

ICS 67.050

B20

团体标准

T/ NAIA XXX—XXXX

葡萄酒中总二氧化硫测定 电感耦合等离子体质谱仪法

Determination of total sulfur dioxide in wine by inductively coupled
plasma mass spectrometer

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》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：宁夏回族自治区食品检测研究院、宁夏大学测试分析中心、宁夏回族自治区药品检验研究院、宁夏化学分析测试协会。

本标准主要起草人：李谦、魏海琴、李智、党祎苗、牛国飞、孙少忆、张小飞

本标准于 XXXX 年 XX 月 XX 日首次发布。

葡萄酒中总二氧化硫测定 电感耦合等离子体质谱仪法

1 范围

本标准规定了葡萄酒中总二氧化硫的电感耦合等离子体质谱仪法。
本标准适用于葡萄酒中总二氧化硫的测定。

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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义

4 原理

在密闭容器中对样品进行酸化、蒸馏，蒸馏物用过氧化氢溶液吸收，吸收后的溶液由电感耦合等离子体质谱仪测定，以硫元素特定质量数（质荷比， m/z ）定性，采用外标法，以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析，计算样品中的二氧化硫含量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂和材料

- 5.1.1 硝酸（ HNO_3 ）。
- 5.1.2 过氧化氢（ H_2O_2 ，30%）。
- 5.1.3 盐酸（ HCl ）（ $\rho_{20}=1.19\text{g/mL}$ ）。

5.2 试剂

- 5.2.1 盐酸溶液（1+1）：量取 50 mL 盐酸，加入 50 mL 水中。
- 5.2.2 过氧化氢溶液（3 %）：量取 10 mL 过氧化氢，加入 90 mL 水中。
- 5.2.3 硝酸溶液（1+49）：量取 2 mL 硝酸，加入 98 mL 水中。
- 5.2.4 氩气（Ar）：氩气（ $\geq 99.9995\%$ ）。
- 5.2.5 氧气（ O_2 ）：氧气（ $\geq 99.9995\%$ ）。

5.3 标准品

硫标准贮备液（1000 mg/L）：购买经国家认证并授予标准物质证书的元素标准贮备液。

5.4 标准溶液配制

- 5.4.1 硫元素储备液（100 mg/L）：准确吸取硫元素标准溶液（1000 mg/L）5.00 mL 至 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+49）稀释，并定容至刻度，混匀。
- 5.4.2 硫元素储备液（1.00 mg/L）：准确吸取硫元素标准溶液（100 mg/L）1.00 mL 至 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+49）稀释，并定容至刻度，混匀。

5.4.3 硫元素标准工作溶液：准确吸取硫元素储备液（1.00 mg/L）0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、50.00 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+49）稀释，并定容至刻度，混匀。此硫元素标准曲线溶液的质量浓度分别为 0.0μg/L、5.0μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L、50.0 μg/L、100.0 μg/L、200.0 μg/L、500.0 μg/L。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中硫元素的实际含量确定标准曲线溶液中硫的质量浓度。注：可根据仪器的灵敏度及样品中硫元素的实际含量确定标准曲线溶液中硫的质量浓度。

6 仪器和设备

注：所有玻璃器皿或聚四氟乙烯器皿均需以硝酸（1+4）浸泡 24 h 以上，用水反复冲洗，最后用去离子水冲洗干净。

- 6.1 电感耦合等离子质谱仪(加氧模式)。
- 6.2 半自动蒸馏仪，或等效的蒸馏设备。
- 6.3 纯水仪。

7 分析步骤

7.1 样品蒸馏

吸取取 5-10mL 均匀样品，置于蒸馏管中。先加入 50mL 水，再加入 10mL 盐酸溶液（1+1）后立即盖塞，置于半自动蒸馏仪中，冷凝管下端插入预先备有 20mL 过氧化氢溶液（3%）的容量瓶的液面下，加热蒸馏。当蒸馏液约 95ml 时，使冷凝管下端离开液面，停止蒸馏。用少量水冲洗插入过氧化氢溶液的装置部分，转移馏出液至 100 mL 容量瓶中，用水定容，同时做空白试验。

7.2 仪器操作条件

调节仪器性能至最佳状态。仪器操作条件见表 A.1。

表 A.1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

参数名称	参数	参数名称	参数
射频功率	1550 W	积分时间	0.1 s
等离子气流量	15 L/min	重复次数/次	3
载气流量	1.00 L/min	质量转移	32->48
采样深度	10 mm	反应气体	O ₂

7.3 标准曲线的制作

将标准系列工作溶液注入电感耦合等离子体质谱仪中，按仪器的参考工作条件（参见表 A.1），测定待测元素与内标元素的强度信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与内标元素强度比为纵坐标，绘制标准曲线。

7.4 测定

将空白溶液和试样溶液分别注入电感耦合等离子体质谱仪中，按仪器的参考工作条件（参见表 A.1），测定待测元素与内标元素强度的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

8 分析结果的表述

试样中元素的含量按式（1）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m \times 1000} \times 2 \tag{1}$$

式中：

X 一试样中二氧化硫的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

c 一蒸馏液中硫元素的含量，单位为微克每毫升（ng/mL）；

c_0 一空白液中硫元素的含量，单位为微克每毫升（ng/mL）；

V 一蒸馏液定容总体积，单位为毫升（mL）；

m 一样品体积，单位为毫升（mL）；

2 一硫与二氧化硫的换算系数；

1000 一换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10 %。

10 其他

当取样量为 10.0 mL，定容体积为 100 mL，二氧化硫的检出限为 1.8mg/L，二氧化硫的定量限为 5mg/L。

