

表2 两法对实际碘盐测定结果

碘盐 类型	编 号	本 法		酸 法		比 值
		$\bar{X}$ (mg/kg)	CV %	$\bar{X}$ (mg/kg)	CV %	
KIO ₃ /食盐	1	29.4	0.74	29.1	2.07	1.01
	2	17.1	1.24	16.7	1.76	1.02
	3	10.2	2.06	9.79	1.97	1.04
KI/食盐	1	25.8	1.40	19.7	3.42	1.31
	2	43.9	2.64	35.7	2.98	1.23
	3	11.9	1.97	9.97	3.57	1.19

* 此数据是7次测定的平均值

3 小结

碱性溴氧化容量法精密度和回收率均较好,操作简便快速,完全适用于以碘酸盐和碘化钾形式加入的碘盐中碘的测定,值得推广使用。

参考文献

1. 刘靖,溴氧化法及溴酚法测定加碘盐中碘的方法比较,中华预防医学杂志,18(6):372。
2. 李全水,溴氧化容量法测定碘盐中碘量的方法改进,中国地方病学杂志,6(4)25。

果脯中残留二氧化硫总含量 测定方法的改进

卫生部食品卫生监督检验所 张莹、杨大进、方从容、吴述琇

亚硫酸盐是果脯生产中的重要添加剂,并规定了使用标准^[1,2]。在检测果脯中含量时,由于样品中的干扰因素多,采用国标方法(GB 5009·34—85)的准确度和精密度稍差。为了选择更好的测定方法,我们试用日本食品工业协会所采用的改进 RANKINE 法^[3]和国际标准化组织颁布的《水果、蔬菜及其加工制品——二氧化硫总含量的测定》^[4]方法,并作了改进,以乙酸铅溶液代替过氧化氢溶液等氧化剂作吸收液,以价廉的盐酸溶液代替高价的亚磷酸溶液作酸化试剂,再用简单的常压蒸馏方法替代复杂的雾沫夹带装

置及通气蒸馏,改进方法测定结果有较好的准确度和精密度。方法具有试剂品种少且易得,仪器设备简单的特点,实验结果可靠,易于向基层推广,适用于果脯中二氧化硫总含量的检测。

1 方法原理

在密闭容器中对样品进行酸化并加热蒸馏,以释放出其中的二氧化硫,释放物用乙酸铅溶液吸收。吸收液用浓盐酸酸化,再以碘液滴定,在淀粉指示剂指示下根据所消耗的碘溶液量计算出样品中的二氧化硫总含量。

2 材料与方法

① 北京市卫生防疫站

2.1 试剂

2.1.1 1+1 盐酸:浓盐酸用水稀释 1 倍。

2.1.2 208/L 乙酸铅溶液:称取 2g 乙酸铅,用少量水溶解后定容至 100ml。

2.1.3 10g/L 淀粉指示液:称取 1g 可溶性淀粉,加少许水润湿搅匀后倾入 100ml 沸水中,随加随搅拌,煮沸 2min,放冷,备用。此指示液应临用时新配。

2.1.4 碘溶液 $[C(\frac{1}{2}I_2)=0.01\text{mol/L}]$:将按 GB5009.1—85 C.13 方法配制标定而成的碘标准溶液 $[C(\frac{1}{2}I_2)=0.1000\text{mol/L}]$ 临用前用水稀释 10 倍。

2.1.5 二氧化硫标准溶液:称取 10g 亚硫酸氢钠,溶于 200ml 四氯汞钠吸收液中,放置过夜,上清液用定量滤纸过滤备用。按 GB 5009.34—85 2.10 方法标定。

2.1.6 二氧化硫标准使用液:将二氧化硫标准溶液临用前用水稀释至 5.00mg/ml。

2 仪器

2.2.1 500ml 全玻璃蒸馏器。

2.2.2 冷凝管

2.2.3 300ml 碘量瓶。

2.2.4 25ml 酸式滴定管。

2.3 操作步骤

2.3.1 样品处理 将果脯用刀切碎后混匀,装在密闭容器中。不用时应将其置于冰箱冷藏室中。

2.3.2 试样制备 称取 3~5g 样品(依含量高低而定),装入蒸馏烧瓶中,加入 250ml 水,装上冷凝管,管下端应插入碘量瓶中的 25ml, 2g/L 乙酸铅吸收液中,然后向蒸馏烧瓶中加入 10ml 1+1 盐酸,立即盖上蒸馏瓶塞。打开电炉加热蒸馏。当蒸出约 200ml 蒸馏液后使冷凝管下端离开液面,再蒸馏 1 分

钟。用少量蒸馏水冲洗插入乙酸铅溶液的装置部分,以防损失。同时作空白试验。

2.3.4 滴定 向取下的碘量瓶中依次加入 10ml 浓盐酸, 1ml 10g/L 淀粉指示液。摇匀之后用 0.01mol/L 碘溶液滴定至变蓝且在 30sec 内不退色为止。

2.3.5 计算

$$X = \frac{(A-B) \times C \times 32.03}{m}$$

式中: X—样品中的二氧化硫总含量, g/kg;

A—滴定样品所用 0.01mol/L 碘溶液的体积, ml;

B—滴定试剂空白所用 0.01mol/L 碘溶液的体积, ml;

C—滴定用的碘标准溶液的浓度, mol/L;

32.03—每毫升 1mol/L 碘标准溶液 $[C(\frac{1}{2}I_2)=1.0000\text{mol/L}]$ 相当二氧化硫的毫克数;

m—样品质量, g。

3 结果与讨论

3.1 采用不同酸进行酸化结果比较

为研究不同酸对二氧化硫蒸出的影响, 分别选了 1+1 盐酸、1+3 硫酸、1+3 磷酸、100g/L 酒石酸和 10→100 亚磷酸共五种酸进行试验, 观察相对试剂空白加入 1ml 5mg/ml 二氧化硫标准使用液的蒸出情况。蒸出量分别为 4.91mg、4.64mg、3.83mg、3.62mg、0.835mg, 蒸出率分别为 98.2%、92.8%、76.6%、72.4%、16.7%。从蒸出率可以看出使用盐酸与硫酸的效果比起其它三种酸好, 因而初步可将这两种酸作为酸化剂, 再进一步检测样品并进行比较, 以便选出最理想的酸化剂。实测结果见表 1:

表1 不同酸对样品检测值的影响

样 品	酸	样品中二 氧化硫总 量(mg)	加入二氧 化硫标准 使用液量(mg)	测得二氧 化硫总量 (mg)	回收率 (%)
苹 果 脯	1+1 盐酸	1.27	5.00	6.21	98.8
	1+3 硫酸	1.32	5.00	6.18	97.2
果 丹 皮	1+1 盐酸	0.172	5.00	4.89	94.4
	1+3 硫酸	0.161	5.00	4.19	80.6

从样品检测结果看使用盐酸比硫酸的回收率高,这表明使用盐酸更能保证实验结果的准确性。另外,使用硫酸酸化时会使果脯中高含量的糖份碳化而粘在烧瓶壁上,给实验后的清洗工作带来很大困难。再者,蒸馏液中产生沉淀,对滴定终点有影响。使用盐酸可以减少所用试剂的品种,并且避免以上现象的产生。

3.2 不同吸收液检测结果比较

除了采用乙酸铅溶液作吸收液,以碘溶液滴定外,我们还研究了在蒸馏条件相同情况下以甲基红—亚甲蓝混合指示液为指示

剂,用 10ml 10→100 过氧化氢溶液作吸收液,以 0.01mol/L 氢氧化钠溶液进行滴定及用 25ml 0.1mol/L 碘溶液吸收,以 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液进行滴定的方法。以苹果脯为样品进行试验,用过氧化氢溶液吸收的回收率达 154%,结果偏高。以碘溶液吸收的回收率仅有 24.6%,结果则偏低,而以乙酸铅溶液吸收的回收率为 99.4%,结果符合化学分析的要求。

3.3 盐酸加入量不同时结果比较

本研究中分别加入 1+1 盐酸 20ml、10ml、5ml,对其结果进行比较,结果见表 2:

表2 盐酸量对检测结果的影响

样 品	盐酸量 (ml)	样品中二氧 化硫总含量 (g/kg)	加入二氧 化硫量 (mg)	测得二氧 化硫量 (mg)	回收率 (%)
果 丹 皮	20	0.0438	5.00	4.60	87.6
	10	0.0447	5.00	4.95	94.5
	5	0.0462	5.00	4.98	95.0
冬 瓜 条	20	0.368	5.00	5.64	90.7
	10	0.357	5.00	6.11	101
	5	0.351	5.00	6.39	108
苹 果 脯	20	0.336	5.00	5.90	97.8
	10	0.347	5.00	6.01	99.4
	5	0.357	5.00	6.20	103
杏 脯	20	0.481	5.00	6.23	95.7
	10	0.452	5.00	6.17	96.3
	5	0.469	5.00	6.60	104
青 梅	20	0.0912	5.00	5.29	100
	10	0.0853	5.00	5.18	98.5
	5	0.0898	5.00	5.43	103

比较结果可见加入盐酸 5ml 的回收率

过高,故应舍充。从滴定情况来看,加入盐酸