|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 65.020.01 |
| CCS | |  | | --- | | D:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T.pngD:\000000部门项目\09标准化插件开发\程序源代码\StandardEditor_ShanDongKeXieYuan\团标首页面字母T后面的反斜杠.png GXAS |   B 22 |

团体标准

T/GXAS XXXX—XXXX

八角中二氧化硫残留量的快速筛查法 比色法

Rapid screening method for sulfur dioxide residue in star anisc colorimetric method

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

广西标准化协会  发布

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由广西食品安全协会提出并宣贯。

本文件起草单位：广西益谱检测技术有限公司、广西工业职业技术学院、广西工商学校、广西壮族自治区产品质量检验研究院、品创科技有限公司、品创检测（广西）有限公司、广西食品安全协会、广西标准化协会、广电计量检测(南宁)有限公司、南宁市食品药品审评查验中心、百色市食品药品认证审评中心。

本文件主要起草人：蒙泳、宁方尧、王士伟、邓媛媛、谢宏绍、蓝涛、李义辉、洪泉、华艳、陆善贵、覃丽霞、赵卓英、韦月早、陈燕芬、韦秀丽、罗贵文、黄告、岑正海、杨桂强、韦炳结、黄媛婧。

八角中二氧化硫残留量的快速筛查法 比色法

* 1. 范围

本文件描述了分光光度法测定八角中二氧化硫含量的原理、试剂、仪器和设备、试样制备、实验步骤、结果计算和精密度。

本文件适用八角中二氧化硫残留量的测定，对二氧化硫的测定检出限分别为1 mg/kg。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

八角 star anise

成熟期采收后，经晾晒或烘干的八角果实。

* 1. 试剂和溶液配制
     1. 试剂

三乙醇胺。

乙二胺四乙酸二钠盐（Na2EDTA）。

氨基磺酸（H3NO3S）。

甲醛（HCHO）：含量36％～38％。

盐酸副玫瑰苯胺（C19H18ClN3；CAS No.569～61～9）：纯度不得低于95％。

盐酸（HCl）。

磷酸（H3PO4）。

* + 1. 试剂配制

三乙醇胺吸收液（0.04mol/L）：称取0.5g三乙醇胺、1.0g乙二胺四乙酸二钠盐、0.8g氨基磺酸铵，溶于水中并稀释至1000mL。

氨基磺酸溶液（6g/L）：称取0.6g氨基磺酸，溶于100mL水中，临用配制。

甲醛溶液（2g/L）：吸取1mL甲醛，用水稀释至200mL，储存在具塞玻璃瓶中，临用配制。

盐酸溶液（1mol/L）：取盐酸90mL用水稀释到1000mL。

盐酸溶液（1+1)：取盐酸100mL小心加入100mL水中。

磷酸溶液（3mol/L)：取20.5mL磷酸用水稀释到100mL。

盐酸副玫瑰苯胺储备液（2g/L）：精确称取0.2g盐酸副玫瑰苯胺，溶于100mL盐酸溶液中。

盐酸副玫瑰苯胺工作液（0.16g/L）：取20mL盐酸副玫瑰苯胺储备液和25mL磷酸溶液于250mL

容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液于暗处保存可放置6个月。

* + 1. 标准溶液配制

二氧化硫标准溶液：市售有证标准物质。

二氧化硫标准使用液：按标定计算结果，用三乙醇胺吸收液（4.2.1）将二氧化硫标准溶液（4.3.1）稀释成100μg/mL二氧化硫，于0℃～4℃下可保存1d。

* 1. 仪器和设备

紫外可见分光光度计。

分析天平：感量0.1mg。

超声波清洗器。

粉碎机。

水浴锅。

* 1. 分析步骤
     1. 试样制备

将抽取的样品，混合均匀，用粉碎机粉碎，装入洁净容器内。密封作为试样，标明标记。在制样的操作过程中，应防止样品受到二氧化硫的污染。

* + 1. 蒸馏

称取试样5g（精确至0.01g）（试样量视产品二氧化硫含量高低而定），置于250mL锥形瓶中，加入100mL水，45℃水浴超声提取30min，过滤后，重复提取一次，合并两次提取溶液，加入25mL三乙醇胺吸收液（4.2.1）中，然后加入10mL盐酸溶液，用新煮沸放冷的水定容至250mL容量瓶中。在检测试样的同时做空白试验，空白试验的不加样品。

* + 1. 测定

吸取5.0mL上述试样处理液于25mL容量瓶中。另吸取0μL、30μL、60μL、90μL、150μL、300μL二氧化硫标准使用液（100μg/mL）（相当于0μg、3.0μg、6.0μg、9.0μg、15.0μg、30.0μg二氧化硫），分别置于25mL容量瓶中。向样液、空白和标液容量瓶中各加入1.0mL氨基磺酸溶液（4.2.2）混匀，室温放置20min，再准确加入2.0mL甲醛溶液（4.2.3）和1.0mL盐酸副玫瑰苯胺工作液（4.2.8），并用新煮沸放冷的水加至刻度，摇匀，放在室温反应 20min，用1cm比色皿，以零管调节零点，于波长579nm 处测吸光度，绘制标准曲线。

* 1. 分析结果的表述

试样中二氧化硫的含量按式（1）计算。

 ………………（1）

式中：

X——试样中二氧化硫的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m１ ——测定用样液中二氧化硫的质量，单位为微克（μg）；

m２ ——测定用空白液中二氧化硫的质量，单位为微克（μg）；

1000——换算系数；

m——试样质量，单位为克（g）；

V ——测定用样液的体积，单位为毫升（mL）；

250 ——换算系数，蒸馏液转入容量瓶中定容250mL。

计算结果保留三位有效数字。

* 1. 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%。

* 1. 其他

方法检出限为3.0mg/kg。

