UDC 634/635：543.21.062
B 31

中华人民共和国国家标准

GB/T 15664—1995

水果、蔬菜及其制品　甲酸含量的测定　重量法

Fruit, vegetable and their products
—Determination of formic acid content
—Gravimetric method

1995-08-18发布　　1996-06-01实施

国家技术监督局　发布

需要全本请访问 www.ertongbook.com

中华人民共和国国家标准

水果、蔬菜及其制品 甲酸含量的测定 重量法

GB/T 15664—1995

Fruit, vegetable and their products
—Determination of formic acid content
—Gravimetric method

本标准等效采用国际标准 ISO 6638-1:1985《水果和蔬菜制品中甲酸含量的测定》 第一部分:重量法。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了水果、蔬菜及制品中甲酸含量的重量法测定。

本标准适用于水果、蔬菜及制品中甲酸含量的测定。

2 原理

试样中的甲酸被蒸馏出来用碳酸钡(或碳酸钙)吸收,生成甲酸钡(或甲酸钙)。甲酸钡(或甲酸钙)定量地将氯化汞还原为氯化亚汞,然后根据氯化亚汞的质量计算出甲酸量。

3 试剂和溶液

本标准所用试剂均为分析纯,所用水为去离子水或蒸馏水。

3.1 碳酸钡(GB 654)或碳酸钙(HG 3—1066);

3.2 氯化汞、氯化钠混合液:

称取 100 g 氯化汞(HG 3—1068)和 30 g 氯化钠(GB 1266)溶解于水后稀释至 1 L。

3.3 乙酸钠溶液:

称取 500 g 乙酸钠(GB 693)溶于水后稀释至 1 L。

3.4 盐酸(GB 622)溶液:10%(m/m)。

3.5 酒石酸(GB 11294)。

3.6 95%乙醇(GB 679)。

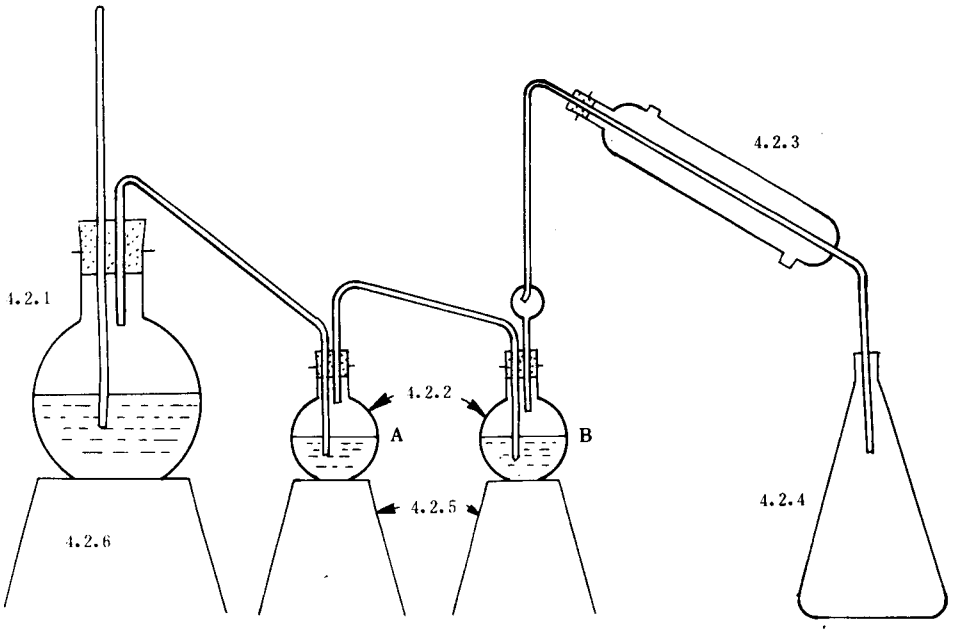
3.7 乙醚(HG 3—1002)。

4 仪器设备

4.1 分析天平,感量 0.000 2 g。

4.2 蒸馏装置见图:

国家技术监督局1995-08-18批准 1996-06-01实施



蒸馏装置图(4.2)

4.2.1 蒸汽发生器,容积 5 L。

4.2.2 长颈烧瓶 A、B,容积 0.5 L,颈长 12 cm。

4.2.3 冷凝管,长 50 cm。

4.2.4 锥形瓶,容积 1 L。

4.2.5 可调电炉:500～1 000 W。

4.2.6 电炉:2 000 W。

4.3 坩埚式过滤器,1G4。

4.4 干燥器。

4.5 烘箱,100±2℃。

4.6 搅拌器。

4.7 锥形瓶,容积 0.5 L。

4.8 快速定量滤纸,ϕ15 cm。

4.9 弯颈漏斗。

4.10 水浴锅。

4.11 抽滤装置。

5 分析步骤

5.1 样品制备

试样除去非食用部分(如果核、硬种子壳等)后用搅拌器(4.6)捣碎混匀。

冰冻样品必须先在密闭容器中融化后,再将样品和液体一同捣碎混匀。

5.2 取样

5.2.1 液体样品

用移液管吸取液样 25～50 mL(甲酸含量小于 0.15 g)加入烧瓶 A(4.2.2)中并加水至总体积为 100 mL(此步骤也可采取称质量的方法,精确至 0.01 g)。

5.2.2 粘稠及固体样品

称取 25～50 g 试样,精确至 0.01 g,移入烧瓶 A(4.2.2)中(甲酸含量小于 0.15 g)并加水至总体积

100 mL。必要时试样在水中浸泡 1～2 h。

5.3 蒸馏

5.3.1 加 0.5～1.0 g 酒石酸(3.5)到烧瓶 A 中，称 2 g 碳酸钡(或碳酸钙)(3.1)到烧瓶 B(4.2.2)中并加水至 100 mL。

5.3.2 如图示将烧瓶 A、B 连接于蒸汽发生器(4.2.1)和冷凝管(4.2.3)之间，同时加热蒸汽发生器(4.2.1)和烧瓶 A、B。

控制蒸馏装置中的电炉温度和蒸汽量使烧瓶 A、B 中溶液体积变化不超过 10 mL。收集蒸馏液 1 000 mL于锥形瓶(4.2.4)并弃去。

5.3.3 用快速定量滤纸(4.8)将烧瓶 B 中的热溶液过滤于 0.5 L 锥形瓶(4.7)中，并用热水洗涤烧瓶 B3～4 次，每次洗涤液均倒入滤纸，最终锥形瓶中溶液约 250 mL。

将锥形瓶置于电炉加热蒸发至瓶中溶液约 100 mL。

5.3.4 取 10 mL 乙酸钠溶液(3.3)，2 mL 盐酸溶液(3.4)及 25 mL 氯化汞、氯化钠混合液(3.2)于锥形瓶中(4.7)，盖上弯颈漏斗(4.9)，于水浴锅(4.10)中 100±2℃保持 2 h，取出冷却(甲酸钡定量地将氯化汞还原生成氯化亚汞沉淀)。将坩埚式过滤器(4.3)洗净，烘干，于干燥器中平衡 0.5 h 后，称重，精确至 0.000 2 g。将沉淀全部用冷水洗入该坩埚中，抽滤，用 95%乙醇(3.6)和乙醚(3.7)分别洗涤沉淀。

5.3.5 将上述装有氯化亚汞沉淀的坩埚式过滤器于 100±2℃烘箱内烘 1 h，取出放入干燥器中冷却后，称重，精确至 0.000 2 g。

6 分析结果的表述

6.1 计算方法和公式

a. 以体积计时，甲酸含量(X_1)以 g/100 mL 表示，并按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.097\,5}{V} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

b. 以质量计时，甲酸含量(X_2)以 g/100 g 表示，并按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.097\,5}{m_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：V——样品体积，mL；

m_1——坩埚式过滤器质量，g；

m_2——坩埚式过滤器加氯化亚汞沉淀质量，g；

m_0——称样重，g；

0.097 5——换算系数，每克氯化亚汞相当于甲酸克数。

6.2 重复性

每个样品做两次平行测定，取算术平均值为测定结果，结果保留三位小数。误差应符合以下规定：

甲酸含量小于 0.010 g/100 mL(液体)或 0.010%(固体)时，两次平行测定结果相对相差不大于 15%；

甲酸含量为 0.010～0.100 g/100 mL(液体)或 0.010%～0.100%(固体)时，两次平行测定结果相对相差不大于 10%；

甲酸含量大于 0.100 g/100 mL(液体)或 0.100%(固体)时，两次平行测定结果相对相差不大于 2%。

需要全本请访问 www.ertongbook.com

附加说明：

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国农业分析标准化技术委员会归口。

本标准由湖北省农科院农业测试中心负责起草。

本标准主要起草人王富华、龙仁俊、麦铭。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水果、蔬菜及其制品 甲酸含量的测定 重量法
GB/T 15664—1995
*
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 1/2 字数 7 千字
1996年1月第一版 1996年1月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·1-12165 定价 8.00 元
*
标 目 278—39

GB/T 15664-1995