

## 二氧化硫测定仪测定龙眼粉末中的二氧化硫含量

### 一、前言

龙眼作为我国重要的亚热带特色水果，经冻干加工制成的龙眼冻干粉末最大限度地保留了其原有的风味、色泽和营养成分，被广泛应用于食品工业、保健品及固体饮料等领域。在果蔬制品加工过程中，二氧化硫及其盐类（如焦亚硫酸钠、亚硫酸钠等）因其优异的漂白、防腐和抗氧化特性，常被用作添加剂以抑制酶促褐变和非酶褐变，延长产品货架期。然而，过量使用硫磺或磺制剂会导致产品中二氧化硫残留量超标，对人体健康造成潜在风险，如引发呼吸道过敏反应、胃肠道不适等，长期过量摄入危害更为显著。我国国家标准《GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》明确规定了二氧化硫在水果干类、蜜饯凉果等产品中的最大残留限量（MRL）。建立一种准确、高效、规范的二氧化硫残留量检测方法，对于龙眼冻干粉末等产品的质量安全控制、保障消费者健康以及符合法规要求具有至关重要的意义。

本测试方案参考标准《GB 509.34-2022 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定》，使用二氧化硫含量测定仪对龙眼冻干粉末中的二氧化硫残留量进行测定，为企业的产品质量控制和食品安全风险评估提供坚实的技术依据。

### 二、仪器与试剂

#### 2.1、仪器

SOA600 二氧化硫测定仪、分析天平等。

#### 2.2、试剂

甲基红（2.5g/L）、30% $H_2O_2$ 、氢氧化钠（0.01M）。

#### 2.3、样品

龙眼粉末 1#和龙眼粉末 2#。

### 三、实验方案

#### 3.1、试剂配制

(1) 甲基红溶液 (2.5g/L): 称取 250mg 甲基红溶于 95%乙醇, 用 95%乙醇稀释至 100mL。

(2) 3% $H_2O_2$  溶液: 准确移取 50mL 的 30%过氧化氢溶液于 500mL 容量瓶中, 使用纯水定容至 500mL。

#### 3.2、样品称量

使用锡纸盘称取样品 35g (精确至 0.0001g) 左右, 并转移至圆底烧瓶中, 由于样品易结块且粘度较大, 上机测试前向圆底烧瓶中加入 200mL 纯水以促进样品充分分散。

#### 3.3、过氧化氢吸收液的准备

锥形瓶内加入 50mL 的 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 0.01009mol/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)。

#### 3.4、上机蒸馏

SOA600 二氧化硫测定仪参数设置参见表一:

表一 SOA600 二氧化硫测定仪参数设置

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	100mL	250W	90min	1.0L/min	14°C

注: 由于上机测试前, 圆底烧瓶中已加入 200mL 纯水, 故仪器加入 100mL 纯水即可。

#### 3.5、滴定

吸收液放冷后摇匀, 用 0.01009 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。

随后, 使用《GB 5009.34-2022 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定》标准中的公式进行计算, 进而

得到样品中二氧化硫的含量。

#### 四、测试结果

表二 样品中二氧化硫的含量

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 /%
1#	34.3799	0	1.15	10.8003	11.1026	3.85
	34.8220		1.23	11.4049		
2#	35.1804		2.17	19.9159	18.9057	7.56
	34.1005		1.89	17.8954		

注：表中精密度计算方式为两次独立测试结果的绝对差值与算术平均值的比值。

#### 五、注意事项

①样品转移：由于 35g 样品较多且不易转移，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由于龙眼样品加入纯水后易结块，建议上机测试前加入 200mL 纯水并摇晃以促进其混匀，防止测试过程中样品的结块和糊化问题。

③保证仪器气密性：试验前检查整个装置的气密性。一是旋紧玻璃磨砂接口处，在玻璃磨砂口处可用水进行液封或是涂抹凡士林，以免漏气；二是玻璃三通与转接头接口处，首先在转接头加入黑色密封垫，然后与玻璃三通螺纹旋紧。打开氮气后，观察六个通道接收杯中产生气泡的流速，如发现个别产生气泡的流速与其它通道不一致，需要进一步检查气密性。

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，导气玻璃管使用洗瓶冲洗三次即可。

## 六、实验结论

由测试结果可知，SOA600 二氧化硫测定仪可用于龙眼冻干粉类食品中的二氧化硫含量测试，测试结果平行性符合参考国标要求。

## 七、参考标准

[1] 《GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》

[2] 《GB 5009.34-2022 食品安全国家标准 食品中二氧化硫的测定》