

ICS 67.180
分类号: X30
备案号: 55584-2016

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5009—2016

白砂糖中亚硫酸盐的测定

Determination of sulphite in white granulated sugar

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国制糖标准化技术委员会（SAC/TC 373）归口。

本标准起草单位：广东省生物工程研究所（广州甘蔗糖业研究所）（国家糖业质量监督检验中心）、广西洋浦南华糖业集团股份有限公司、广州市华侨糖厂、广西贵糖（集团）股份有限公司、中粮屯河崇左糖业有限公司、广东恒福糖业集团有限公司、云南英茂糖业（集团）有限公司、东莞市东糖集团有限公司、营口北方糖业有限公司、厦门斯坦道科学仪器股份有限公司、华南理工大学、广东广垦糖业集团有限公司、广东金岭糖业集团有限公司、南宁糖业股份有限公司、广西凤糖生化股份有限公司、广西农垦糖业集团股份有限公司、广西永鑫华糖集团有限公司、广西湘桂糖业集团有限公司、广西大学、东莞理工学院、广西博庆食品有限公司、广西柳州柳冰食品厂、广西南宁东亚糖业集团、广西贵港市甘化集团有限公司、广西陆屋欧亚糖业有限公司、云南力量生物制品（集团）有限公司、云南省元江县金珂集团糖业有限责任公司、云南中云投资有限公司、云南省永德糖业集团有限责任公司、云南康丰糖业（集团）有限公司、南京甘汁园糖业有限公司、新疆绿翔糖业有限责任公司、日照市凌云海糖业集团有限公司、博天糖业有限公司、郑州商品交易所、全国甘蔗糖业标准化中心。

本标准主要起草人：黄雪影、郭剑雄、李锦生、冯小华、贾志忍、李家威、柯慧贤、曾薇、黄俊生、黄向阳、许广球、王桂华、李海乔、甄振鹏、陈建津、邓倩南、刘学文、刘志鹏、陈红香、林雅慧、陆剑华、杨李胜、温林浩、刘锋、李琳、肖凌、何华柱、王俊平、梁逸、蔡铁华、李京、蒙军、于淑娟、刁晓、邓毅、赵壁秋、凌以恕、刘汉德、肖锋、吴遂、梁争柱、蔡泽祺、马银昌、蔡纯、林水栖、凌宗仁、赵金力、农光、秦春城、李世平、邹恩龄、温凯、杨新强、李政、周玉生、郑权、梁欣泉、罗新伟、李俊贵、扶雄、黄飞荣、平亚军、黄玉明、章科翔、夏彬、刘鸿君。

本标准为首次发布。

白砂糖中亚硫酸盐的测定

1 范围

本标准规定了白砂糖中亚硫酸盐的测定方法。

本标准适用于白砂糖中二氧化硫的测定。

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，仅所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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水所用规格和试验方法

3 分光光度法(第一法)

3.1 原理

亚硫酸盐与四氯汞钠反应生成稳定的络合物，再与甲醛及盐酸副玫瑰苯胺作用生成紫红色络合物，与标准系列比较定量。本方法最低检出浓度为 1 mg/kg。

3.2 仪器、设备

可见分光光度计。

3.3 试剂和材料

3.3.1 四氯汞钠吸收液：称取 13.6 g 氯化高汞及 6.0 g 氯化钠，溶于水中并稀释至 1000 mL，放置过夜，过滤后备用。

3.3.2 氨基磺酸铵溶液(12 g/L)。

3.3.3 甲醛溶液(2 g/L)：吸取 0.55 mL 无聚合沉淀的甲醛(36%)，加水稀释至 100 mL，混匀。

3.3.4 淀粉指示液：称取 1 g 可溶性淀粉，用少许水调成糊状，缓缓倾入 100 mL 沸水中，随加随搅拌，煮沸，放冷备用，此溶液现用现配。

3.3.5 盐酸副玫瑰苯胺溶液：称取 0.1 g 盐酸副玫瑰苯胺($C_{19}H_{18}N_2Cl \cdot 4H_2O$)于研钵中，加少量水研磨使溶解并稀释至 100 mL。取出 20 mL，置于 100 mL 容量瓶中，加盐酸(1+1)，充分摇匀后使溶液由红变黄，若不变黄再滴加少量盐酸至出现黄色，再加水稀释至刻度，混匀备用(若无盐酸副玫瑰苯胺，可用盐酸品红代替)。

3.3.6 碘溶液 [$c(1/2I_2)=0.1 \text{ mol/L}$]。

3.3.7 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)=0.1 \text{ mol/L}$]。

3.3.8 二氧化硫标准溶液：称取 0.5 g 亚硫酸氢钠，溶于 200 mL 四氯汞钠吸收液中，放置过夜，上清液用定量滤纸过滤备用。

吸取 10.0 mL 亚硫酸氢钠-四氯汞钠溶液于 250 mL 碘量瓶中，加 100 mL 水，准确加入 20.00 mL 碘溶液(3.3.6)，5 mL 冰乙酸，摇匀，放置于暗处 2 min 后迅速以硫代硫酸钠标准溶液(3.3.7)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 20.0 mL 碘溶液(3.3.6)、5 mL 冰乙酸，按同一方法做试剂空白试验。

计算：

$$c(SO_2) = \frac{(V_2 - V_1) \times c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) \times 32.03}{10} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $c(\text{SO}_2)$ —— 二氧化硫标准溶液浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/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);
- V_1 —— 测定用亚硫酸氢钠-四氯汞钠溶液消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);
- $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$ —— 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 —— 与每毫升硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的二氧化硫的质量, 单位为毫克 (mg)。

3.3.9 二氧化硫使用液: 临用前将二氧化硫标准溶液以四氯汞钠吸收液稀释成每毫升相当于 $5 \mu\text{g}$ 二氧化硫。

3.3.10 氢氧化钠溶液 (20 g/L)。

3.3.11 硫酸 (1+71)。

3.4 分析步骤

3.4.1 样品制备

准备称取白砂糖样品约 10.00 g 均匀样品 (样品量可视含量高低而定), 以少量水溶解, 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 2.0 mL 氢氧化钠溶液 (3.3.10), 5 min 后加入 2.0 mL 硫酸 (3.3.11), 然后加入 10.0 mL 四氯汞钠吸收液, 以水稀释至刻度。

3.4.2 测定

3.4.2.1 标准曲线的绘制

吸取 2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL、12.0 mL 二氧化硫标准使用液 (相当于每 10 mL 中二氧化硫含量 $5 \mu\text{g}$ 、 $10 \mu\text{g}$ 、 $15 \mu\text{g}$ 、 $20 \mu\text{g}$ 、 $25 \mu\text{g}$ 、 $30 \mu\text{g}$), 分别置于 25 mL 带塞比色管中。于标准管中各加入四氯汞钠吸收液至 20.0 mL, 然后再加入 2.0 mL 氨基磺酸铵溶液 (3.3.2), 2.0 mL 甲醛溶液 (3.3.3) 及 2.0 mL 盐酸副玫瑰苯胺溶液, 摇匀, 放置 20 min。用 1 cm 比色皿, 标准溶液以蒸馏水调节零点, 于波长 550 nm 处测吸光度, 绘制标准曲线。

3.4.2.2 试样测定

吸取 10.0 mL 上述试样处理液于 25 mL 带塞比色管中。于试样加入四氯汞钠吸收液至 20.0 mL, 然后再加入 2.0 mL 氨基磺酸铵溶液 (3.3.2), 2.0 mL 甲醛溶液 (3.3.3) 及 2.0 mL 盐酸副玫瑰苯胺溶液, 摇匀, 放置 20 min。用 1 cm 比色皿, 经试样调节零点, 于波长 550 nm 处测吸光度, 从标准曲线中查得相应二氧化硫含量, 然后进行计算。

3.5 计算

$$X = \frac{A}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X —— 试样中二氧化硫的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- A —— 从曲线 (或计算) 得到相当二氧化硫的质量, 单位为微克 (μg);
- m —— 测定时所吸取样液中所含样品的质量, 单位为克 (g)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 保留 3 位有效数字。

3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差值不应超过算术平均值的 10%。

4 离子色谱法（第二法）

4.1 原理

白砂糖用碱性溶液溶解后， SO_2 转变成为 SO_3^{2-} 。溶液中的 SO_3^{2-} 等阴离子随淋洗液进入离子交换柱系统，根据阴离子对交换剂有不同的亲和力而被分离，并流经抑制系统转换成具有高电导的强酸，采用电导检测器检测，以保留时间定性，峰面积定量。本方法最低检出浓度为 0.026 mg/kg。

4.2 试剂

使用的试剂除特别说明外均为分析纯，水为 18.2 M Ω 去离子水，经 0.45 μm 滤膜过滤后使用。

4.2.1 无水亚硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)。

4.2.2 氢氧化钠 (NaOH)：分析纯。

4.2.3 5% 氢氧化钠溶液：称取 5.0 g 氢氧化钠 (NaOH)，溶于水中，放置室温后用水定容到 100 mL。

4.2.4 氢氧化钠淋洗液：由淋洗液自动发生器在线产生或手工配制氢氧化钠淋洗液。

4.2.5 SO_3^{2-} 标准储备液（临用前现配）：称取 1.575 g 无水亚硫酸钠，用水溶解后，加水定容到 1 000 mL，摇匀，即为 1 000 mg/L 的 SO_3^{2-} 标准储备液。临用时用硫代硫酸钠标准溶液标定其含量。

4.3 仪器

离子色谱仪，附电导检测器。

4.4 分析步骤

4.4.1 样品预处理

称取约 2.5 g（精确至 0.001 g）于 25 mL 比色管中，加入约 5% 氢氧化钠 0.5 mL，用水溶解并定容到刻度，震荡 1 min，经 0.45 μm 滤膜过滤后测定。

4.4.2 离子色谱参考条件

4.4.2.1 色谱柱：阴离子保护柱：RFIC™ IonPac™ AG11-HC（4 mm×50 mm）或相当的保护柱；阴离子分析柱：RFIC™ IonPac™ AS11-HC（4 mm×250 mm）或相当的分析柱。

4.4.2.2 淋洗液：NaOH 溶液。梯度洗脱：0 min ~ 10 min，14 mmol/L；11 min ~ 15 min，24 mmol/L；16 min ~ 25 min，14 mmol/L。流量 1.0 mL/min，自动抑制模式，抑制电流 96 mA。

4.4.2.3 检测：抑制电导，进样量 25 μL ，以保留时间定性，峰面积定量。

4.4.2.4 柱温：室温。

4.4.3 校准曲线的制备

吸取 1 000 mg/L 亚硫酸盐 (SO_3^{2-}) 标准溶液 0.5 mL 于 100 mL 容量瓶中，加水定容到刻度，得到 5 mg/L 亚硫酸盐 (SO_3^{2-}) 标准溶液。分别吸取 5 mg/L 亚硫酸盐 (SO_3^{2-}) 标准溶液 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、1.0 mL、2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，加水定容到刻度，得到 0 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 亚硫酸盐 (SO_3^{2-}) 标准溶液。在设定色谱条件下进样分析，以标准系列质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。标准色谱图参见附录 A。

4.4.4 样品测定

在设定的色谱条件下，进样空白溶液和分析待测样液，根据 SO_3^{2-} 峰面积及校准曲线算出 SO_2 的含量。

4.5 计算

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V_3}{m_1 \times 1000 \times 1000} \times 0.8 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

X —— 试样中二氧化硫的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

c_1 —— 试样溶液中亚硫酸根浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

c_0 —— 空白溶液中亚硫酸根浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V_3 —— 定容体积，单位为毫升（mL）；

m_1 —— 试样量，单位为克（g）；

0.8 —— 亚硫酸根转换为二氧化硫系数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留3位有效数字。

4.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差值不应超过算术平均值的10%。

5 快速测定法（第三法）

5.1 原理

利用残留白砂糖中的SO₂类相关物质，在一定条件下经提取，按一定的倍数稀释后，被检样品中的SO₂类相关物质与显色剂在一定的条件下发生特异性反应，能生成蓝紫色络合产物，其颜色的深浅与二氧化硫的浓度成正比，通过内置标准曲线的仪器检测，能自动计算出样品内二氧化硫的含量。本方法最低检出浓度为1 mg/kg。

5.2 试剂

5.2.1 二氧化硫标准标准溶液（临用前现配）：准确称取1.969 g的无水亚硫酸钠，用蒸馏水溶解后，定容到1 000 mL，摇匀，即为1 000 mg/L的二氧化硫标准储备液。临用时用硫代硫酸钠标准溶液标定其含量。

5.2.2 二氧化硫使用液（临用前现配）：临用前将已标定的二氧化硫标准溶液稀释成每毫升相当于20 μg二氧化硫。

5.2.3 检测试剂盒：检测液A：氨基磺酸胺的甲醛水溶液；检测液B：盐酸副玫瑰苯胺溶液。

5.3 仪器

5.3.1 内置标准工作曲线的亚硫酸盐快速检测仪（以下简称“亚硫酸盐速测仪”）。

5.3.2 天平：感量0.01 g。

5.3.3 具塞三角瓶：200 mL。

5.3.4 可调移液器：100 uL~1 000 uL。

5.4 分析步骤

5.4.1 样品前处理

准确称取25.00 g白砂糖样品置入200 mL具塞三角瓶中，加入100 mL蒸馏水，盖塞振摇溶解作为样品处理液。

5.4.2 测定

5.4.2.1 二氧化硫标准曲线制备

吸取0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL二氧化硫标准使用液，分别置于10 mL容量瓶中，加蒸馏水定容至刻度（相当于每10 mL溶液中含5 μg、10 μg、20 μg、40 μg、80 μg二氧化硫）。在1 cm比色皿中加入2.0 mL蒸馏水，3滴检测液A，3滴检测液B，混匀，静置8 min，调零。分别吸取2.0 mL上述二氧化硫标准系列溶液于1 cm比色皿中，加入3滴检测液A，混匀，再加入3滴检测液B，混匀，放置8 min，放入亚硫酸盐速测仪测定二氧化硫含量，读取二氧化硫测定值，绘制标准曲线。

5.4.2.2 试样测定

吸取上述样品处理液（5.4.1）2.0 mL于1 cm比色皿中，加入3滴检测液A，混匀，放入仪器检测通道调零；调零后取出，再加入3滴检测液B，摇匀，放置8 min，放入亚硫酸盐速测仪测定二氧化硫含量，读取二氧化硫测定值。

5.5 计算

采用亚硫酸盐速测仪，仪器界面直接显示试样中二氧化硫的含量。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留两位有效数字。

5.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的差值不应超过算术平均值的 10%。

附录 A (规范性附录) 试验方法

A.1 试验原理

A.2 试剂与材料

A.3 仪器设备

A.4 试验步骤

A.5 结果计算

A.6 试验记录

A.7 试验报告

A.8 试验安全

A.9 试验室环境

A.10 试验室管理

A.11 试验室资质

A.12 试验室认可

A.13 试验室监督

A.14 试验室改进

A.15 试验室评价

A.16 试验室总结

A.17 试验室附录

A.18 试验室参考文献

A.19 试验室其他事项

A.20 试验室其他事项

A.21 试验室其他事项

A.22 试验室其他事项

A.23 试验室其他事项

A.24 试验室其他事项

A.25 试验室其他事项

A.26 试验室其他事项

A.27 试验室其他事项

A.28 试验室其他事项

A.29 试验室其他事项

A.30 试验室其他事项

A.31 试验室其他事项

A.32 试验室其他事项

A.33 试验室其他事项

A.34 试验室其他事项

A.35 试验室其他事项

A.36 试验室其他事项

A.37 试验室其他事项

A.38 试验室其他事项

A.39 试验室其他事项

A.40 试验室其他事项

附录 A

(资料性附录)

亚硫酸盐 (SO_3^{2-} , 5 mg/L) 标准色谱图

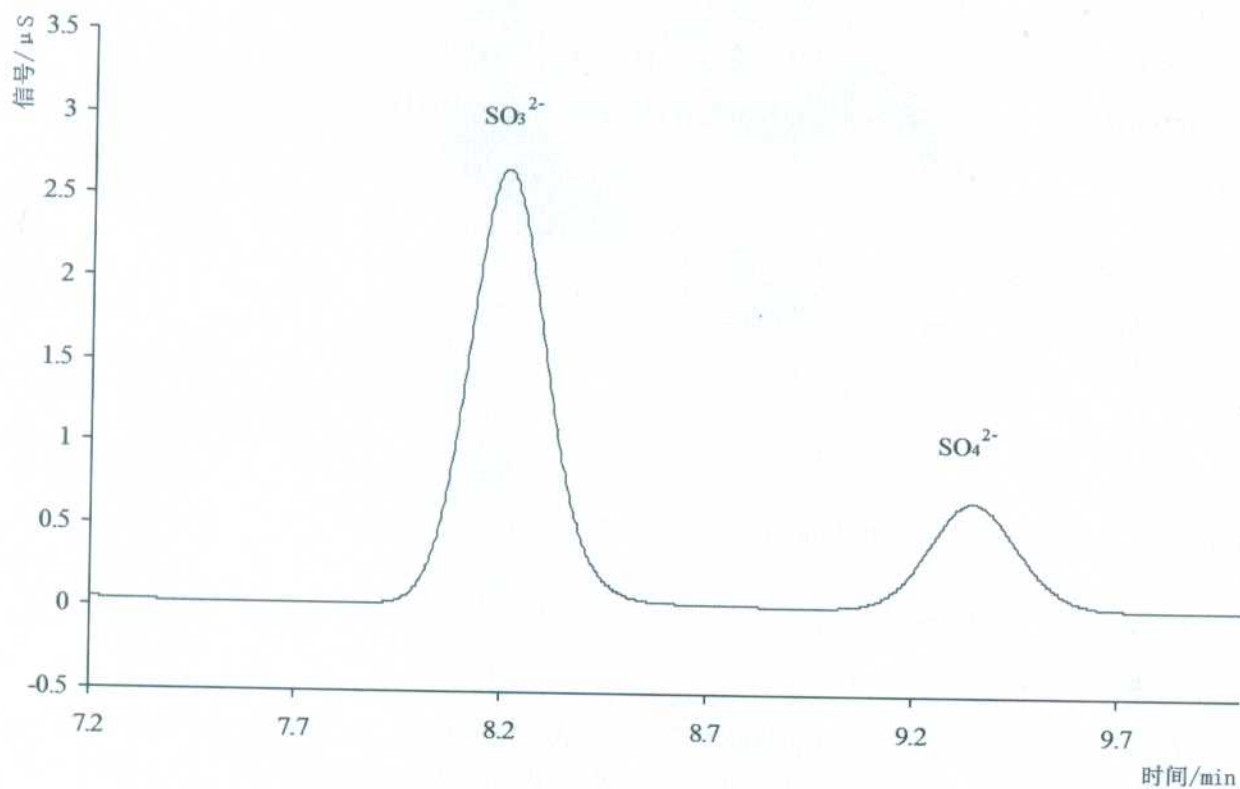


图 A. 1

中华人民共和国
轻工行业标准
白砂糖中亚硫酸盐的测定
QB/T 5009—2016

*

中国轻工业出版社出版发行
地址：北京东长安街6号
邮政编码：100740
发行电话：(010)65241695
网址：<http://www.chlip.com.cn>
Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑
地址：北京西城区下斜街29号
邮政编码：100053
电话：(010)68049923/24/25

*

版权所有 侵权必究
书号：155019·4779
印数：1—200册 定价：18.00元