
中国食品土畜进出口商会团体标准

T/CFNA 6512-2020

香辛料和调味料中二氧化硫残留量 检测方法

2020-12-31 发布

2021-03-01 实施

中国食品土畜进出口商会 发布

目录

前言..... II

1. 范围..... 1

2. 原理..... 1

3. 试剂..... 1

4. 仪器..... 2

5. 实验装置..... 2

6. 实验步骤..... 3

7. 计算公式..... 4

8. 报告..... 4

9. 精密度..... 4

10. 废物的处理..... 4

前言

本标准根据美国分析化学家协会（AOAC）990.28(2000) Optimized Monier-Williams Method原理方法重新起草。

在采用AOAC990.28(2000) Optimized Monier-Williams Method中内容时，本标准对原方法中的蒸馏装置及操作步骤做了适当优化，相关的技术性差异已编写入本标准正文。

本标准由中国食品土畜进出口商会提出，委托商会调料分会制定。

本标准起草单位：中华人民共和国梧州海关（南宁海关香料检测区域性中心实验室）、山东百佳食品有限公司、山东庞大调味食品有限公司、韩城市宏达花椒香料有限公司、四川家和原味香料有限公司、四川丁点儿食品开发股份有限公司。

本标准主要起草人：刘桂宁、文新、莫志斌、刘继华、崔培恩、李涛、苏绍涛、吴耀军、孙秀东、李漪、袁秉康。

本标准由中国食品土畜进出口商会解释。

本标准由中国食品土畜进出口商会于2020年12月31日批准并公示。

本标准自2021年3月1日起实施。

香辛料和调味料中二氧化硫残留检测方法

警告：实验中所使用的化学试剂均为有毒有害化合物，其溶液配制应在通风橱中进行，操作时应按规定佩带防护器具，避免接触皮肤和衣物。

1. 范围

本标准规定了香辛料和调味料中二氧化硫残留量的检测方法。

本标准适用于香辛料和调味料中二氧化硫残留量的检测。

本标准检出范围 3—20000mg/kg。

当取样量为 50g 时，本方法检出限为 3mg/kg。

2. 原理

试样在酸性条件下经加热煮沸释放出的二氧化硫由惰性载气 N_2 带出，在吸收管中被过氧化氢溶液吸收并氧化为硫酸溶液，用 NaOH 标准溶液滴定。

3. 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，实验用水为蒸馏水或去离子水。

3.1 4mol/L 盐酸溶液：量取 339mL 浓盐酸（比重 1.19g/mL），用水稀释至 1000mL。

3.2 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液：市售有证的 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液。

3.3 0.01mol/L 氢氧化钠标准溶液：精密移取 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液（3.2）10mL，用水定容至 100mL，临用时配制。

3.4 甲基红指示剂：250mg 甲基红，溶解于 100mL 乙醇（95%）。

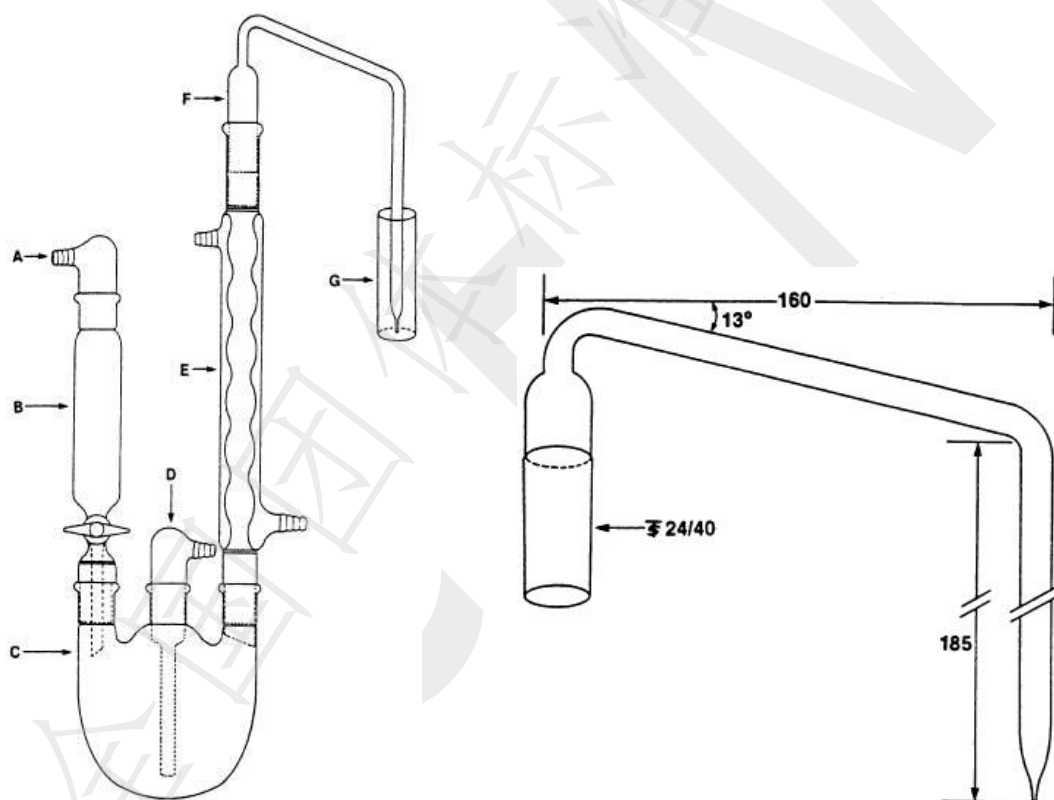
3.5 3% 中性过氧化氢（ H_2O_2 ）吸收液：量取 30% 的过氧化氢（ H_2O_2 ）10mL，用水稀释至 100mL，滴加 2-3 滴甲基红指示剂，用滴管滴加数滴 0.01mol/L 氢氧化钠溶液（3.3）至溶液呈浅黄色，临用时配制。

4. 仪器

- 4.1 电子天平：感量0.01g。
- 4.2 中草药粉碎机：转速20000-24000r/min。
- 4.3 套式恒温器，1000mL，功率300W。
- 4.4 三角烧瓶、滴定管。
- 4.5 瓶装高纯氮气（纯度>99.9%）。
- 4.6 医用氧气吸入器（用于控制和监测惰性载气N₂流速）。
- 4.7 塑料小漏斗。

5. 实验装置

实验装置如下图（单位：mm）：



实验装置主要包括下列构件（图中未必全部展示）：

A：施压接头；

- B: 分液漏斗(100mL或以上容量);
- C: 三口蒸馏烧瓶(1000mL);
- D: 气体导入管;
- E: 8球泡球型冷凝管, 有效冷凝长度380;
- F: 气体导出管;
- G: 起泡式气体吸收管(带2号砂芯滤板, 内径18mm, 高24cm)。

6. 实验步骤

试样制备: 颗粒状样品直接用中草药粉碎机(4.2)粉碎, 块状及条状样品制成小块后用中草药粉碎机(4.2)粉碎。试样制备后尽快蒸馏, 避免亚硫酸盐流失。

- 6.1 吸收管(G)中加入3%中性 H_2O_2 溶液(3.5) 30mL。
- 6.2 称取制备好的粉状试样约10–50g(精密至0.01g), 通过塑料小漏斗无损量地倾入蒸馏烧瓶(C)内, 加入500mL水于蒸馏烧瓶中, 关闭分液漏斗塞, 于分液漏斗中加入4mol/L盐酸(3.1) 90mL。
- 6.3 冷凝器(E)中接通冷却水, 检查所有玻璃接口、气路接管的气密性, 开启分液漏斗塞, 待盐酸徐徐注入蒸馏烧瓶至剩余约几毫升时, 关闭分液漏斗塞。
- 6.4 打开氮气瓶减压阀, 调节医用氧气吸入器(4.6)控制气体导管中氮气流速约为0.2L/min, 开启套式恒温器(4.3), 加热蒸馏烧瓶内物料至沸腾(可加入数粒沸石或玻璃珠防止爆沸), 并在此状态下蒸馏1小时45分钟, 蒸馏期间回馏速度应保持在80–90滴/min。
- 6.5 取下吸收管(G), 小心将吸收液无损量倒入250mL三角烧瓶, 用适量3%过氧化氢吸收液(3.5)对吸收管进行多次洗涤, 洗涤液无损量转入250mL三角烧瓶, 摇动烧瓶使溶液混合均匀, 加入2滴甲基红指示剂, 用NaOH标准溶液(3.3)滴至溶液呈浅黄色保持20秒不退色, 记录消耗的NaOH标准溶液体积V(mL)。
- 6.6 用同样方法作空白实验, 记录消耗的NaOH标准溶液体积 V_0 (mL)。

7. 计算公式

二氧化硫残留量按公式（1）计算

$$X(\text{mg/kg}) = \frac{3.2 \times 10^4 \times M \times (V - V_0)}{G} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ：试样中二氧化硫残留量，mg/kg；

M ：NaOH标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；

V ：实验中消耗的NaOH标准滴定溶液体积，mL；

V_0 ：空白实验中消耗的NaOH标准滴定溶液体积，mL；

G ：试样质量，g。

8. 报告

取算术平均值为最终结果，表示到小数点后一位。

9. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

10. 废物的处理

实验过程中产生的所有废液应置于密闭容器中保存，委托有资质的单位进行处置。