

\執行/
食 品 中 漂 白 劑 之 暫 行 檢 驗 方 法

—— 二 氧 化 硫 之 檢 驗

Methods of Test for Bleaching Agents in Food

— Test of Sulfur Dioxide

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於食品中二氧化硫之檢驗。

2. 檢驗方法：

2. 1. 定性：碘酸鉀・澱粉試紙鑑別法：

2. 1. 1. 裝置：

2. 1. 1. 1. 水浴。

2. 1. 2. 試藥：

碘酸鉀、澱粉、磷酸均採用化學試藥級。

2. 1. 3. 澱粉試液之調製：

取澱粉 1 g，加水 10 ml，充分混合後，徐徐注入 200 ml 之熱水中，經煮沸至溶液呈半透明後，放冷、靜置、取上清液供試驗之用，臨用時調製。

2. 1. 4. 碘酸鉀・澱粉試紙之調製：

將定量用濾紙浸於 0.2 % 碘酸鉀溶液與澱粉試液等容量混合液中，取出後置於暗處風乾，剪成適當條狀，貯存於遮光密閉之容器中。

2. 1. 5. 檢液之調製：

液狀檢體取 0.5 ~ 2 g（固狀檢體細切混合後取 0.1 ~ 2 g），置於 100 ml 之三角瓶，加水 10 ml，振搖混合後放置 3 ~ 5 分鐘，供作檢液。

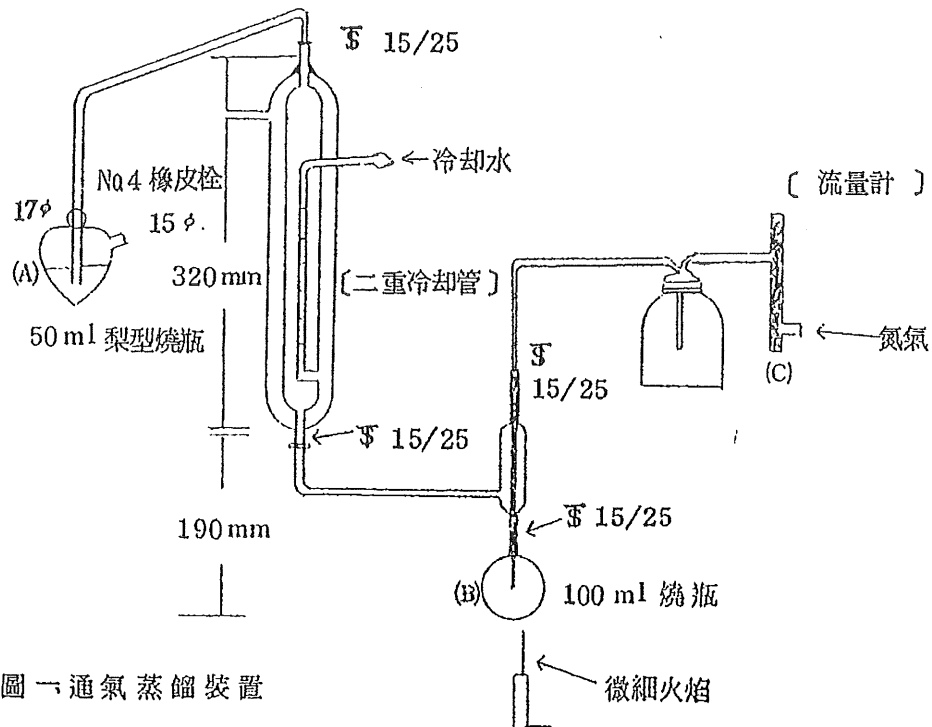
2. 1. 6. 鑑別試驗：

取磷酸溶液（ $1 \rightarrow 2$ ）5 ml，加入檢液中，立即將吊有碘酸鉀・澱粉試紙之木栓塞緊三角瓶口（試紙下端以水潤濕約 1 cm，吊離液面約 1 cm 處），於室溫放置數分鐘後，若試紙變為藍至紫色時，即含有二氧化硫，如經過約 10 分鐘仍無變色，則須在水浴上加熱數分鐘後再行觀察之。

2. 2. 定量：通氣蒸餾法：

2. 2. 1. 鹼滴定法：

2. 2. 1. 1. 裝置：通氣蒸餾裝置：（如圖一）



圖一 通氣蒸餾裝置

2. 2. 1. 2. 試藥：

過氧化氫、磷酸均採用試藥特級，甲基紅、亞甲藍、乙醇、氫氧化鈉均採用化學試藥級。

2. 2. 1. 3. 水：經煮沸脫氣，冷卻後立即使用。

2. 2. 1. 4. 混合指示劑：甲基紅 0.2 g 及亞甲藍 0.1 g 溶於乙醇，使成 100 ml。

2. 2. 1. 5. 0.3 % 過氧化氫溶液：取 30 % 過氧化氫溶液 1 ml，溶於水，使成 100 ml，臨用時調製。

2. 2. 1. 6. 0.1 N 及 0.01 N 氫氧化鈉溶液：臨用時調製。

2. 2. 1. 7. 檢液之調製：

固狀檢體經細切（2 mm 以下）後，精確稱取 1 ~ 5 g，加水 20 ml，液狀檢體量取 20 g，置於 100 ml 圓底燒瓶（B）內，加入乙醇 2 ml，硅酮油（Silicon oil）二滴及 25 % 磷酸溶液 10 ml，迅速接於裝置上。另於燒瓶（A）中放入 0.3 % 過氧化氫溶液 10 ml，加混合指示劑三滴（溶液變成紫色），再加入 0.01 N 氫氧化鈉溶液 1 ~ 2 滴，至溶液顏色呈橄欖綠色後，接上裝置。調整（C）

部分氮氣以 $0.5 - 0.6 \text{ l/min}$ 之速度通過，微細火焰 (micro-burner) 之火焰高 $4 - 5$ 公分，將燒瓶 (B) 加熱 10 分鐘後，卸下燒瓶 (A)，玻璃管先端以少量水洗入燒瓶 (A) 中，供作檢液。

2. 2. 1. 8. 含量測定：

將 2. 2. 1. 7. 節所得之檢液，以 0.01 N 氫氧化鈉溶液滴定至溶液呈橄欖綠色為止，並應作一空白對照試驗，而測定出檢體中二氧化硫 (SO_2) 之含量。

0.01 N 氫氧化鈉溶液 $1 \text{ ml} = 0.32 \text{ mg SO}_2$ 。

2. 2. 2. 比色法：適用於以鹼滴定法其 0.01 N 氫氧化鈉溶液之滴定量在 0.1 ml 以下之檢體。

2. 2. 2. 1. 裝置：

2. 2. 2. 1. 1. 通氣蒸餾裝置：同 2. 2. 1. 1. 節。

2. 2. 2. 1. 2. 分光光度計：具可視部波長者。

2. 2. 2. 2. 試藥：

雙甲酮 (Dimedone)，乙醇，對 - 玫瑰苯胺鹽酸鹽 (

P - Rosaniline HCl)、磷酸、亞硫酸氫鈉均採用試藥特級。鹽酸、疊氮化鈉 (Sodium azide, NaN_3)、福馬林、氫氧化鈉、硫酸、碘、硫代硫酸鈉、澱粉均採用化學試藥級。

2. 2. 2. 3. 水：同 2. 2. 1. 3. 節。

2. 2. 2. 4. 對 - 玫瑰苯胺溶液：取對 - 玫瑰苯胺鹽酸鹽 0.2 g ，加水 100 ml ，放置一夜後過濾，取此濾液 20 ml ，加鹽酸 6 ml ，加水使成 100 ml 。

2. 2. 2. 5. 0.2% 甲醛溶液：取福馬林 1 g ，加水使成 100 ml ，供作甲醛稀釋液，臨用時調製。取甲醛稀釋液 10 ml ，加入 0.1 N 碘溶液 50 ml 及 1 N 氫氧化鉀溶液 20 ml ，於常溫放置 15 分鐘後，加入 10% 硫酸溶液 15 ml ，過量之碘以 0.1 N 硫代硫酸鈉溶液滴定，(用 1 ml 澱粉試液為指示劑) 此 0.1 N 硫代硫酸鈉溶液之滴定量為 $V \text{ ml}$ ，另以水 10 ml 作空白試驗，其 0.1 N 硫代硫酸鈉溶液之滴定量為 $V_0 \text{ ml}$ ，再正確量取依 $[1332 / (V_0 - V) F]$ (F 為 0.1 N 硫代硫酸鈉溶液之力價) 所求得之甲醛稀釋液 ml 數，加水使成 100 ml ，臨用時調製。

2. 2. 2. 6. 呈色液之調製：

2. 2. 2. 6. 1. 對-玫瑰苯胺·甲醛溶液：對-玫瑰苯胺溶液及 0.2 % 甲醛溶液以同容量混合。

2. 2. 2. 6. 2. 鹽酸·醋酸鈉緩衝液 (pH 1.0)：1 N 鹽酸溶液 600 ml 中加入 1 M 醋酸鈉溶液 500 ml 。

將 2. 2. 2. 6. 1. 節及 2. 2. 2. 6. 2. 節以 4 : 1 之比例均勻混合，供作呈色液。

2. 2. 2. 7. 標準溶液之調製：

精確稱取亞硫酸氫鈉 0.5 g，溶於水使成 100 ml，取此液 10 ml，加入 0.1 N 碘溶液 15 ml，再加入鹽酸 2 ml，立即以 0.1 N 硫代硫酸鈉溶液滴定，此滴定量為 a ml，另同樣操作作一空白試驗，其滴定量為 b ml，再正確量取依 $[93.75 / (b - a) F]$ (F 為 0.1 N 硫代硫酸鈉溶液之力價) 所求得之亞硫酸氫鈉溶液 ml 數，加入 0.1 N 氫氧化鈉溶液使成 300 ml，取此液 2 ml，加入 0.1 N 氫氧化鈉溶液使成 100 ml，供作標準溶液，保存於冰箱中，可使用 2 - 3 日。

標準溶液 1 ml = 0.002 mg SO₂

2. 2. 2. 8. 檢液之調製：

於通氣蒸餾裝置中，燒瓶 (A) 內加入 0.1 N 氫氧化鈉溶液 8 ml，接上裝置，再於燒瓶 (B) 內加入 5 % 雙甲酮乙醇溶液 1 ml，1 % 疊氮化鈉溶液 1 ml，乙醇 2 ml，硅酮油二滴，及 25 % 磷酸溶液 10 ml 後，接上裝置，(C) 部分調整氮氣流速為 0.5 - 0.6 l/min，通氣 5 分鐘後，卸下燒瓶 (B)。精確稱取固狀檢體經細切 (2 mm 以下) 後 1 - 5 g，加水 20 ml，液狀檢體量取 20 g，儘速置入燒瓶 (B) 內，再接上裝置，並以 0.5 - 0.6 l/min 之流速通入氮氣，微細火焰之高度達 4 - 5 公分時，將燒瓶 (B) 加熱 10 分鐘後，卸下燒瓶 (A)，玻璃管先端以少量 0.1 N 氫氧化鈉溶液沖洗，洗液及燒瓶 (A) 中之溶液全部移入 15 ml 容量瓶中，加 0.1 N 氫氧化鈉溶液，使成 15 ml，供作檢液。

2. 2. 2. 9. 含量測定：

分別正確量取檢液及 0.1 N 氫氧化鈉溶液各 5.0 ml，各加入 2.2.2.6 節之呈色液 5.0 ml，充分混合振搖，放置 35 分鐘後，於波長 560 nm 處測定其吸光度，並依檢量線求出檢體中二氧化硫之含量。

2.2.2.10. 檢量線之繪製：

分別正確量取標準溶液 1.0，2.0，3.0，4.0 及 5.0 ml，依上述方法操作作成檢量線。