

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 355—2022

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 anise
colorimetric method

2022 - 08 - 04 发布

2022 - 08 - 10 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照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、归口并宣贯。

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、广西壮族自治区生态环境监测中心、广西大学、百色市食品药品认证审评中心、全州县食品药品检验检测中心、广西协致标准化认证咨询服务有限责任公司、广西兴桂质量标准化认证咨询服务事务所（有限合伙）。

本文件主要起草人：蒙泳、宁方尧、王士伟、廖国亮、邓媛媛、温韬、谢宏昭、蓝冬丽、罗志祥、蓝涛、张少梅、李义辉、李翠萍、洪泉、华艳、陆善贵、梁炜、罗贵文、黄告、岑正海、杨桂强、韦炳结、黄媛婧、黄林华、谭爱、苏子华、黄坚水。

八角中二氧化硫残留量的快速筛查法 比色法

1 范围

本文件描述了用比色法快速测定八角中二氧化硫含量的方法。

本文件适用于八角中二氧化硫残留量的快速筛查测定，检出限为1.0 mg/kg。

2 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

八角 *star anise*

成熟期采收后，经晾晒或烘干的八角果实。

4 原理

样品直接用水浴超声提取，二氧化硫被三乙醇胺吸收，生成稳定的阴离子复合物，再与盐酸副玫瑰苯胺溶液和甲醛反应生成紫红色化合物，用比色法定量。

5 试剂和溶液配制

5.1 试剂

5.1.1 除非另有说明外，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1.2 三乙醇胺：含量 75%~85%。

5.1.3 乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$)。

5.1.4 氨基磺酸 (H_3NO_3S)：含量 99.5%。

5.1.5 甲醛 (HCHO)：含量 36%~38%。

5.1.6 盐酸副玫瑰苯胺 ($C_{19}H_{18}C_1N_3$ ；CAS No. 569~61~9)：纯度不得低于 95%。

5.1.7 盐酸 (HCl)：含量 36%~38%。

5.1.8 磷酸 (H_3PO_4)：含量 85%。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 三乙醇胺吸收液 (0.04 mol/L)：称取 0.5 g 三乙醇胺、1.0 g 乙二胺四乙酸二钠盐、0.8 g 氨基磺酸，溶于水中并稀释至 1 000 mL。
- 5.2.2 氨基磺酸溶液 (6 g/L)：称取 0.6 g 氨基磺酸，溶于 100 mL 水中，临用配制。
- 5.2.3 甲醛溶液 (2 g/L)：吸取 1 mL 甲醛，用水稀释至 200 mL，储存在具塞玻璃瓶中，临用配制。
- 5.2.4 盐酸 (1 mol/L)：取盐酸 90 mL 用水稀释定容至 1 000 mL。
- 5.2.5 磷酸 (3 mol/L)：取 20.5 mL 磷酸用水稀释定容至 100 mL。
- 5.2.6 盐酸副玫瑰苯胺储备液 (2 g/L)：取 0.2 g 盐酸副玫瑰苯胺，溶于 100 mL 盐酸 (5.2.4)。
- 5.2.7 盐酸副玫瑰苯胺工作液 (0.16 g/L)：取 20 mL 盐酸副玫瑰苯胺储备液和 25 mL 磷酸 (5.2.5) 于 250 mL 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。

5.3 标准溶液配制

- 5.3.1 二氧化硫标准溶液：市售有证标准物质。
- 5.3.2 二氧化硫标准使用液：按标定计算结果，用三乙醇胺吸收液(5.2.1)将二氧化硫标准溶液(5.3.1)稀释至 100 μ g/mL 备用，于 0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C 下可保存 1 d。

6 仪器和设备

- 6.1 紫外可见分光光度计。
- 6.2 分析天平：感量为 0.01 g。
- 6.3 超声波清洗器：超声频率 40KHZ。
- 6.4 粉碎机。
- 6.5 水浴锅。
- 6.6 筛子：60 目。

7 分析步骤

7.1 样品制备

将样品混合均匀，用粉碎机粉碎，过筛，装入洁净容器内。密封避光保存。

7.2 提取

称取样品 1 g~5 g (精确至 0.01 g) (样品量视产品二氧化硫含量高低而定)，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水，(40 \pm 5) $^{\circ}$ C 水浴控温超声密封提取 30 min，过滤后，重复上述操作提取一次，合并两次提取溶液，加入 25 mL 三乙醇胺吸收液 (5.2.1) 中，然后加入 10 mL 盐酸 (5.2.4)，用水定容至 250 mL 容量瓶中。同时用水做空白试验。

7.3 测定

吸取 5.0 mL 上述样品处理液于 25 mL 容量瓶中。另吸取 0 μ L、30 μ L、60 μ L、90 μ L、150 μ L、300 μ L 二氧化硫标准使用液 (100 μ g/mL) (相当于 0 μ g、3.0 μ g、6.0 μ g、9.0 μ g、15.0 μ g、30.0 μ g 二氧化硫)，分别置于 25 mL 容量瓶中。向样液、空白和标液容量瓶中各加入 1.0 mL 氨基磺酸溶液 (5.2.2) 混

匀，室温放置20min，再准确加入2.0mL甲醛溶液（5.2.3）和1.0mL盐酸副玫瑰苯胺工作液（5.2.7），并用水加至刻度，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。

8 分析结果的表述

样品中二氧化硫的含量按式（1）计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{m \times V \times 1000} \times 250 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——样品中二氧化硫的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_1 ——由标准曲线查得的测定用样液中二氧化硫的质量，单位为微克（ μg ）；

m_2 ——由标准曲线查得的测定用空白液中二氧化硫的质量，单位为微克（ μg ）；

1 000——换算系数；

m ——样品质量，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250 mL。

计算结果保留三位有效数字。

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 其他

二氧化硫检出限为1.0 mg/kg。

中华人民共和国团体标准

八角中二氧化硫残留量的快速筛查法 比色法

T/GXAS 355—2022

广西标准化协会统一印制

版权专有 侵权必究