

电位滴定法测定水果中的痕量二氧化硫

李文生¹ 冯晓媛¹ 胡 清²

(1 北京农林科学院林业果树研究所 北京 100093; 2 瑞士万通中国有限公司技术支持中心 北京 100005)

摘要:依据 GB/T 5009.34 食品中亚硫酸盐蒸馏法的测定方法的测定思路,使用电位滴定法测定水果中的痕量二氧化硫残留,方法简便,灵敏度高,重现性好。

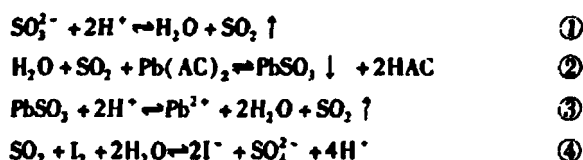
前 言

由于亚硫酸有较强的还原剂,在被氧化时可将着色物质还原褪色,使食品保持鲜艳色泽,还可抑制食品中的氧化酶,防止食品褐变。同时,还可阻断微生物的正常生理氧化过程,抑制微生物繁殖,从而起到防腐作用。因此,二氧化硫类物质是食品加工过程中常用的漂白剂和防腐剂。

然而,亚硫酸具有一定的毒性,可与蛋白质的巯基进行可逆反应,刺激消化道粘膜,出现恶心、呕吐、腹泻等症状;摄入过量的亚硫酸盐,会影响人体对钙的吸收,并破坏 B 族维生素;长期摄入则会对肝脏造成损害。

为保证消费者健康,我国在食品添加剂标准中规定了二氧化硫类物质在食品中的使用范围、使用量及允许最大残留量。如低亚硫酸钠可用于蜜饯、干果、干菜、粉丝、葡萄糖、食糖、冰糖、饴糖、糖果、液体葡萄糖、竹笋、蘑菇及蘑菇罐头,最大使用量为 0.40 克/千克;二氧化硫可用于葡萄酒、果酒等的最大使用量不应超过 0.25 克/千克。竹笋、蜜饯、蘑菇及蘑菇罐头、葡萄、葡萄酒和果酒等二氧化硫残留量均不得超过 0.05 克/千克。

水果中二氧化硫的测定,主要采用 GB/T 5009.34-2003(食品中亚硫酸盐的测定方法)的第二法,该法基于以下测定原理:



由于二氧化硫浓度较低,终点颜色判断存在较大误差,而电位滴定仪依据电位突跃来判断终点,灵敏度显著高于手工滴定,并且避免人为因素,检测的重现性也显著提高。

1 实验设施

1.1 实验设备

瑞士万通(Metrohm) 809 型全自动电位滴定仪
瑞士万通(Metrohm) 800 顶置加液器
瑞士万通(Metrohm) 10mL 智能加液单元
瑞士万通(Metrohm) 双铂片电极

1.2 化学试剂

盐酸(1+1):浓盐酸用水稀释 1 倍;

乙酸铅溶液(20g/L):称取 2g 乙酸铅,溶于少量水并稀释到 100mL;

碘标准溶液 $C(1/2 I_2)=0.01\text{mol/L}$:将 0.1mol/L 碘溶液稀释 10 倍,按 GB601 标定其准确浓度;

2 分析方法

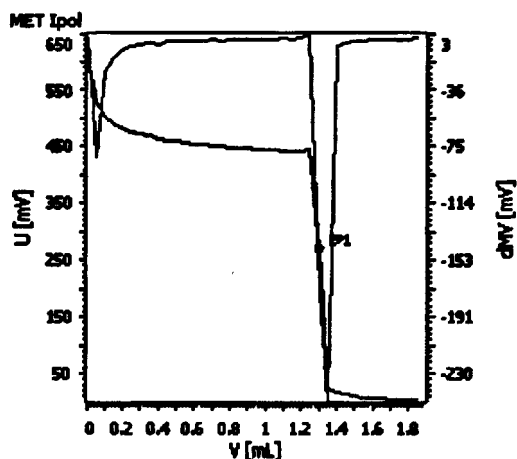
2.1 试样处理:

用刀或剪刀将水果剪成碎末后均匀称 5.00 ~ 10.00 g 试样(试样量可视含量高低而定);置 500 mL 圆底蒸馏瓶中,加入 250 mL 水,装上冷凝装置,冷凝管下端插入碘量瓶中的 25 mL 醋酸铅(20 L)吸收液中,然后在蒸馏瓶中加入 10 mL 盐酸(1+1),立即盖塞加热蒸馏,当蒸馏液约 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,同时做空白试验。

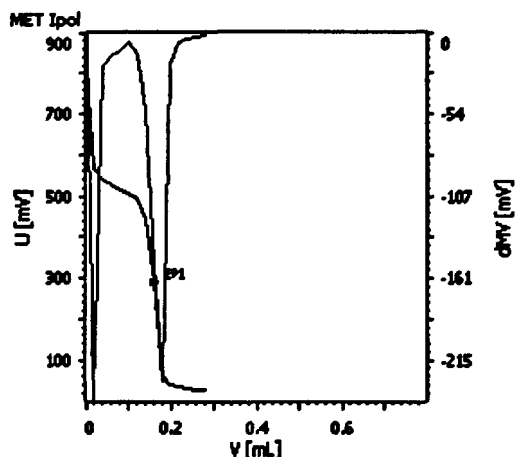
2.2 检测步骤:

将上述收集液置 Metrohm 809 自动电位滴定仪滴定台上,放入双铂片电极及 Metrohm 专用防扩散滴定头,选择二氧化硫测定方法,仪器会自动滴定并自动处理、记录结果。

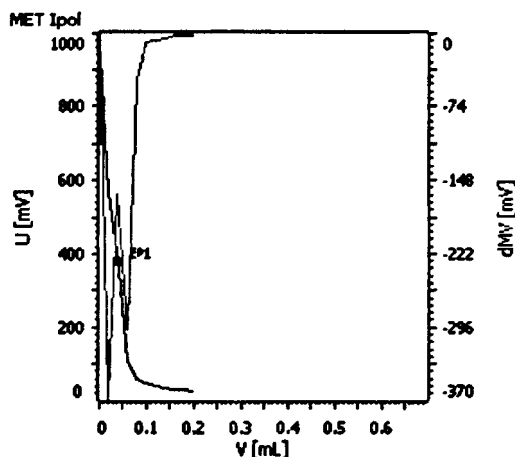
3 结果与分析



样品 1#: 称取 10g 用于检测
EP1 = 1.3002mL, 检测浓度: 83.21 mg/kg



样品 2#: 称取 10g 用于检测
EP1=0.1601mL, 检测浓度: 10.25mg/kg



样品 3#: 称取 10g 用于检测
EP1 = 0.0418mL, 检测浓度: 2.68 mg/kg

4 讨论

此电极滴定方法适用于 GB/T 5009. 34-2003, 可以检测含量很低的样品。但此标准方法的样品前处理费时费力, 能否简化前处理, 直接进行滴定, 将是下一步探讨的内容。

(该项目由北京农产品质量检测与农田环境监测技术研究中心提供资助)

参考文献:

1. 中国国家标准管理委员会. 食品卫生检验方法理化部分(一)[S]. GB / T 5009. 34-2003: 267 ~ 273.
2. 张文德. 食品中亚硫酸盐测定方法的改进[J]. 中国食品卫生杂志, 2004(6): 504-508.
3. 何红梅 碘吸收滴定法测定食品中二氧化硫残留量 食品安全与检测, 2006, Vol .22, No.3.