



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4250—2015

竹木制品中二氧化硫的测定 离子色谱法

Determination of sulfur dioxide in bamboo and wood products—
Ion chromatography method

2015-05-26 发布

2016-01-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国中山出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：冯雪雅、李蓉、刘恭源、李云松、李浩洋。

竹木制品中二氧化硫的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了竹木及竹木复合制品中二氧化硫的离子色谱测定方法。

本标准适用于竹木及竹木复合制品中二氧化硫的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

SN/T 2918—2011 出口食品中亚硫酸盐的检测方法

3 方法原理

以甲醛水溶液为提取溶剂,在密闭容器中超声提取试样中的二氧化硫,离子色谱法测定提取液,保留时间定性、外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,试验用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 无水亚硫酸钠标准品: Na_2SO_3 (CAS 号: 7757-83-7)。使用前应根据 SN/T 2918—2011 附录 A 进行含量校正。

4.2 甲醛溶液(CH_2O): 37%, 色谱纯。

4.3 甲醛水溶液(0.037%): 移取甲醛溶液(4.2) 1.0 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,以水定容至刻度。

4.4 二氧化硫标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$): 准确称取 0.196 9 g 无水亚硫酸钠标准品(4.1),用少量水溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 甲醛溶液(4.2),用水定容至刻度。

4.5 二氧化硫标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$): 吸取二氧化硫标准储备溶液(4.4) 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用甲醛水溶液(4.3)定容至刻度。

4.6 二氧化硫标准工作溶液: 准确移取 0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 和 5.0 mL 二氧化硫标准溶液(4.5)于 100 mL 容量瓶中,用甲醛水溶液(4.3)稀释至刻度,该标准工作溶液中二氧化硫浓度分别为 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、3.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 和 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.7 水相滤膜: 孔径 0.22 μm 。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪: 带电导检测器。

5.2 棕色碘量瓶: 250 mL。

- 5.3 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 5.4 超声波振荡器。
- 5.5 粉碎机。
- 5.6 真空泵。
- 5.7 实验筛:10 目,孔径为 2.00 mm。

6 分析步骤

6.1 试样处理

取适量样品以刨刀或锯刀截取其表面 3 mm 厚部分,粉碎,过 10 目筛后混匀,立即装入洁净密封样品袋中密封待测,制样过程中,应避免污染。

6.2 二氧化硫的提取

称取上述制好的试样 4.0 g(精确至 0.002 g)于 250 mL 碘量瓶中,加入 80 mL 甲醛水溶液(4.3),超声提取 30 min 后,用定性滤纸真空抽滤,抽滤过程中以甲醛水溶液(4.3)洗涤滤纸上的试样数次,滤液全部转移至 100 mL 容量瓶中,并以甲醛水溶液(4.3)定容至刻度,混匀后作为提取液待用。

同时称取 2 份试样,进行平行测定。

6.3 测定

6.3.1 离子色谱参考条件

由于测试结果与所使用的仪器和条件有关,因此不可能给出离子色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离。下列给出的参数已被证明是可行的:

- a) 色谱柱:AS11-HC 型阴离子分离柱(4 mm×250 mm)和 AG11-HC 型保护柱(4 mm×50 mm),或相当者;
- b) 柱温箱温度:30 ℃;
- c) 淋洗液:10 mmol/L KOH(在线淋洗液发生器生成);
- d) 淋洗液流速:1.0 mL/min;
- e) 抑制电流:50 mA;
- f) 进样量:25 μ L。

6.3.2 工作曲线

按 6.3.1 设定色谱工作条件,待仪器稳定后,依次测定二氧化硫标准工作溶液(4.6)中的二氧化硫的色谱峰面积。根据标准工作溶液中二氧化硫的浓度和相应峰面积绘制二氧化硫的浓度-色谱峰面积标准曲线,其线性相关系数 r^2 应大于 0.995。

6.3.3 提取液中二氧化硫测定

以 10 mL 注射器吸取适量摇匀后的提取液(6.2),经水相滤膜(4.7)净化后移入 5 mL 色谱瓶,按与 6.3.1 相同的分析条件对净化后的提取液进行测定,根据色谱保留时间和峰面积对二氧化硫进行定性和定量。二氧化硫典型离子色谱图参见附录 A。

注 1: 如试样中的二氧化硫含量高,超出标准工作曲线的浓度范围,以甲醛水溶液(4.3)适当稀释。

注 2: 由于亚硫酸盐容易氧化成硫酸盐,因此样品和标准溶液都应现用现配,并减少暴露在空气中的时间。样品开封后应尽快分析。

6.4 空白试验

除不加试样外,按上述步骤进行空白试验。

7 结果计算

试样中二氧化硫含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(C_X - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中二氧化硫的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_X ——从工作曲线求得的提取液中二氧化硫含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

C_0 ——从工作曲线求得的空白溶液中二氧化硫含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后1位。

8 检出限与定量限

本方法中二氧化硫的最低检出限为:1.7 mg/kg。

本方法中二氧化硫的最小定量限为:5.0 mg/kg。

9 重复性

以两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对值不得超过其算术平均值的10%。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 样品来源及描述;
- b) 使用的标准;
- c) 测试结果;
- d) 任何偏离本标准的细节;
- e) 试验日期。

SN/T 4250—2015

附 录 A

(资料性附录)

二氧化硫的典型离子色谱图

二氧化硫的典型离子色谱图见图 A.1。

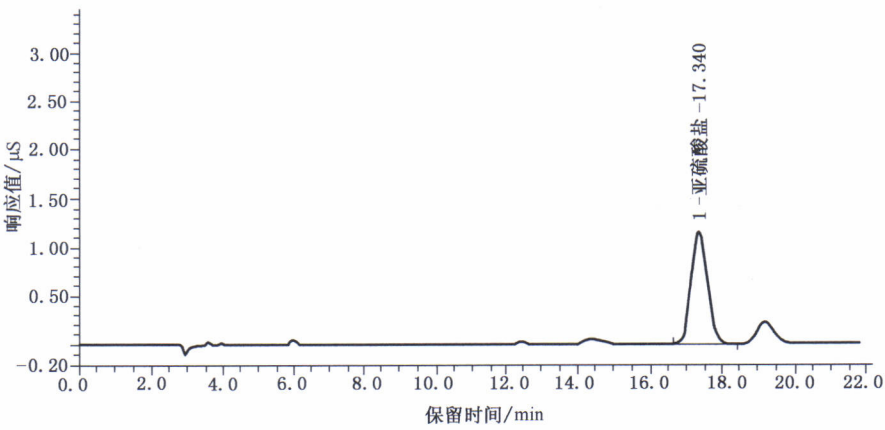


图 A.1 二氧化硫的典型离子色谱图
