

进出口水果罐头中环己基氨基磷酸盐的检验方法

Method for the determination of cyclamate in canned fruits for import and export

SN/T 0867—2000

代替ZBX74 003—1988

前言

本标准是按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》的要求，对ZBX74 003—1988《出口水果罐头中环己基氨基磷酸盐的测定方法》进行修订的。

本标准技术与ZBX74 003—1988基本一致。本标准增补了引用标准、抽样与制样和方法检出限等内容。

本标准从实施之日起，代替ZBX74 003—1988。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：鲍晓霞。

1 范围

本标准规定了进出口水果罐头中环己基氨基磷酸盐的检验方法。

本标准适用于进出口水果罐头中环己基氨基磷酸盐的检验。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN 0400.6—1995 出口罐头检验规程 成品

3 抽样与制样

3.1 抽样

按SN 0400.6执行。

3.2 制样

原始样品开罐后用高速组织捣碎机捣碎，称取均匀样品200g作为试样，加封后，标明标识。

3.3 试样保存

试样于一18℃以下冷冻保存。

注：在抽样和制样的操作过程中必须防止样品受到污染和发生残留物含量的变化。

4 检验方法

4.1 方法原理

用水提取样品中的环己基氨基磷酸盐，加压水解为环己基胺。在碱性条件下用三氯甲烷提取环己基胺与对一苯醌乙醇溶液反应生成有颜色的产物2—环己基氨基—1,4—苯醌，于波长493nm处测定吸光度，与标准比较定量。

4.2 试剂和材料

除另有规定外，试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

4.2.1 三氯甲烷，重蒸。

4.2.2 6mol/L盐酸溶液。

4.2.3 10mol/L氢氧化钠溶液。

4.2.4 显色剂：0.30% 对一苯醌乙醇溶液。称取0.30g对一苯醌溶于100mL无水乙醇中，使用时临时配制。

4.2.5 环己基氨基磷酸盐标准品：环己基氨基磷酸钠或环己基氨基磷酸钙，称量前在100℃干燥4h。

4.3 仪器和设备

4.3.1 分光光度计。

4.3.2 高速组织捣碎机。

4.3.3 高压锅。

4.3.4 水浴锅。

4.3.5 烧杯：100，400mL。

4.3.6 分液漏斗：125mL。

4.3.7 容量瓶：25，50，250mL。

4.3.8 表面皿。

4.4 分析步骤

样品和标准的水解、显色、冷却同时进行。

4.4.1 酸性水解

准确称取含有15mg~30mg环己基氨基磷酸钠或无水的环己基氨基磷酸钙的捣碎的试样(小于等于15g)到100mL烧杯中。在另一个100mL烧杯中准确称取大约等于样品含量的干燥环己基氨基磷酸钠标准物。用大约40mL水稀释样品和标准。各加6mol/L 13mL盐酸溶液，再用水稀释至大约60mL。分别将100mL烧杯放入400mL烧杯中，大烧杯盖上表面皿，放入高压锅内蒸7h或过夜。高压锅的压力控制在 $1.03 \times 10^5 \text{Pa}$ (1.05kg/cm^2)，温度为 $121^\circ\text{C} \sim 125^\circ\text{C}$ 。

4.4.2 提取

搅拌溶液，静置，通过玻璃棉将上清液过滤到250mL容量瓶中。残留物用水提取二次，每次约40mL，每次的上清液通过玻璃棉过滤到250mL容量瓶中。用水将样品和标准稀释至刻度，摇匀。

吸取25.0mL溶液到125mL分液漏斗中，用10mol/L氢氧化钠溶液调至pH为12(大约12滴)，加入4滴过量。加入25mL三氯甲烷，用力振荡1min。通过玻璃棉将三氯甲烷层滤入25mL容量瓶中，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。

4.4.3 显色测定

吸取20.0mL三氯甲烷提取液到50mL容量瓶中，加入10.0mL临时配制的0.30% 对一苯醌乙醇溶液。同样在20mL三氯甲烷中加10.0mL 0.30% 对一苯醌乙醇溶液制备空白。将容量瓶放入60℃水浴中避光保温2h。冷却，用三氯甲烷稀释至刻度，摇匀。于波长493nm处以空白为参比测定吸光度，与标准进行比较定量。

4.5 结果计算

按式(1)计算试样中环己基氨基磷酸盐含量：

$$X = \frac{A_1 \cdot m_2}{A_2 \cdot m_1} \times 10 \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中：X—试样中环己基氨基磷酸盐含量，%；

A_1 —样品溶液的吸光度；

A_2 —标准溶液的吸光度；

m_1 —样品的质量，g；

m_2 —标准品的质量，mg。

注：计算结果须扣除空白值，如换算成无水的环己基氨基磷酸钙须乘以0.995。

5 方法检出限

本方法检出限为0.01%。