## 7 结果的计算

按下式计算含醇量质量百分数  $x(\%)$ ;

$$x(\%) = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times Mr}{10[m - (V_0 - V_1) \times c \times 0.042]}$$

式中:  $V_0$ ——空白试验所耗用盐酸或硫酸标准溶液的体积, mL;

$V_1$ ——滴定试样所耗用盐酸或硫酸标准溶液的体积, mL;

$c$ ——盐酸或硫酸标准溶液的浓度, mol/L;

$Mr$ ——醇的相对分子量;

$m$ ——乙酰化试样的质量, g;

0.042——与1.00mL盐酸标准溶液相当的以克表示的乙酸酯与醇的质量之差数。

平行试验结果的允许差为0.5%。

**附录 A**  
**氯乙酰纯度检查方法**  
(参考件)

**A1 仪器**

- A1.1 定碘瓶:100mL。  
A1.2 滴定管:25mL,刻度为0.1mL。  
A1.3 量筒:25mL。  
A1.4 分析天平。

**A2 试剂**

- A2.1 酚酞指示液。  
A2.2 氢氧化钠标准溶液[ $c(\text{NaOH})=1.0\text{mol/L}$ ]。

**A3 操作步骤**

用量筒量取25mL蒸馏水,置于定碘瓶中称重,滴加1.7~1.8g氯乙酰混匀,冷却至室温,再称重。加入数滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准溶液(1.0mol/L)滴定至粉红色。

**A4 结果的计算**

按式(A1)计算氯乙酰含量质量百分数 $Y(\%)$ :

$$Y = \frac{V \times c \times 0.3925}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $V$ ——滴定所耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

$c$ ——氢氧化钠标准溶液的浓度,mol/L;

$m$ ——氯乙酰的质量,g;

0.03925——与1.00mL氢氧化钠标准溶液相当的以克表示的氯乙酰的质量。

**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易、万馥磐、黄振卿。

自本标准实施之日起,原轻工业部标准QB 808—81《香料统一检验方法——醇测定法》(第二法)作废。