



碘吸收滴定法测定食品中二氧化硫残留量

全自动电位滴定仪 Flash 应用介绍 (GB/T 5009.34 国标改进法)

根据 GB/T 5009.34 食品中亚硫酸盐蒸馏法测定，在实际操作中有下列不足：

- (1) 标准要求用醋酸铅溶液必须接受至 200ml，再用浓盐酸释放二氧化硫，加淀粉指示剂进行滴定，实验繁琐；
- (2) 接受后用浓盐酸释放，由于二氧化硫释放的速度快，无法及时用碘液滴定，造成检测结果偏低；
- (3) 对一些特殊的样品，例如：香菇等用醋酸铅吸收时，吸收液变为黑色，加入淀粉指示剂掩盖了蓝色，滴定终点难以判断，从而影响实验结果，造成滴定误差。优莱博 Flash 对此进行一系列的改进，采用碘吸收滴定法，反应速度快，重现性好。并且增加连续自动滴定转盘，蠕动泵等选配设备，特别适用于食品中亚硫酸盐及二氧化硫残留量的测定。

本方法将着重介绍 Flash 全自动滴定仪测量游离二氧化硫和总二氧化硫的实验方法。





应用

Flash 自动滴定仪特别适用于测量食品，特别是红酒，饮料中的游离二氧化硫和总二氧化硫。全自动转盘（选配）满足大量样品的连续，自动和快速测量；蠕动泵（选配）在滴定过程当中自动加入硫酸和氢氧化钠，让游离二氧化硫和总二氧化硫滴定真正实现自动化滴定。

仪器

- 自动滴定仪 Flash
- 16 位连续滴定单元顶置搅拌器
- 玻璃搅拌杆
- 塑料滴定杯若干温度传感器

电极

双铂金电极，该电极使用结束后可以干放。

化学试剂

标定剂：硫代硫酸钠（基准级）

滴定剂：0.025 mol/L 或 0.01 mol/L 碘溶液溶剂：去离子水

其它相关试剂：10%硫酸，4 mol/L 氢氧化钠，5%碘化钾溶液和 EDTA-Na₂

描述

利用已知浓度的碘溶液在酸性环境中与样品中的游离二氧化硫反应的原理，来测定样品中游离二氧化硫的浓度；而另一部分二氧化硫以亚硫酸根离子与其他离子结合，称之为结合态，这部分不能直接与碘溶液反应。所以游离二氧化硫滴定结束之后，需要在溶液中继续加入一定浓度的氢氧化钠溶液，在碱性环境中致使结合态的亚硫酸离子与其他离子分离，然后再加入过量硫酸，让溶液环境再次回到酸性环境，此时按照滴定游离二氧化硫的方法滴定，两者相加即为总二氧化硫。

实验流程

1. 游离二氧化硫实验流程
 - 1.1 将滴定剂（碘溶液）加入滴定试剂瓶；
 - 1.2 将 10%硫酸加入试剂瓶中，并且连接蠕动泵 A；
 - 1.3 在 100ml 或 150ml 滴定杯中精确移取 50ml 样品，再加入 3mg EDTA-Na₂ 和 10ml 碘化钾溶液；
 - 1.4 在方法中调用“游离二氧化硫测定方法”，见下面参数设置部分



- 1.5 启动测定方法
- 1.6 选择起始滴定位
- 1.7 选择样品数量
- 1.8 选择清洗方法
- 1.9 设备将依次自动完成游离二氧化硫滴定实验

2. 总二氧化硫实验流程

- 21 将滴定剂（碘溶液）加入滴定试剂瓶；
- 22 将 10%硫酸加入试剂瓶中，并且连接蠕动泵 A；
- 23 将 4mol/L 氢氧化钠加入试剂瓶中，并且连接蠕动泵 B；
- 24 在 100ml 或 150ml 滴定杯中精确移取 50ml 样品，再加入 3mg EDTA-Na2 和 10ml 碘化钾溶液；
- 25 在方法中调用“总二氧化硫测定方法”，见下面参数设置部分



- 26 启动测定方法
- 27 选择起始滴定位
- 28 选择样品数量
- 29 选择清洗方法
- 2.10 设备将依次自动完成总二氧化硫滴定实验

Flash 参数设置

游离二氧化硫参数设置

	参数菜单 (Parameters Menu)	参数范围	SO2 free
1	方法名称 Method name	编辑	编辑
2	描述及样品代码编辑 Description / code sample	编辑	编辑
3	液位调节泵编号选择 Pump level N	0~3	0
4	液位控制泵工作时间设置 Pump level sec.	0~999	0
5	A 泵 (或酸泵) 编号选择 Pump A (Acid pump) N	0~3	1
6	A 泵 (或酸泵) 工作时间设置 Pump A (Acid pump) sec.	0~999	2
7	B 泵 (或碱泵) 编号选择 Pump B (Alkaline pump) N	0~3	
8	B 泵 (或碱泵) 工作时间设置 Pump B (Alkaline pump) sec.	0~999	
9	碱泵响应时间 Response time of alk.(min)	0~60	



10	酸泵工作时间设置 Acid pump sec	0~999	
11	C 泵编号选择 Pump C N	0~3	
12	C 泵工作时间设置 Pump C sec.	0~999	
13	滴定终点值设置 Value end point (μ A)	0.000~5.000	1.000
14	脱气时间设置, 该时间段内阀门开启 Degassing sec.	0~999	0
15	滴定过程中搅拌速度设置 Agitator speed	0~8	6
16	预搅拌时间 Time of pre-agitation	0~999	0
17	滴定前测量参数选择 Measuring type	pH/mV/ μ A	
18	测量中允许的最大波动值设置 Auto-stabil(pH)	0.00~1.00	
19	测量中波动时间设置 Initial auto-stability	0~999	
20	预滴定体积编辑 Initial addition	0.00~9.50	0.00
21	初始搅拌 Initial agitation	0~999	0
22	滴定管选择 Titrant burette	1~2	1
23	滴定方式 (线性滴定/动态滴定) Type addition	线性/ 动态	线性
24	滴定剂步进量设置 Addition (ml)	0.01~2.00	0.05
25	滴定剂最大加入量设置 Limitin volume (ml)	0.00~50.00	20.00
26	极化值 Polarization value	200	200
27	滴定终点值设置 Value end point (pH) / (μ A)	0.00~14.00	
28	滴定终点判断时允许的最大波动值设置 Auto-stabil (pH) / (μ A)	0.00~1.00	0.100
29	滴定终点判断时稳定时间设置 Auto-stab time (s)	0~999	0
30	滴定终点判断时最长稳定时间设置 Auto-stab max time (s)	0~999	60
31	滴定结束后延迟时间设置 Delay end titration (s)	0~999	3
32	公式转换系数 Factor	-999.9999~999.9999	+64000.0000
33	样品浓度 Concentration (mol/L)	0.0000~999.9999	0.0100
34	样品体积 Sample Volume (ml)	0.0~99.9	50.0
35	滴定结果单位 Result units	可编辑	ppm
36	滴定结果小数点后位数 Decimals number	0~3	0

总二氧化硫参数设置

	参数菜单 (Parameters Menu)	参数范围	SO2 Total
1	方法名称 Method name	编辑	编辑
2	描述及样品代码编辑 Description / code sample	编辑	编辑
3	液位调节泵编号选择 Pump level N	0~3	0
4	液位控制泵工作时间设置 Pump level sec.	0~999	0
5	A 泵 (或酸泵) 编号选择 Pump A (Acid pump) N	0~3	1
6	A 泵 (或酸泵) 工作时间设置 Pump A (Acid pump) sec.	0~999	8
7	B 泵 (或碱泵) 编号选择 Pump B (Alkaline pump) N	0~3	2
8	B 泵 (或碱泵) 工作时间设置 Pump B (Alkaline pump) sec.	0~999	5
9	碱泵响应时间 Response time of alk.(min)	0~60	5
10	酸泵工作时间设置 Acid pump sec	0~999	



11	C 泵编号选择 Pump C N	0~3	
12	C 泵工作时间设置 Pump C sec.	0~999	
13	滴定终点值设置 Value end point (μ A)	0.000~5.000	
14	脱气时间设置, 该时间段内阀门开启 Degassing sec.	0~999	0
15	滴定过程中搅拌速度设置 Agitator speed	0~8	6
16	预搅拌时间 Time of pre-agitation	0~999	2
17	滴定前测量参数选择 Measuring type	pH/mV/ μ A	
18	测量中允许的最大波动值设置 Auto-stabil(pH)	0.00~1.00	
19	测量中波动时间设置 Initial auto-stability	0~999	
20	预滴定体积编辑 Initial addition	0.00~9.50	0.00
21	初始搅拌 Initial agitation	0~999	5
22	滴定管选择 Titrant burette	1~2	1
23	滴定方式 (线性滴定/动态滴定) Type addition	线性/ 动态	线性
24	滴定剂步进量设置 Addition (ml)	0.01~2.00	0.05
25	滴定剂最大加入量设置 Limitin volume (ml)	0.00~50.00	25.00
26	极化值 Polarization value	200	200
27	滴定终点值设置 Value end point (pH) / (μ A)	0.00~14.00	1400
28	滴定终点判断时允许的最大波动值设置 Auto-stabil (pH) / (μ A)	0.00~1.00	0.050
29	滴定终点判断时稳定时间设置 Auto-stab time (s)	0~999	0
30	滴定终点判断时最长稳定时间设置 Auto-stab max time (s)	0~999	60
31	滴定结束后延迟时间设置 Delay end titration (s)	0~999	5
32	公式转换系数 Factor	-999.9999~999.9999	+64000.0000
33	样品浓度 Concentration (mol/L)	0.0000~999.9999	0.0100
34	样品体积 Sample Volume (ml)	0.0~99.9	50.0
35	滴定结果单位 Result units	可编辑	ppm
36	滴定结果小数点后位数 Decimals number	0~3	0



联系方式

北京总部

地址：北京市朝阳区酒仙桥东路1号院M8号楼C厅3层301室

电话：400-650-2011, 15201146711 传真：4008092068-112

燕郊技术中心

地址：北京东燕郊经济开发区迎宾北路天山国际工业园45号065201

电话：400-650-2011 传真：4008092068-112

上海办事处

地址：上海市嘉定区鹤旋路58弄江桥万达广场8号楼315室

电话：400-650-2011, 1348221039 传真：4008092068-112

天津办事处

地址：天津市红桥区西青道65号金兴科技大厦2205室

电话：400-650-2011, 18722444084 传真：4008092068-112

南京办事处

地址：南京市浦口区大桥北路48号弘阳壹号A座1718室

电话：400-650-2011, 13918706654 传真：4008092068-112

苏州办事处

地址：江苏省苏州市姑苏区现代花园52栋205室

电话：400-650-2011, 18221534620 传真：4008092068-112

宁波办事处

地址：浙江省宁波市海曙区尹江路203号荣安世家17号203

电话：400-650-2011, 13867894377 传真：4008092068-112

广州办事处

地址：广州市天河区棠东东路11号御富科贸园A2座303室

电话：400-650-2011, 13631401013 传真：4008092068-112

武汉办事处

地址：武汉市洪山区梳子桥路2号广厦华庭7栋606

电话：400-650-2011, 13810624492 传真：4008092068-112

哈尔滨办事处

地址：黑龙江省哈尔滨市南岗区城区清明3道街桥北小区11楼1单元303室

电话：400-650-2011, 18210051347 传真：4008092068-112

南昌办事处

地址：江西省南昌市青山湖区飞燕路176号

电话：400-650-2011, 15110262370 传真：4008092068-112

成都办事处

地址：成都市高新区府城大道西段399号天府新谷7幢2单元309室

电话：400-650-2011, 18602871101 传真：4008092068-112

西安办事处

地址：西安市高新区高新一路5号正信大厦A座1201室

电话：400-650-2011, 15802941197 传真：4008092068-112

新疆办事处

地址：乌鲁木齐市开发区卫星路513秦郡二期5号2单元504室

电话：400-650-2011, 133 6964 8516 传真：4008092068-112



兰州办事处

地址：甘肃省兰州市七里河区健康路兰石家属院67栋楼3单元601室

电话：400-650-2011,15802941197 传真：4008092068-112

青岛办事处

地址：山东省青岛市城阳区红埠社区8号楼1单元202室

电话：400-650-2011,18722444084 传真：4008092068-112

太原办事处

地址：山西省太原市万柏林区和平南路251号前一万山小区1号楼1单元4层

电话：400-650-2011,18722444084 传真：4008092068-112

合肥办事处

地址：安徽省合肥市庐阳区林店街道阜阳北路阿奎利亚上学苑26栋1501室

电话：400-650-2011,15110262370 传真：4008092068-112

郑州办事处

地址：郑州市经济技术开发区第七大街148号

电话：400-650-2011,13910121517 传真：4008092068-112