

ICS 67.080.10

B 31

**NY**

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 2013—2011

---

## 柑橘类水果及制品中香精油含量的测定

Determination of essential oil in citrus fruits and derived products

2011-09-01 发布

2011-12-01 实施

---

中华人民共和国农业部 发布



## 前 言

本标准按照 GB / T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国农业部种植业管理司提出。

本标准由全国果品标准化技术委员会(SAC / TC 501)归口。

本标准起草单位：中国农业科学院柑橘研究所、农业部柑橘及苗木质量监督检验测试中心。

本标准主要起草人：焦必宁、赵其阳、王成秋、苏学素。



# 柑橘类水果及制品中香精油含量的测定

## 1 范围

本标准规定了柑橘类水果及制品中香精油含量的蒸馏滴定测定法。

本标准适用于柑橘类水果及制品中香精油含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB / T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 原理

试料中的香精油经蒸馏法提取,提取液中加入盐酸和溴化盐溶液,游离出来的溴与香精油定量反应;甲基橙为指示剂,用溴化钾—溴酸钾标准溶液滴定,黄色消退为无色即为滴定终点。根据标准溶液滴定消耗量进行定量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB / T 6682 规定的三级水。

- 4.1 异丙醇( $C_3H_8O$ , CAS 号 67 - 63 - 0)。
- 4.2 溴酸钾( $KBrO_3$  CAS 号 7758 - 01 - 2):优级纯。
- 4.3 溴化钾( $KBr$ , CAS 号 7758 - 02 - 3):优级纯。
- 4.4 盐酸溶液 [ $\Psi(HCl+H_2O)=1+2$ ]。
- 4.5 盐酸溶液 [ $\Psi(HCl+H_2O)=1+3$ ]。
- 4.6 氢氧化钠溶液 [ $c(NaOH)=1\text{ mol/L}$ ]: 称取 40.0 g 氢氧化钠,用水定容至 1000 mL。
- 4.7 硫酸溶液 [ $c(1/2H_2SO_4)=1\text{ mol/L}$ ]: 量取 30 mL 硫酸,用水定容至 1000 mL。
- 4.8 氧化砷溶液 [ $c(1/4As_2O_3)=0.100\text{ mol/L}$ ]: 准确称取经过 105℃干燥 1h 的氧化砷 4.950 g 于 50.0 mL 氢氧化钠溶液(4.6)中,加热溶解,再加入 50.0 mL 硫酸溶液,转入 1000 mL 容量瓶中,定容。除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,实验用水应符合 GB / T 6682 规定的一级水要求。
- 4.9 溴化钾—溴酸钾标准溶液: 准确称取 12.00 g 溴化钾和 2.80 g 溴酸钾,用水溶解,定容至 1000 mL,用氧化砷溶液标定;滴定前用水稀释 4 倍。
- 4.10 甲基橙指示剂(1.0 g / L)。

## 5 仪器和设备

- 5.1 精油蒸馏装置: 玻璃制品,带 500 mL 的圆底烧瓶(图 1)。
- 5.2 分析天平: 感量 0.001 g 和 0.01 g。
- 5.3 组织捣碎机。
- 5.4 电热板(或电炉): 可调,功率为 500 W~700 W。

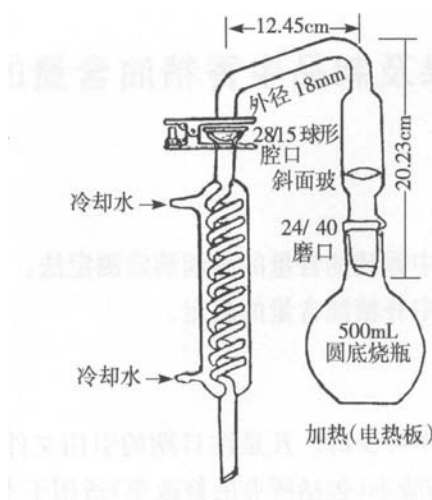


图 1 精油蒸馏装置

## 6 分析步骤

### 6.1 试样制备

- 6.1.1 果实样品，取可食部分按四分法进行缩分后将其切碎，充分混匀后直接取样。
- 6.1.2 果酱、果汁及饮料样品，充分混匀后直接取样。
- 6.1.3 罐头样品，按四分法进行缩分后，放入组织捣碎机中匀浆后取样。
- 6.1.4 果脯蜜饯类，按四分法进行缩分后，将其切碎充分混匀后取样。

### 6.2 称样

试样制备后，立即称取两份平行试料（一般果皮、蜜饯类 1 g~3 g，果肉、罐头、果汁及饮料等 25 g；精确到 0.01 g）于 500 mL 圆底烧瓶中。

### 6.3 蒸馏

依次加入 30 mL 水和 25 mL 异丙醇，按图 1 接好蒸馏装置，并检查是否密封完好。用 150 mL 带刻度锥形瓶接收馏分（在蒸馏时，接收瓶应放入盛有冷水的烧杯中）。

开始加热蒸馏，蒸馏时尽量保持微沸状态，大约收集 30 mL 馏分结束，待测。

### 6.4 溴化钾—溴酸钾标准溶液标定

准确吸取 20 mL 氧化砷溶液(4.8)及 5 mL 盐酸溶液(4.5)于锥形瓶中，加入 2 滴~3 滴甲基橙指示剂，用溴化钾—溴酸钾标准溶液(4.9)进行滴定，待黄色消退为无色时即为滴定终点，记录消耗溴化钾—溴酸钾标准溶液的体积。

按上述步骤进行 2 人各 4 平行测定，计算溴化钾—溴酸钾标准溶液的物质的量的浓度，按式(1)计算：

$$c = \frac{20 \times 0.100}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c——溴化钾—溴酸钾标准溶液物质的量的浓度，单位为摩尔每升(mol / L)；

20——氧化砷溶液体积，单位为毫升(mL)；

0.100——氧化砷溶液浓度，单位为摩尔每升(mol / L)；

V——溴化钾—溴酸钾滴定体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。

### 6.5 滴定

馏分中加入 10 mL 盐酸溶液(4.4)和 2 滴~3 滴甲基橙指示剂,用溴化钾—溴酸钾标准溶液(4.9)滴定至无色为终点。

### 6.6 空白试验

吸取 30 mL 水于 500 mL 圆底烧瓶中,加 25 mL 异丙醇,均按上述步骤进行操作。

## 7 结果计算

试样中香精油的含量以 d-苧烯的质量分数  $w$  计,数值以毫克每克(mg / g)计,按式(2)计算。

$$w = \frac{(V_2 \times V_1) \times c \times 0.0008}{m \times 0.248} \times 1000 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$V_2$ ——试料滴定体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——空白试验滴定体积,单位为毫升(mL);

$c$ ——溴化钾—溴酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol / L);

$m$ ——试料质量,单位为克(g);

0.000 8——1mL 0.024 8 mol / L 溴化钾—溴酸钾滴定液相当于 0.000 8 g d-苧烯的质量。

计算结果保留三位有效数字。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

### 8.2 再现性

在再现性条件下,获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。