

SOA600 二氧化硫测定仪测定香料/调味品中二氧化硫含量

一、前言

香料和调味料是食品工业中不可或缺的组成部分，它们不仅能够增强食物的风味，提升用餐体验，还对健康有着一定的影响。测量香料/调味料中二氧化硫的含量的目的是为了确​​保食品安全、遵守法规、保护消费者健康以及维护产品质量和市场竞争​​力。根据《GB 5009.34-2022 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定》中的规定，香料及调味品均属于食品类可以适用于第一法 酸碱滴定法，因此适用于海能 SOA600 二氧化硫测定仪。

然而香料中含有一定量的挥发性有机物，例如醇类、醛类、酮类、酯类等。这些化合物具有较强的挥发性，碳原子数不超过 20，且疏水。香料的这一特性使得在利用酸碱滴定法测试样品二氧化硫的过程中，挥发性有机物会随着氮气吹入盛有指示剂的接收液中并浮于接收液表面，而指示剂具有一定的亲脂性，因此指示剂会被上层油相吸附，而造成下层的水相液体中颜色变浅，不利于终点颜色的判定。因此本方案通过对样品进行预脱脂，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、SOX606 脂肪测定仪、分析天平等。



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）、石油醚（30~60°C）；

2.3 样品

八角、茴香、辣椒段、白糖。

三、实验方案

3.1 样品中二氧化硫含量的测定

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($\rho_{20}=1.19$ 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 样品前处理

3.1.2.1 样品粉碎

八角、茴香、辣椒段等样品，需用粉碎机进行样品粉碎，并置于自封袋中保存。

3.1.2.2 样品预脱脂

类似于八角有浓郁芳香挥发性气味的样品或测试过程中接收杯中溶液出现水油分层的样品，建议使用 SOX606 索氏提取仪对样品进行预脱脂。

3.1.2.2.1 仪器准备

使用石油醚清洗干净接收杯，干燥并称重记为 m_0 ，在干净的滤纸筒架中放入叠好的滤纸筒。

3.1.2.2.2 样品制备

使用叠好的滤纸筒称取粉碎、混匀后的样品 15g（精确至 0.1mg）左右，记为 m ，并放入滤纸筒中。由于二氧化硫一次需要 35g，因此需要使用 SOX606 索氏提取仪六个通道同时脱脂。

3.1.2.2.3 索氏抽提

将盛有样品和滤纸筒的滤纸筒架放入仪器抽提室中，向干燥且称重的接收杯中加入约 80mL 沸程为 30℃~60℃的石油醚，然后将接收杯放在对应的通道处。设置抽提温度为 65℃，抽提时间为 240 分钟，预干燥时间为 30 分钟，点击开始运行。

3.1.2.2.4 恒重

抽提结束后，将盛有粗脂肪提取物的接收杯在 105℃下烘干 2 小时，并称重，记为 m_1

3.1.2.2.5 样品损失因子计算公式如下：

$$f = \frac{m}{m - (m_1 - m_0)}$$

3.1.3 取样

使用锡纸盘称取样品 35g（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。



3.1.4 过氧化氢吸收液（3%）滴定至黄色

锥形瓶内加入 50mL 3%过氧化氢溶液作为吸收液。使用前在吸收液中加入 3 滴甲基红乙醇溶液指示剂（2.5mg/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，则应舍弃该吸收溶液）。

3.1.5 样品上机蒸馏

SOA600 二氧化硫测定仪参数设置参见表一：

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	300mL	250W	90min	1L/min	14°C

表一 SOA600 二氧化硫测定仪参数设置

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。

3.1.6 手工滴定

吸收液放冷后摇匀，用 0.01066 mol/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：

样品中二氧化硫的含量计算公式如下：

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

式中：X 为试样中二氧化硫含量(以 SO₂ 计),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)；

V₀ 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)，此次浓度为 0.10009mol/L；

0.032 为 1mL 氢氧化钠滴定液 (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)。

f 为样品损失因子，当样品不需要脱脂时， $f=1$ ；当样品需要脱脂时，f 使用 3.1.2.2.5 样品损失因子计算公式计算。

五、实验注意事项

①样品转移：由于 35g 样品较多，可以将锡纸盘卷成漏斗状插入两颈圆底烧瓶中用于样品转移，避免转移过程样品中损失。

②保证仪器气密性：试验前检查整个装置的气密性。气密性会影响测试结果的平行性。

③避免样品暴沸：在本次样品测试过程中八角、茴香和辣椒段会有部分样品飞溅到烧瓶上方，因此需要调小氮气到 1L/min，空白烧瓶需与样品做同样处理。

④降温后再关闭冷凝水：降温过程中尽量不要关闭冷凝水，以防止带酸液的残余蒸汽没有冷凝直接进入到了导气管中，影响下一次测定结果。

⑤蒸馏装置清洗：测完一组样品后，需要将两颈圆底烧瓶、玻璃三通管以及导气玻璃管进行清洗，以避免样品与样品之间交叉污染。其中两颈圆底烧瓶需拆下清洗，玻璃三通管可以使用仪器自带的清洗功能进行清洗，有时部分样品会进入玻璃三通管内，可以用小毛刷进行清理。导气玻璃管使用洗瓶冲洗三次即可。

⑥如何快速取下烧瓶：所有测试完成后，由于热胀冷缩的作用，烧瓶与冷凝管连接非常紧密不易取下。此时可以先将玻璃三通管取下，将一根橡胶管一端插入烧瓶中，一端放入废液桶中，用洗耳球将溶液吸入废液桶中。然后点击“清洗-蒸馏瓶清洗”选择六个通道，点击开始，仪器向蒸馏瓶自动添加蒸馏水以降低烧瓶与冷凝管磨砂口处温度，此时左右手分别握住蒸馏瓶与冷凝管，轻旋使其分开即可。

六、测试结果

SOA600 二氧化硫测定仪对样品中二氧化硫含量测定结果如表二：

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)
八角（脱脂）	35.0761	0.000	15.31	125.27	114.11
	33.6783		13.39	114.11	
小茴香	35.3987		0.62	5.95	6.57
	35.4003		0.75	7.18	
辣椒段	35.1988		0.46	4.44	5.32
	35.1863		0.64	6.19	
白糖	34.9922		0.38	3.74	4.05
	35.0292		0.45	4.36	

表二 样品中二氧化硫测定结果

备注：上表中八角脱脂后的样品损失因子为 1.116，损失因子已经算入测试结果。上表中八角样品脱脂前后上机测试接收杯中溶液状态，如图一所示。说明对八角样品进行脱脂有利于滴定终点颜色的判定。



图一 八角样品脱脂前后上机测试接收杯中溶液状态

七、结论

本方案通过对具有浓郁芳香挥发性气味的样品进行预脱脂来解决香料类的样品测试结束后接收杯中出现水油分层和指示剂颜色变透明的问题。为更好地判断样品是否需要预脱脂，可以先进行两个平行样品的测试，如果出现滴定终点不好判断的情况，可以再进行样品预脱脂后复测。

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 酸碱滴定法测试八角、小茴香、辣椒段、白糖中二氧化硫的含量均为检出，且高于定量限的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香料/调味料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.