

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.34—2003
代替 GB/T 5009.34—1996

食品中亚硫酸盐的测定

Determination of sulphite in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 5009.34—1996《食品中亚硫酸盐的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.34—1996 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《食品中亚硫酸盐的测定》；

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由北京市卫生防疫站、广东省卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、山东省食品卫生监督检验所、河北省卫生防疫站、北京市崇文区卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食品中亚硫酸盐的测定

1 范围

本标准规定了食品中亚硫酸盐的测定方法。
本标准适用于食品中二氧化硫残留量的测定。
本标准检出浓度为 1 mg/kg。

第一法 盐酸副玫瑰苯胺法

2 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。

3 试剂

- 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 1 000 mL,放置过夜,过滤后备用。
- 3.2 氨基磺酸铵溶液(12 g/L)。
- 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。
- 3.4 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,此溶液临用时现配。
- 3.5 亚铁氰化钾溶液:称取 10.6 g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$,加水溶解并稀释至 100 mL。
- 3.6 乙酸锌溶液:称取 22 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 溶于少量水中,加入 3 mL 冰乙酸,加水稀释至 100 mL。
- 3.7 盐酸副玫瑰苯胺溶液:称取 0.1 g 盐酸副玫瑰苯胺($\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{N}_2\text{Cl} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$; p-rosaniline hydrochloride)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,如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(如无盐酸副玫瑰苯胺可用盐酸品红代替)。
- 盐酸副玫瑰苯胺的精制方法:称取 20 g 盐酸副玫瑰苯胺于 400 mL 水中,用 50 mL 盐酸(1+5)酸化,徐徐搅拌,加 4 g~5 g 活性炭,加热煮沸 2 min。将混合物倒入大漏斗中,过滤(用保温漏斗趁热过滤)。滤液放置过夜,出现结晶,然后再用布氏漏斗抽滤,将结晶再悬浮于 1 000 mL 乙醚-乙醇(10:1)的混合液中,振摇 3 min~5 min,以布氏漏斗抽滤,再用乙醚反复洗涤至醚层不带色为止,于硫酸干燥器中干燥,研细后贮于棕色瓶中保存。
- 3.8 碘溶液 $[c(1/2\text{I}_2) = 0.100 \text{ mol/L}]$ 。
- 3.9 硫代硫酸钠标准溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.100 \text{ mol/L}]$ 。
- 3.10 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(0.1 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 (0.1 mol/L)、5 mL 冰乙酸,按同一方法做试剂空白试验。