

团 体 标 准

T/ZACA 022—2020

## 食品中二氧化硫的测定 蒸馏-电感耦合等离子体发射光谱法

Determination of sulfur dioxide in food  
automatic distillation - inductively coupled plasma emission spectrometry

2020 - 01 - 13 发布

2020 - 01 - 19 实施



## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 原理 .....	1
4 试剂和材料 .....	1
5 仪器和设备 .....	2
6 分析步骤 .....	2
7 测定 .....	2
8 分析结果的表述 .....	3
9 精密度 .....	3
10 准确度 .....	3
11 灵敏度 .....	3
附录 A (资料性附录) 电感耦合等离子体发射光谱仪器参考条件 .....	4

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009规定的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由浙江省质量合格评定协会提出并归口。

本标准主要起草单位：绿城农科检测技术有限公司、丽水蓝城农科检测技术有限公司、浙江省农业科学院、浙江省食品药品检验研究院。

本标准参与起草单位：杭州天量检测科技有限公司。

本标准主要起草人：郭利攀、章虎、王川丕、张永志、章舒祺、周敏、徐晓、章路、陈清凯、郝桂娟、巩佳第、邢丽丽、戚亭、吴丹虹、孙玉梅、余程凤、吴思远、陆雯、叶冰洁、朱萌萌、何晓明、余鹏飞、赵月钧、钟寒辉、周婷婷、段晓婷、白冬、王芸、丁宇琦、王华珍、夏慧慧、王峰。

本标准为首次发布。

# 食品中二氧化硫的测定 蒸馏-电感耦合等离子体发射光谱法

## 1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定果脯类、干菜、米粉类、粉条、食用菌、葡萄酒和果酒等食品中二氧化硫的方法。

本标准适用于果脯类、干菜、米粉类、粉条、食用菌、葡萄酒和果酒等食品中二氧化硫的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 原理

在密闭容器中对样品进行酸化、蒸馏，蒸馏物用过氧化氢溶液吸收，吸收后的溶液用电感耦合等离子体发射光谱法检测，以硫元素的特征谱线波长定性，待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量，计算样品中的二氧化硫含量。

## 4 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用的试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的二级水。

### 4.1 试剂

4.1.1 盐酸（HCl）。

4.1.2 过氧化氢（30%，H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>）。

4.1.3 硝酸（HNO<sub>3</sub>）

### 4.2 试剂配制

4.2.1 盐酸溶液（1+1）：量取 50 mL 盐酸（4.1.1），加入 50 mL 水中。

4.2.2 过氧化氢溶液（2+8）：量取 20 mL 过氧化氢（4.1.2），加入 80 mL 水中。

4.2.3 硝酸溶液（1+49）：量取 2 mL 硝酸（4.1.3），加入 98 mL 水中。

### 4.3 标准品

标准品：经国家认证并授予标准物质证书的硫元素标准溶液，1000 mg/L。

### 4.4 标准溶液配制

4.4.1 硫元素储备液（100 mg/L）：准确吸取硫元素标准溶液（1000 mg/L）5.00 mL至50 mL容量瓶中，用硝酸溶液（4.2.3）稀释，并定容至刻度，混匀。

4.4.2 硫元素标准工作溶液：准确吸取硫元素储备液（4.4.1）0 mL、0.125 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL分别置于25 mL容量瓶中，用硝酸溶液（4.2.3）稀释，并定容至刻度，混匀。此硫元素标准曲线溶液的质量浓度分别为0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、8.0 mg/L、16.0 mg/L、32.0 mg/L。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中硫元素的实际含量确定标准曲线溶液中硫的质量浓度。

## 5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。
- 5.2 分析天平：感量1 mg、10 mg。
- 5.3 半自动蒸馏仪，或等效的蒸馏设备。
- 5.4 剪切式粉碎机。
- 5.5 25 mL、50 mL、250 mL等容量瓶。
- 5.6 实验室其他常用仪器设备。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品制备

果脯类、干菜、米粉类、粉条和食用菌适当剪成小块，再用剪切式粉碎机剪碎，搅均匀，备用（含糖量高的样品，可以用剪刀剪碎）。葡萄酒和果酒等液体样品可直接取样分析。

### 6.2 样品蒸馏

称取5 g均匀样品（精确至0.001 g，取样量可视含量高低而定，试样中二氧化硫含量不得超过10 mg）。液体样品可直接吸取5.00 mL样品，置于蒸馏管中。先加入50 mL水，再加入10 mL盐酸溶液（4.2.1）后立即盖塞，置于半自动蒸馏仪中，冷凝管下端插入预先备有30 mL过氧化氢溶液（4.2.2）的锥形瓶的液面下，加热蒸馏。当蒸馏液约200 mL时，使冷凝管下端离开液面，停止蒸馏。用少量水冲洗插入过氧化氢溶液的装置部分，转移馏出液至250 mL容量瓶中，用水定容，同时做空白试验。

## 7 测定

### 7.1 仪器条件

根据各自仪器性能调至最佳状态。参考条件见附录A。

### 7.2 标准曲线制作

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线的强度信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，其分析谱线强度响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

### 7.3 测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线强度的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

## 8 分析结果的表述

试样中二氧化硫的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1000 \times 0.5} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中二氧化硫的含量，单位为克每千克或克每升（g/kg或g/L）

$\rho$  —— 试样溶液中二氧化硫的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho_0$  —— 空白溶液中二氧化硫的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V —— 试样蒸馏液的定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样称样量或移取体积，单位为克或毫升（g或mL）；

1000 —— 换算系数。

0.5 —— 硫与二氧化硫的换算系数

注：当二氧化硫含量 $\geq 1.00$  g/kg（或 g/L）时，计算结果保留三位有效数字；当二氧化硫含量 $< 1.00$  g/kg（或g/L）时，计算结果保留两位有效数字。

## 9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

## 10 准确度

本方法对果脯类、干菜、米粉类、粉条、食用菌、葡萄酒和果酒等食品中二氧化硫的回收率在70%–120%。

## 11 灵敏度

本方法对果脯类、干菜、米粉类、粉条、食用菌等食品中二氧化硫的检出限为1.1 mg/kg，定量限为3.5 mg/kg；本方法对葡萄酒和果酒等食品的检出限为0.28 mg/L，定量限为0.88 mg/L。

附 录 A  
(资料性附录)  
电感耦合等离子体发射光谱仪器参考条件

## A.1 仪器操作参考条件

仪器操作参考条件见表A.1。

表A.1 电感耦合等离子体发射光谱仪器参考条件

参数名称	参数
观测方式	轴向观测
射频功率	1200 W
等离子气流量	12 L/min
辅助气流量	1 L/min
雾化气流量	0.7 L/min
分析泵速	12 r/min
分析谱线	181.972 nm
光室吹扫时间	30 min