SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2827—2011

出口食品接触材料　木质材料　二氧化硫的测定

Food contact materials for export—Wood materials—Determination of sulfur dioxide

2011-02-25 发布　　2011-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

数码防伪

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国菏泽出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王亚文、孙忠松、崔瑞丽、贺同欣、路川。

出口食品接触材料　木质材料
二氧化硫的测定

1　范围

本标准规定了食品接触材料木质材料中二氧化硫滴定法和比色法的测定方法。

本标准适用于食品接触木质材料中二氧化硫的测定。

本标准以滴定法为仲裁法。

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　试样制备

将抽取的样品，用电刨或电锯取其表面 3 mm 厚，粉碎，装入洁净容器内。密封作为试样，标明标记。在制样的操作过程中，应防止样品受到二氧化硫的污染。

第一法　滴定法

4　方法提要

在密闭容器中对试样进行酸化并加热蒸馏，以释放出其中的二氧化硫，释放物用乙酸铅溶液吸收。吸收后用浓盐酸酸化，再以碘标准溶液滴定，根据所消耗的碘标准溶液量计算出试样中二氧化硫的含量。

5　试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

5.1　盐酸(1+1，体积比)：浓盐酸用水稀释 1 倍。

5.2　乙酸铅溶液(20 g/L)：称取 20 g 乙酸铅，溶于少量水中并稀释至 1 000 mL。

5.3　碘标准溶液[$c(1/2I_2)=0.010\ 0$ mol/L]：将碘标准溶液(0.100 mol/L)用水稀释 10 倍。

5.4　淀粉指示液(10 g/L)：称取 1 g 可溶性淀粉，用水少许调成糊状，缓缓倾入 100 mL 沸水中，随加随搅拌，煮沸 2 min，冷却至室温，备用，此溶液现用现配。

6　仪器和设备

6.1　全玻璃蒸馏器。

6.2 碘量瓶。

6.3 酸式滴定管与碱式滴定管。

6.4 电刨或电锯。

6.5 粉碎机。

6.6 分析天平(±0.000 1 g)。

7 分析步骤

7.1 试样处理

称取制好的试样 5.00 g,置于 500 mL 圆底烧瓶中。

注:试样称取量视产品二氧化硫含量高低而定。

7.2 测定

7.2.1 蒸馏:将放入称好试样的圆底烧瓶中,加入 250 mL 水,为防止样液暴沸,可加入玻璃珠少许,装入冷凝装置,冷凝管下端应插入盛有 25 mL 乙酸铅吸收液(5.2)的碘量瓶中,然后在蒸馏瓶中加入 10 mL 盐酸(5.1),立即盖上塞子,加热蒸馏。当蒸馏液达到 200 mL 时,使冷凝管下端离开液面,再蒸馏 1 min。用少量蒸馏水冲洗插入乙酸铅溶液的装置部分。在检测试样的同时做空白试验,空白试验的测定从"圆底烧瓶中加入 250 mL 水"做起。

7.2.2 滴定:向取下的碘量瓶中依次加入 10 mL 浓盐酸、1 mL 淀粉指示液(5.4),用碘标准滴定溶液(5.3)(0.010 mol/L)滴定至变蓝,且在 30 s 内不褪色为止。

8 结果计算和表述

8.1 试样中二氧化硫的含量按式(1)进行计算。

$$X=\frac{(A-B)\times c\times 0.032}{m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

X ——试样中二氧化硫的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A ——滴定试样所用碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

B ——滴定试剂空白所用碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——碘标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量,单位为克(g);

0.032 ——1 mL 碘标准溶液[$c(1/2I_2)=1.0$ mol/L]相当的二氧化硫的质量,单位为克(g)。

8.2 检测结果取两次测定值的平均值。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定的绝对值不超过算数平均值的 10%。

10 检测限

本方法检测低限为 10 mg/kg。

第二法　比色法

11　方法提要

二氧化硫被四氯汞钾吸收后形成稳定的络合物，再与甲醛及盐酸副玫瑰苯胺作用生成玫瑰紫色化合物，比色定量。

12　试剂和材料

本法中所用的一般试剂纯度应为分析纯，基准试剂要求为优级纯，实验用水应符合 GB/T 6682 中规定的三级水。

12.1　0.04 mol/L 四氯汞钾吸收液：称取 10.86 g 氯化汞（$HgCl_2$）、0.066 g 乙二胺四乙酸二钠盐（Na_2 · EDTA）、5.96 g 氯化钾，溶于水中并稀释至 1 000 mL。

注：四氯汞钾液有剧毒性，操作时应戴橡皮手套，若溅到皮肤上，立即用水冲洗。

12.2　6 g/L 氨基磺酸溶液：称取 0.6 g 氨基磺酸，溶于 100 mL 水中，临用时配制。

12.3　2 g/L 甲醛溶液：吸取 1 mL 36%～38%甲醛溶液，用水稀释至 200 mL，储存在具塞玻璃瓶中，临用时配制。

12.4　2 g/L 盐酸副玫瑰苯胺储备液：精确称取 0.2 g 盐酸副玫瑰苯胺盐酸盐（其纯度不得低于 95%），溶于 100 mL 1 mol/L 盐酸中。

12.5　0.16 g/L 盐酸副玫瑰苯胺工作液：取 20 mL 盐酸副玫瑰苯胺储备液（12.4）和 25 mL 磷酸（3 mol/L）于 250 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液于暗处保存可放置 6 个月。

12.6　二氧化硫标准使用液：配制参见附录 A。二氧化硫标准溶液按标定计算结果用吸收液稀释成 1 mL 相当于 5 μg 二氧化硫，于 5 ℃冰箱中可稳定 30 d。

13　仪器和设备

13.1　全玻璃蒸馏器。

13.2　碘量瓶。

13.3　酸式滴定管。

13.4　电刨或电锯。

13.5　粉碎机。

13.6　天平（±0.000 1 g）。

13.7　分光光度计。

13.8　水浴锅。

13.9　25 mL 容量瓶，250 mL 容量瓶。

14　分析步骤

14.1　称取制好的试样 5.00 g（试样量视产品二氧化硫含量高低而定），置于 500 mL 圆底烧瓶中。将放入称好试样的圆底烧瓶中，加入 250 mL 水，为防止样液暴沸，可加入玻璃珠少许，装入冷凝装置，冷凝管下端应插入碘量瓶中的 25 mL 四氯汞钾吸收液（12.1）中，然后在蒸馏瓶中加入 10 mL 盐酸

(1+1),立即盖上塞子,加热蒸馏。当蒸馏液 200 mL 时,使冷凝管下端离开液面,再蒸馏 1 min。用少量蒸馏水冲洗插入四氯汞钾溶液的装置部分。将馏液转移 250 mL 容量瓶中用新煮沸放冷的水加至刻度。在检测试样的同时做空白试验,空白试验的测定从"圆底烧瓶中加入 250 mL 水"做起。

注:试样称取量视产品二氧化硫含量高低而定。

14.2 吸取 0.5 mL～5.0 mL 上述试样处理液于 25 mL 容量瓶中。

14.3 另吸取 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.50、2.00 mL 二氧化硫标准使用液(12.6)(相当于 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、7.5、10 μg 二氧化硫),分别置于 25 mL 容量瓶中。

14.4 向标准容量瓶中各加 1.0 mL 氨基磺酸溶液(12.2)混匀,放置 10 min,再准确加入 2.0 mL 甲醛溶液(12.3)和 1.0 mL 盐酸副玫瑰苯胺溶液(12.5),并用新煮沸放冷的水加至刻度,摇匀,放在恒温水浴中 25 ℃±1 ℃反应 30 min,用 1 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 548 nm 下处测吸光度,绘制标准曲线。

14.5 测定,样品瓶的操作同标准容量瓶,比色后由标准曲线上查出二氧化硫的含量。

15 结果计算和表述

15.1 二氧化硫标准溶液的浓度按式(2)进行计算。

$$X=\frac{(A_1-A_2)\times 1\,000}{m\times V/250\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中:

X ——试样中二氧化硫的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_1 ——测定用样液中二氧化硫的质量,单位为微克(μg);

A_2 ——测定用空白液中二氧化硫的质量,单位为微克(μg);

m ——试样质量,单位为克(g);

V ——测定用样液的体积,单位为毫升(mL);

250 ——蒸馏液转入定量瓶,定容 250 mL;

1 000 ——分母中上的 1 000 是把样液中二氧化硫的质量单位微克(μg)转化为毫克(mg);分子上的 1 000 是将试样质量克(g)转化为千克(kg)。

15.2 检测结果取两次测定值的平均值。

16 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 10%。

17 检测限

本方法检测低限为 1 mg/kg。

附 录 A
（资料性附录）
二氧化硫标准溶液配制

称取 0.2 g 亚硫酸钠($NaSO_3$)于 250 mL 吸收液中(12.1)，上清液用定量滤纸过滤后标定，此液为二氧化硫储备液。

吸取 20.0 mL 亚硫酸钠($NaSO_3$)溶液于 250 mL 碘量瓶中，加 100 mL 水，准确加入 20.00 mL 碘溶液(0.100 mol/L)，5 mL 冰乙酸，摇匀，放置于暗处，2 min 后迅速以硫代硫酸钠(0.100 mol/L)标准溶液滴定至淡黄色，加 0.5 mL 淀粉指示液，继续滴至无色。另取 100 mL 水，准确加入碘溶液 20.0 mL (0.100 mol/L)、5 mL 冰乙酸，按同一方法做试剂空白试验。

二氧化硫标准溶液的浓度按式(A.1)进行计算。

$$X=\frac{(V_2-V_1)\times c\times 32.03}{20} \quad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

X ——二氧化硫标准溶液浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1 ——测定用亚硫酸钠-四氯汞钾溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试剂空白消耗硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升(mL)；

c ——硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

32.03 ——每毫升硫代硫酸钠[$c(Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O)=1.000$ mol/L]标准溶液相当于二氧化硫的质量，单位为毫克(mg)。