

水果和蔬菜产品中挥发性 酸度的测定方法

Fruits, vegetables and derived products —Determination of volatile acidity

本标准等效采用国际标准ISO 6632—1981《水果、蔬菜及其制品挥发性酸度的测定》。

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了水果和蔬菜产品中挥发性酸度的测定方法。

1.2 适用范围

本标准适用于所有新鲜果蔬产品，也适用于加或未加二氧化硫、山梨酸、苯甲酸、甲酸等化学防腐剂之一的果蔬制品的测定。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法

3 定义

挥发性酸度：所有低分子量的脂肪酸。例如游离态或结合态的乙酸和丙酸，但甲酸除外。
用本标准规定方法测定的挥发性酸度，以每100 mL或100 g制品中乙酸克数表示。

4 原理

试样经酒石酸酸化后，用水蒸气蒸馏带出挥发性酸类。以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定馏出液。

5 试剂

5.1 酒石酸；

5.2 鞣酸；

5.3 氢氧化钙：澄清的饱和溶液；

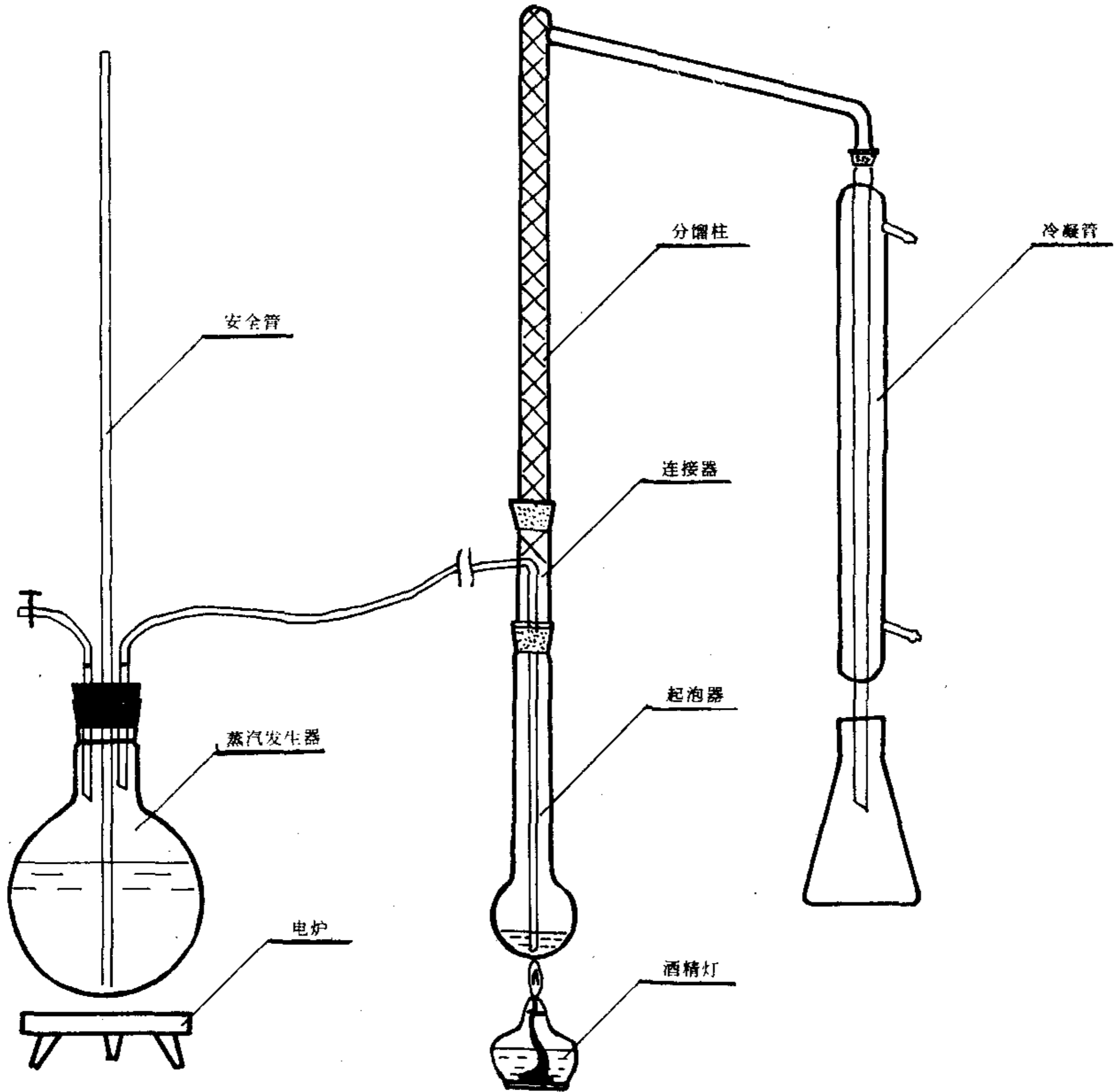
5.4 氢氧化钙稀溶液：1体积饱和氢氧化钙溶液加4体积水；

5.5 氢氧化钠：0.1 mol/L标准溶液。配制和标定方法按GB 601操作。

5.6 酚酞：称取1 g酚酞，溶解在100 mL95% (V/V)乙醇溶液中。

6 仪器

6.1 蒸馏装置：见图。



6.1.1 蒸汽发生器：容量2 000 mL，用耐热玻璃制做，用于产生不含二氧化碳的蒸汽；

6.1.2 起泡器：为一玻璃管，直径30 mm，长270 mm，管口为(29°)标准玻璃磨口，下部扩大形成直径为60 mm的球形；

6.1.3 分馏柱：为一玻璃管，直径20 mm，长400 mm，内装宽为20 mm，长1 000 mm两条用十字交叉法叠成的80目螺旋形不锈钢网，螺距15~20 mm；

6.1.4 连接器：为一玻璃管，直径20 mm，长为100 mm，两端管口均匀(29°)标准玻璃磨口，并装有直径8 mm的玻璃管，内端插入起泡器的底部，其外端与蒸汽发生器连接；

6.1.5 冷凝管：直径16 mm，标长400 mm，垂直放置，以保证蒸汽冷凝和馏出液完全冷却。

6.2 若采用其他蒸馏装置时，需符合下述要求：

6.2.1 在正常蒸馏条件下，从250 mL 馏出液中测出加入样品中已知量的乙酸不得少于99.5%。为此，用20 mL浓度(c)为0.1 mol/L的标准乙酸溶液进行检验。

6.2.2 在上述蒸馏条件下，从250 mL 馏出液中测出加入样品中已知量的乳酸不超过0.5%。为此，可

用20 mL 浓度 (c) 为1.0 mol/L 的标准乳酸溶液进行检验。

6.2.3 检验蒸汽发生器产生的蒸汽不应含有二氧化碳。即在正常蒸馏条件下,在250 mL 馏出液中加2 滴酚酞指示剂(5.6条)和0.1 mL 氢氧化钠(5.5条)标准溶液。应呈现粉红色,并稳定10s 不褪色。

6.3 高速组织捣碎机。

6.4 滴定管: 25 mL, 分刻度0.1 mL。

6.5 移液管: 20 mL。

6.6 锥形瓶: 500 mL。

6.7 分析天平。

7 样品的制备

7.1 新鲜果蔬样品(苹果、桔子、冬瓜等)

取待测样品适量,洗净、沥干,可食部分按四分法取样于捣碎机(6.3条)中,加定量水捣成匀浆。多汁果蔬类可直接捣浆。

7.2 液体制品和容易分离出液体的制品(果汁、糖浆水、泡菜水等)

将样品充分混匀,若样品有固体颗粒,可过滤分离。若样品在发酵过程中或含有二氧化碳,用量筒量取约100 mL 样品于500 mL 长颈瓶中,在减压下振摇2~3 min,除去二氧化碳。为避免形成泡沫,可在样品中加入少量消泡剂,例如50 mL 样品加入0.2 g 鞣酸(5.2条)。

7.3 粘稠或固态制品(桔酱、果酱、干果等)

必要时除去果核、果籽,加定量水软化后于捣碎机(6.3条)中,捣成匀浆。

7.4 冷冻制品(速冻马蹄、青刀豆等)

将冷冻制品于密闭容器中解冻后,定量转移至捣碎机(6.3条)中捣碎均匀。

8 分析步骤

8.1 取样

8.1.1 液体样品

用移液管(6.5条)吸取20 mL 试样于起泡器(6.1.2)中,如样品挥发性酸度强,可少取,但需加水至总容量20 mL。

8.1.2 粘稠的或固态的或冷冻制品

称取试样约 10 ± 0.01 g 于起泡器(6.1.2)中,加水至总容量20 mL。

8.2 蒸馏

将氢氧化钙稀溶液(5.4条)注入蒸汽发生器至其容积的2/3,加0.5 g 酒石酸(5.1条)和约0.2 g 鞣酸(5.2条)于起泡器(6.1.2)里的试样(8.1条)中。连接蒸馏装置,加热蒸汽发生器和起泡器。若起泡器内容物最初的容量超过20 mL,调节加热量使容量浓缩到20 mL,在整个蒸馏过程中,使起泡器内容物保持恒定(20 mL)。蒸馏时间约15~20 min。

收集馏出液于锥形瓶(6.6条)中,直至馏出液体积为250 mL 时停止蒸馏。

8.3 滴定

在250 mL 馏出液中滴加2 滴酚酞(5.6条)指示剂,用氢氧化钠(5.5条)标准溶液滴定至呈现淡粉红色,保持15s 不褪色。

9 结果的表示

9.1 计算方法和公式

挥发性酸度以每100 mL 或100 g 样品中乙酸克数表示,分别由公式(1)和(2)求得:

$$x_1 = \frac{cV \times 0.06 \times 100}{V_0} \dots \dots \dots (1)$$

式中： x_1 ——每100 mL样品中乙酸克数，g/100 mL；
 c ——氢氧化钠标准溶液浓度，mol/L；
 V ——滴定样品时消耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；
 V_0 ——试样的体积，mL；
 0.06——与 $c = 1.000 \text{ mol/L}$ 的1.00 mL的氢氧化钠标准溶液相当的乙酸克数。

$$x_2 = \frac{cV \times 0.06 \times 100}{m} \dots \dots \dots (2)$$

式中： x_2 ——每100 g样品中醋酸克数，g/100 g；
 m ——试样的质量，g；

$c, V, 0.06$ ——同公式(1)。

若重复性(见9.2条)符合要求，取连续两次测定值的算术平均值作为结果。

9.2 重复性

对同一操作者，连续两次测定结果之差，每100 mL或100 g样品中乙酸相差不得超过12 mg。

10 制品含挥发性酸防腐剂的特殊情况

若制品含二氧化硫、山梨酸、苯甲酸、甲酸等防腐剂，则测定馏出液中防腐剂的量，以校正其滴定结果。

附加说明：

本标准由中华人民共和国商业部副食品局提出。

本标准由北京市食品研究所负责起草。

本标准起草人回九珍、沈兵。