**TB**

**团 体 标 准**

 T/ NAIA XXX—XXXX

**枸杞中二氧化硫含量的测定 离子色谱法**

Determination of sulfur dioxide *Lycium barbarum* L. by Ion chromatography

XXXX-XX-XX发布 XXXX-XX-XX实施

**宁夏化学分析测试协会 发 布**

**前 言**

本标准按照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》的规定编写。

本标准由宁夏化学分析测试协会提出并归口。

本标准起草单位：宁夏农产品质量标准与检测技术研究所、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：杨春霞、张 艳、赵子丹、王 芳、杨 静、周丽娜、牛 艳、王晓菁、李 冬、单巧玲、张小飞。

枸杞中二氧化硫含量的测定 免试剂离子色谱法

1. 范围

本标准规定了枸杞中二氧化硫含量测定的离子色谱方法。

本标准适用于枸杞中二氧化硫含量的测定。

1. 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，仅所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》

1. 原理

在酸性条件下，枸杞中亚硫酸盐转化为可挥发的SO2，SO2通过气体扩散膜后被双氧水吸收转变为硫酸根离子。以氢氧化钾溶液为淋洗液，阴离子交换柱分离，电导检测器检测。以保留时间定性，外标法定量。

1. 试剂

超纯水：电导率小于18.2 μs/cm。

30 %双氧水：分析纯。

37 %浓盐酸：优级纯。

3 %双氧水溶液：取3 mL双氧水于100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

硫酸根标准溶液（1000 mg/L）：购买经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

硫酸根标准工作液：分别准确移取硫酸根标准溶液0.1、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 mL于100 mL容量瓶中，加超纯水定容至刻度，摇匀，4 ℃保存待用。标准溶液浓度分别为：0.0、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0、200.0 mg/L。

1. 仪器和设备

离子色谱仪：配电导检测器，抑制器，高容量阴离子交换柱和保护柱。

高速粉碎机。

分析天平：感量0.01 g。

超纯水机。

全玻璃蒸馏器。

蒸馏装置。

0.45 µm水性滤膜针头滤器。

注：所有玻璃器皿使用前均需依次用2 mol/L氢氧化钾和水分别浸泡4 h，用水冲洗3~5次，再用超纯水冲洗干净，晾干备用。

1. 试样的制备

枸杞样品于-18℃冷冻冰箱中保存。试验时将样品取出，采用四分法，混合均匀后缩分至100g，立即用高速万能粉碎机粉碎，置于样品瓶中，-18℃冷冻备用。

1. 试样的提取

称取0.50~10.00 g（精确到0.01 g）制备好的枸杞样于500 mL两颈圆底烧瓶中，加入250 mL超纯水，接通水蒸气蒸馏装置。在吸收瓶中加入20 mL 3 %的过氧化氢溶液作为吸收液，吸收管下端插入吸收液面以下。在圆底烧瓶中加入5.00 mL浓盐酸，迅速密闭。开始蒸馏，待吸收液体积接近100 mL时停止蒸馏，用水稀释至刻度，摇匀，静置，用0.45 µm水性滤膜针头滤器过滤，上机测定。

1. 仪器参考条件

色谱柱：IonPac® AS11-HC（4×250 mm）分析柱，AG11-11C (4 x 50 mm) 保护柱，或相当者；分离模式: 抑制型-离子交换-电导检测；

淋洗液：配有在线淋洗液发生器产生25 mmol/L氢氧化钾溶液，或直接配制

25 mmol/L氢氧化钾溶液。

流速：1.0 mL/min；

抑制器：抑制器电流 62 mA。

柱温：30.0 ℃。

检测器：电导检测器，检测池温35.0 ℃。

进样量：25 μL；

1. 标准曲线的绘制

将硫酸根标准系列工作液0.0、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0、200.0 mg/L，依次由低到高进样检测，以浓度*x*（mg/L）为横坐标，响应值（电导率）*y* 为纵坐标，绘制标准曲线（硫酸根标准色谱图见图A.1）。

1. 测定

将待测液上机测定，根据标准曲线得到待测液中硫酸根离子的浓度，硫酸根离子的响应值应在标准曲线范围内，超过线性范围则应稀释后再进样分析。同时做空白试验。

1. 结果计算

样品中二氧化硫含量按公式（1）计算。

………………………………………（1）

式中：

 *X—*枸杞中总二氧化硫含量（以SO42-计），g/kg；

*C—*样品馏出液中SO42-浓度，mg/L;

*C*0*—*空白中SO42-浓度，mg/L;

m*—*称取样品的质量，g；

*V—*待测液定容体积，mL;

0.667—SO42-换算成SO2的系数；

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

1. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

1. 其它

当枸杞样品为5.0g时，方法定量限为2.0mg/kg。

1. 色谱图

硫酸根标准溶液色谱图见附录A.1。

1. （资料性附录）
硫酸根离子标准溶液色谱图
	1. 硫酸根离子标准溶液色谱图

硫酸根离子标准溶液色谱图见图A.1。

* 1. 硫酸根离子标准溶液色谱图（20 mg/L）