

SOA600 二氧化硫测定仪测定真菌淀粉酶中二氧化硫含量

一、前言

真菌淀粉酶是一种由真菌产生的酶，能够降解淀粉为较小的糖分子，如葡萄糖、麦芽糖等。测试真菌淀粉酶中二氧化硫含量的目的是对其进行控制和检测，以确保最终产品的二氧化硫含量在安全和法规允许的范围内。

然而真菌淀粉酶类的样品具有一定的特殊性，一是样品吸水后黏性很大，样品往往以大块的形式粘在烧瓶底部；二是样品在充氮-蒸馏的过程中极易产生大量的泡沫。这两个特点会干扰测试结果。因此本方案通过对样品进行预溶解及选择合适的消泡剂，使得类似样品能更好地完成二氧化硫含量的测定。

二、仪器与试剂

2.1 仪器

SOA600 二氧化硫测定仪、FC1200 冷却水循环器、氮气发生器、分析天平、超声清洗机等。



SOA600 二氧化硫测定仪

2.2 试剂

试剂：盐酸（1:1）、氢氧化钠标准滴定液（0.01mol/L）、3%过氧化氢吸收液（现配现用）、甲基红乙醇指示剂（2.5g/mL）、有机硅消泡剂；

2.3 样品

真菌淀粉酶

三、实验方案

3.1 样品中二氧化硫含量测定

3.1.1 溶剂配制

- ①过氧化氢溶液(3%): 量取质量分数为 30%的过氧化氢 100 mL,加水稀释至 1000 mL, 临用时现配。
- ②盐酸溶液(6 mol/L): 量取盐酸($\rho_{20}=1.19\text{ g/mL}$)50 mL, 缓缓倾入 50 mL 水中, 边加边搅拌。
- ③甲基红乙醇溶液指示剂(2.5 mg/mL): 称取甲基红指示剂 0.25 g, 溶于 100 mL 无水乙醇中。
- ④氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L): 按照《GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备》配制并标定, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准滴定溶液。
- ⑤氢氧化钠标准溶液(0.01 mol/L): 移取氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L)10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加无二氧化碳的水稀释至刻度。

3.1.2 取样及样品预溶解

使用锡纸盘称取样品 35 g (精确至 0.0001g) 左右, 将样品转移至两颈烧瓶中, 然后复称一下剩余样品的重量, 通过差减称量法记录转移到两颈烧瓶中样品的重量。



加样完成后在烧瓶中加入 250mL 纯水, 并置于超声波清洗机上超声 30min, 以保证样品完全溶解。同时为避免样品在充氮-蒸馏过程中产生大量泡沫, 需在测样前向盛有样品及空白的两颈烧瓶中均加入 1mL 有机硅消泡剂。

3.1.3 吸收液准备

向锥形瓶中加入 50mL 3%的过氧化氢溶液作为吸收液, 向吸收液中加入三滴甲基红乙醇溶液指示剂

(2.5 mg/mL)，并用 0.01mol/L 氢氧化钠滴定液滴定至黄色（即终点；如果超过终点，则应舍弃该吸收液）

3.1.4 样品上机蒸馏

将盛有样品的两颈圆底烧瓶及将盛有黄色吸收液的锥形瓶置于 SOA600 二氧化硫测定仪上，并旋紧圆底烧瓶与冷凝管和加液管之间的玻璃磨砂口。打开 SOA600 二氧化硫测定仪、氮气发生器以及 FC1200 冷却水循环器，并将冷凝水温度调节至 14℃。将 SOA600 二氧化硫测定仪上的导气管置于盛有吸收液锥形瓶的底部，确保导气管末端在吸收液液面以下，开通氮气，使用流量计调节气体流量至约 1.0 L/min。在 SOA600 二氧化硫测定仪选择设置好的程序后，点击需要蒸馏的孔位开始蒸馏。

SOA600 二氧化硫测定仪设置参见表一：

方法名称	试剂量 (1:1 盐酸)	升温时间	纯水量	保温功率	保温时间	N ₂ 流量	冷凝水
自动方法	10mL	13min	50mL	250W	90min	1 L/min	14℃

表一 SOA600 二氧化硫测定仪设置

蒸馏结束后，仪器停止加热，先将导气管从接收杯中取出再关闭氮气发生器，并将接收杯转移到一边等待吸收液放凉。等待圆底烧瓶放凉后再关闭冷凝水。

注：烧瓶中纯水总量为 300mL 时，仪器升温时间设置为 12 min 即可，烧瓶中纯水总量为 500mL 时，仪器升温时间设置为 15 min 即可。

3.1.5 滴定

吸收液放冷后摇匀，用 0.01mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至黄色且 20s 不褪色，记录滴定体积。

四、结果计算

样品中二氧化硫含量计算公式如下：

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.032 \times 1000 \times 1000}{m}$$

式中：X 为样品中二氧化硫的含量，单位为毫克每千克 (mg/Kg) 或毫克每升 (mg/L)；

V 为试样溶液消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 为空白溶液消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

C 为氢氧化钠标准液摩尔浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)，本次为 0.010009 mol/L；

0.032 为 1mL 氢氧化钠标准液 (1 mol/L) 相当的二氧化硫的质量 (g)，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；

m 为试样的质量或体积，单位为克 (g) 或毫升 (mL)。

五、实验注意事项

5.1 选择合适的消泡剂

由于样品在充氮-蒸馏过程中很容易产生大量的泡沫，有冲入接收杯的风险，因此需要在样品中加入 1mL 有机硅消泡剂。本次测试过程中使用的消泡剂为中性消泡剂，并且经测试发现消泡剂消泡效果良好，也未出现挥发影响终点滴定的情况。

5.2 样品预溶解

由于样品的黏性较大，先加样品后加水会造成样品粘在烧瓶底部，在后续加热样品的过程中发生糊底的现象，烧瓶难以清理，因此在测试前需对样品进行预溶解。具体方法是在烧瓶中加入样品后再加入 250mL 纯水，并置于超声机上超声 30min，尽量保证样品完全溶解。

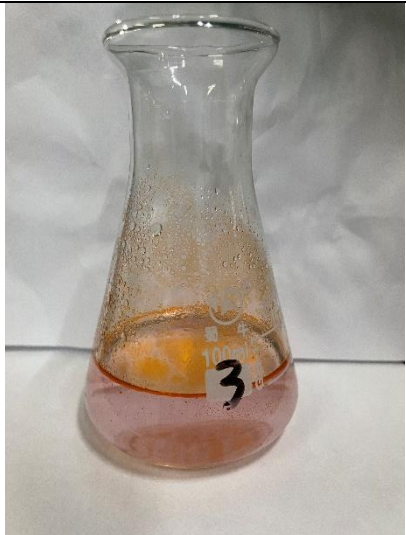

5.3 适当减少样品取样量

当样品取样量较多的时候，溶解相对困难，并且在后续加入盐酸时，淀粉酶变性产生大量白色沉淀，长时间加热也会出现糊底的现象，可适当程度减少样品取样量。

五、测试结果

5.1 正辛醇及有机硅消泡剂比对

正辛醇及有机硅消泡剂比对如表二所示：

消泡剂名称	正辛醇	有机硅消泡剂
酸碱性	中性	中性
挥发性	有挥发	无挥发
测试完成后接收杯照片		
消泡能力	弱	强
能否用于二氧化硫的测定	否	能

表二 正辛醇及有机硅消泡剂比对

5.2 SOA600 二氧化硫测定仪对样品中二氧化硫含量测定结果如表三：

样品名称	样品重量/g	空白体积/mL	滴定体积/mL	二氧化硫含量/(mg/Kg)	平均值/(mg/kg)	精密度%
120240533 真菌淀粉酶	34.9436	0.000	2.20	21.5	20.6	8.26
	35.0201		2.03	19.8		

表三 样品中二氧化硫测定结果

六、结论

本方案分别通过样品预溶解及加入中性有机硅消泡剂来解决真菌淀粉酶类的样品黏在烧瓶底部及在充氮-蒸馏的过程中极易产生大量的泡沫的两个问题。按照《GB 5009.34-2022 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定》中第一法 酸碱滴定法测试 120240533 真菌淀粉酶样品中二氧化硫的含量为 20.6 mg/kg, 且结果精密度也符合国标要求。SOA600 二氧化硫测定仪具备全自动添加实验所需溶液以及六通道独立操控功能, SOA600 二氧化硫测定仪能助力测试人员更高效完成真菌淀粉酶中二氧化硫含量的测定。

参考文献

[1] GB 5009.34-2022 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定[S]. 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 2022.