

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22427.13—2008/ISO 5379:1983  
代替 GB/T 12094—1989

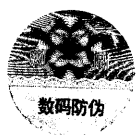
## 淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定

Starch and derived products—Determination of sulfur dioxide content

(ISO 5379:1983, Starch and derived products—Determination of sulfur dioxide content—Acidimetric method and nephelometric method, IDT)

2008-10-19 发布

2009-03-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会

发布

## 前 言

本标准等同采用 ISO 5379:1983《淀粉及其衍生物二氧化硫含量测定 酸度法和浊度法》(英文版),其内容和结构与 ISO 5379:1983 一致,仅做了编辑性修改。

本标准代替 GB/T 12094—1989《淀粉及其衍生物二氧化硫含量测定方法》。

本标准与 GB/T 12094—1989 相比主要修改如下:

- 标准名称改为《淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定》;
- 增加了检测方法:将浊度法作为测定二氧化硫含量的方法写入标准中;
- 完善了标准格式,按国际单位制规范了单位;
- 增加了“6 实验报告”。

本标准由中国商业联合会提出并归口。

本标准起草单位:中国商业联合会商业标准中心、江南大学食品学院、中国淀粉工业协会变性淀粉专业委员会。

本标准主要起草人:顾正彪、洪雁、程力、陈洪兴、杨钟超、靳晓蕾。

## 淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定

### 1 范围

本标准规定了测定淀粉及其衍生物中二氧化硫含量的酸度法和浊度法。

本标准适用于淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定。酸度法适用于二氧化硫含量高于 16 mg/kg 的样品,浊度法适用于二氧化硫含量低于 16 mg/kg 的样品。

### 2 原理

将样品酸化和加热,使其释放出二氧化硫,并随氮流通过过氧化氢稀溶液而被吸收氧化成硫酸,用氢氧化钠溶液滴定。

### 3 酸度法

#### 3.1 试剂

应使用不含有硫酸盐的分析纯试剂和蒸馏水,且蒸馏水是新煮沸不久的。

3.1.1 氮气:无氧。

3.1.2 过氧化氢溶液:将 30 mL 质量分数为 30% 的过氧化氢,倒入 1 000 mL 容量瓶内,加水至刻度。浓度大约为 9 g/L~10 g/L。现配现用。

3.1.3 盐酸溶液:置 150 mL 浓盐酸( $\rho_{20}=1.19$  g/mL)于 1 000 mL 容量瓶,加水至定容的刻度。

3.1.4 溴酚蓝指示剂溶液:将 100 mg 的溴酚蓝溶于 100 mL 浓度为 20% (体积分数)的乙醇溶液中。

3.1.5 田代(Tashiro)指示剂:将 30 mg 的甲基红和 50 mg 的亚甲基蓝溶解在 120 mL 的 90% (体积分数)乙醇中,用水稀释至 200 mL,混匀。

注:田代(Tashiro)指示剂(3.1.5)只可在酸度法的测定(3.3.4)使用。溴酚蓝指示剂(3.1.4)适用于酸度法的测定同时不影响浊度法中的测定(第 4 章)。

3.1.6 氢氧化钠标准溶液: $c=0.1$  mol/L。

3.1.7 氢氧化钠标准溶液: $c=0.01$  mol/L。

注 1: 3.1.6 与 3.1.7 溶液应使用不含二氧化碳的水配制,该水可通过煮沸后的水经氮流冷却而得到。

注 2: 推荐的溶液对小体积的实验适用,如果需要,增加试样量。

3.1.8 碘标准溶液: $c=0.01$  mol/L。

3.1.9 淀粉指示剂: $c=5$  g/L。将 0.5 g 可溶性淀粉溶于 100 mL 的水中,加热搅拌至沸腾,再加入 20 g 氯化钠,搅拌直至完全溶解为止,使用前应冷却至室温。

3.1.10 焦亚硫酸钾和乙二胺四乙酸二钠混合溶液:将 0.87 g 焦亚硫酸钾( $K_2S_2O_5$ )和 0.20 g 乙二胺四乙酸二钠( $Na_2H_2EDTA$ )溶于水中,并定量地转移至 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,充分混合。

#### 3.2 仪器

玻璃仪器的磨口连接处要吻合。

3.2.1 锥形瓶:100 mL。

3.2.2 容量瓶:1 000 mL。

3.2.3 吸管:0.1 mL、1 mL、2 mL、3 mL、5 mL 和 20 mL。

3.2.4 微量半滴定管:10 mL。

3.2.5 滴定管:25 mL 和 50 mL。

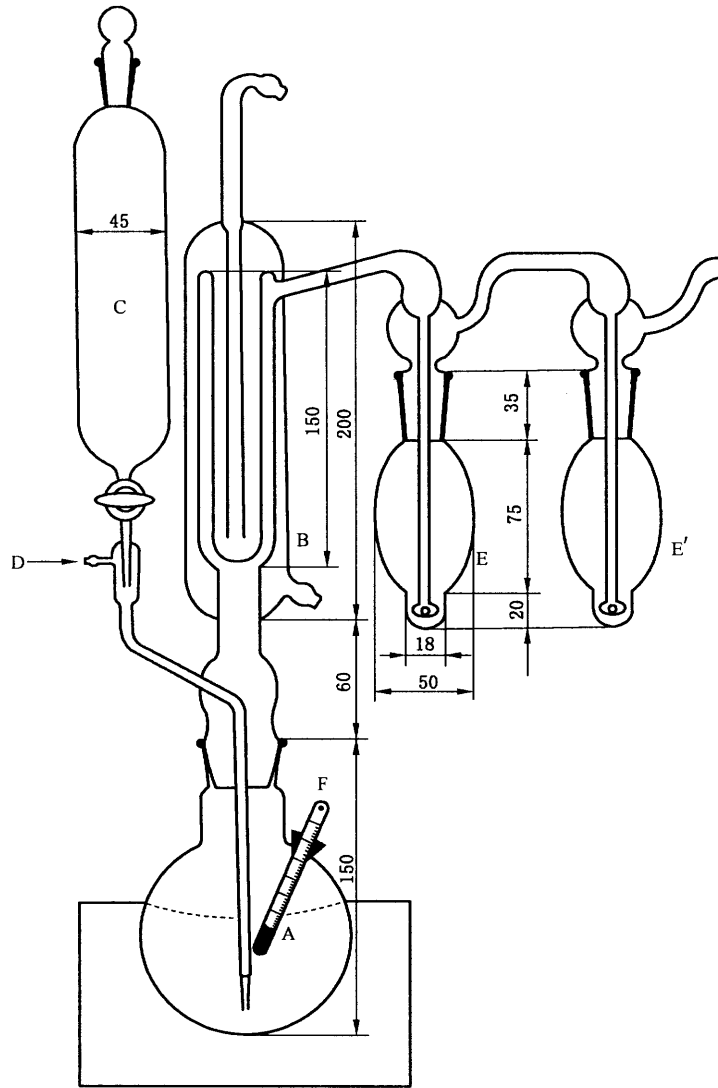
3.2.6 分析天平。

3.2.7 磁力搅拌器:带有有效的加热器,适用于烧瓶 A(见 3.2.8.1)。

3.2.8 雾状仪:如图 1 所示。或能保证二氧化硫成雾状通过过氧化氢溶液而被吸收的类似装置。

注:避免将冷凝器和喷水口相连,这可能导致二氧化硫的吸收。

单位为毫米



- A——圆底烧瓶;
- B——竖式冷凝器;
- C——分液漏斗;
- D——连有苯三酚碱性溶液吸收器的氮流入口处;
- E、E'——串连的两个起泡器,与冷凝器 B 相接;
- F——温度计。

图 1 雾状仪

3.2.8.1 雾状仪的组成

- A:圆底烧瓶:250 mL 或更大些,并有一磨口短状开口,以便插入一温度计;
- B:竖式冷凝器:固定于烧瓶 A 上;
- C:分液漏斗:固定于烧瓶 A 上;
- D:连有苯三酚碱性溶液吸收器的氮流入口处;

E 和 E' : 串连的两个起泡器, 与冷凝器 B 相接;

F: 温度计。

注意测定时, 若雾状发生速度较慢、较稳定, 则第二次测定时, 只需清洗烧瓶 A。

### 3.2.8.2 检查测定

3.2.8.2.1 在烧瓶 A 中放入 100 mL 水, 按 3.3.3 所述进行操作。两个起泡器内溶液应维持中性。

3.2.8.2.2 进行下列操作:

a) 在烧瓶 A 内加入 100 mL 的水, 用吸管(3.2.3)加入 20 mL 溶液(3.1.10)进行二氧化硫的成雾和测定。按 3.3.3 和 3.3.4 规定进行。

b) 用吸管(3.2.3)将 20 mL 的碘溶液(3.1.8)、5 mL 盐酸(3.1.3)和 1 mL 淀粉溶液(3.1.9)移入 100 mL 锥形瓶(3.2.1)。用滴定管(3.2.5)以焦亚硫酸钾-乙二胺四乙酸二钠混合溶液(3.1.10)进行滴定直至变色。

用 a) 法和 b) 法测定的二氧化硫含量之差不应超过其算术平均值的质量分数的 1%。

a) 法与 b) 法操作的间歇应不超过 15 min, 以免焦亚硫酸钾-乙二胺四乙酸二钠混合溶液中可能发生的二氧化硫含量的变化。

## 3.3 操作过程

### 3.3.1 样品预处理

样品充分混匀。

### 3.3.2 称样

按表 1 称取样品, 精确至 0.01 g。

表 1

二氧化硫估计含量值/(mg/kg)	样品量/g
<50	100
50~200	50

当样品是 D-葡萄糖时, 样品量可增加。

当样品的二氧化硫含量估计值大于 200 mg/kg 时, 应减少样品量, 使之所含二氧化硫不超过 10 mg。样品直接称重困难时, 可通过减量法称取。

样品定量地移入烧瓶 A 中, 加入 100 mL 水, 并摇晃使之混合均匀。

### 3.3.3 成雾

3.3.3.1 在漏斗 C 中放入 50 mL 盐酸(3.1.3)。

3.3.3.2 用吸管在起泡器 E 和 E' 中分别注入 3 mL 过氧化氢溶液(3.1.2)、0.1 mL 溴酚蓝指示剂溶液(3.1.4)并用氢氧化钠标准溶液(3.1.7)中和过氧化氢溶液。

3.3.3.3 将冷凝器 B 和起泡器 E 和 E' 连接到仪器上, 慢慢地通过氮气, 以排出仪器中全部空气, 并打开冷凝水。

3.3.3.4 将漏斗 C 内的盐酸放入烧瓶 A 中, 必要时可暂停通入氮气。

3.3.3.5 混合物在 30 min 内加热到沸腾, 然后保持沸腾 30 min, 同时通入氮气, 不停地搅拌。

### 3.3.4 滴定

定量地将第二个起泡器内溶液倒入第一个起泡器内, 根据二氧化硫含量估计值, 用氢氧化钠标准溶液(3.1.6 或 3.1.7)滴定已形成的硫酸。

如有挥发性有机酸存在, 则应煮沸 2 min, 冷却至室温后滴定。

### 3.3.5 检验

当用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定所消耗的体积小于 5 mL, 或使用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定所消耗的体积小于 0.5 mL 时, 应增加样品量或采用浊度法。

3.3.6 测定次数

应进行平行实验。

3.4 结果计算

3.4.1 计算方法

如果用酸度法测定是有效的(见 3.3.5),淀粉及其衍生物的二氧化硫含量以 1 000 g 样品中二氧化硫的毫克数表示,见式(1)。

$$X = \frac{0.3203 \times V \times 1000}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——样品的二氧化硫含量,单位为克每百克(g/100 g);

V——所消耗的 0.01 mol/L(3.1.7)或者 0.1 mol/L 的氢氧化钠(3.1.6)10 倍的体积,单位为毫升(mL);

m<sub>0</sub>——样品(3.3.2)的质量,单位为克(g)。

取平行实验的算术平均值为结果。得到其结果之差应符合 3.4.2 对重复性的要求。

3.4.2 重复性

平行实验的绝对差值应不超过算术平均值的质量分数的 5%。

3.4.3 再现性

在不同的实验室由不同实验者采用不同仪器、相同材料、相同方法进行的两个独立实验得到的结果的绝对差值不应超过两次测定结果的算术平均值的质量分数的 10%。

4 浊度法

当用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定所消耗的体积小于 5 mL,或使用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液所消耗的体积小于 0.5 mL 时,应采用浊度法。

试样质量是 100 g,以上限值相当于每千克含 16 mg 的二氧化硫。

超过以上限值,用酸度法测定。

4.1 试剂

应使用不含有硫酸盐的分析纯试剂和蒸馏水或者相当纯度的水。

4.1.1 硫酸标准溶液

将 31.2 mL 0.1 mol/L 的硫酸标准液用 1 000 mL 容量瓶稀释至刻度。

1 mL 此溶液含有 0.1 mg 的二氧化硫。

4.1.2 聚乙烯吡咯烷酮(PVP)溶液

将 5.0 g 的 PVP(相应的相对分子质量是 44 000 或者 85 000)溶解到 100 mL 容量瓶中,用水稀释定容至刻度,用滤纸过滤,储存在棕色玻璃瓶中。

注:现配现用。

4.1.3 氯化钡储备液

将 122.14 g 二水氯化钡稀释至 1 000 mL,混匀。用滤纸过滤。

4.1.4 混合溶液

在 100 mL 玻璃瓶(4.2.4)中,依次加入 15 mL 的氯化钡溶液(4.1.3)、64 mL 水、15 mL 95%(体积分数)的乙醇和 5 mL PVP 溶液(4.1.2),混合均匀。

混合后放置于 20 °C 水浴锅(4.2.3)中。在使用前半小时用移液管移取 1 mL 的硫酸溶液(4.1.1)至混合液中,混合均匀。

4.2 仪器

4.2.1 容量瓶:50 mL、100 mL 和 1 000 mL。

4.2.2 移液管:可移取 2 mL、4 mL、8 mL、12 mL、16 mL 和 25 mL。

4.2.3 水浴锅:温度可保持  $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.4 磨口玻璃瓶:100 mL。

4.2.5 分光光度计:可调波长至 650 nm,比色皿厚度为 10 mm。

### 4.3 操作过程

#### 4.3.1 标准曲线

在 6 个 50 mL 的容量瓶中(4.2.1),分别移取 0 mL、2 mL、4 mL、8 mL、12 mL 和 16 mL 标准硫酸溶液(4.1.1),并在每个容量瓶中依次加入 20 mL 水、0.1 mL 溴酚蓝指示剂(3.1.4)、1 mL 盐酸(3.1.3)和 5 mL 混合溶液(4.1.4),用水稀释至刻度。

在定容后 15 min~20 min 之间用分光光度计(4.2.5)在 650 nm 波长下测定吸光值。

绘制标准曲线,其中吸光值相当于二氧化硫的质量,以 mg 计。

#### 4.3.2 测定

在滴定(3.3.4)之后,倒出管中的溶液,并用水清洗,将溶液和清洗用的水一并转移到 50 mL 容量瓶中(4.2.1),加入 1 mL 盐酸(3.1.3)和 5 mL 的混合液(4.1.4),用水稀释至刻度,并混匀。

在定容后 15 min~20 min 之间用分光光度计(4.2.5)测定 650 nm 波长下的吸光值。

注:标准曲线的绘制和样品的测定要在同一温度下进行,温度不超过  $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 4.3.3 测定次数

应进行平行实验。

### 4.4 结果计算

淀粉及其衍生物的二氧化硫含量以 1 000 g 样品中二氧化硫的毫克数表示,计算公式见式(2)。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X$ ——样品的二氧化硫含量,单位为克每百克(g/100 g);

$m_1$ ——二氧化硫的质量,单位为毫克(mg),根据吸光值(4.3.2)查标准曲线读取;

$m_0$ ——样品(3.3.2)的质量,单位为克(g)。

取平行实验的算术平均值作为结果。

## 5 实验报告

实验报告应列出:

——实验方法;

——实验得到的结果;

——进行重复性实验而得到的两种实验结果。

还应列出所有未列出的操作环节以及任何偶然可能影响实验结果的环节。

实验报告应包括完全测试试样必需的所有信息。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
淀粉及其衍生物二氧化硫含量的测定  
GB/T 22427.13—2008/ISO 5379:1983

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

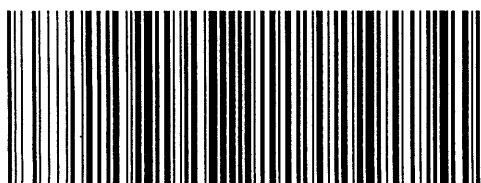
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

\*

书号:155066·1-35206 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 22427.13-2008