

ICS 67.040

CCS C 53

T/GXAS

团 体 标 准

T/GXAS 960—2025

食糖中二氧化硫的测定 气相色谱法

Determination of sulfur dioxide in sugar — Gas chromatography

2025 - 03 - 03 发布

2025 - 03 - 09 实施

广西标准化协会 发布

前 言

本文件参照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专利的责任。

本文件由南宁市疾病预防控制中心提出并宣贯。

本文件由广西标准协会归口。

本文件起草单位：南宁市疾病预防控制中心、广西壮族自治区产品质量检验研究院、广西壮族自治区亚热带作物研究所、贵港市疾病预防控制中心、广西农投糖业集团股份有限公司。

本文件主要起草人：徐斌、黄丽、谭洁、梁善范、陈思伊、范云燕、甘志勇、曾永芳、韦天富、韦卓才、李慧敏、容崎康、吕丽兰、覃昆飞。

食糖中二氧化硫的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了测定食糖中二氧化硫的气相色谱法。

本文件适用于以甘蔗为原料生产的白砂糖、赤砂糖、冰糖等食糖中二氧化硫含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

在密闭的顶空瓶中，试样酸化后在加热的条件下亚硫酸盐等物质释放出二氧化硫，二氧化硫通过顶空进样器导入气相色谱仪进行分离，电子捕获检测器检测，外标法定量。

5 试剂及其配制

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

5.1 试剂和材料

5.1.1 乙二胺四乙酸二钠 ($C_{10}H_{14}N_2Na_2O_8$)。

5.1.2 甘露醇 ($C_6H_{14}O_6$)。

5.1.3 硫酸 (H_2SO_4)：≥98%，优级纯。

5.1.4 玻璃小试管：直径 12 mm，长 55 mm。

5.2 试剂配制

5.2.1 吸收液：称取 1 g 乙二胺四乙酸二钠与 5 g 甘露醇，用水溶解定容至 1 L。

5.2.2 硫酸溶液 (1+1, v/v)：量取 50 mL 硫酸，缓慢加入 50 mL 水中，混匀后冷却至室温备用。

5.3 标准品

无水亚硫酸钠，纯度≥98%或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 亚硫酸钠标准溶液 (1.00 mg/mL)：称取 0.1 g (精确至 0.000 1 g) 无水亚硫酸钠于 100 mL 容量瓶中，用吸收液溶解定容至刻度。4 °C 保存，保存期一周。

5.4.2 亚硫酸钠标准工作溶液：移取适量亚硫酸钠标准溶液 (1.00 mg/mL)，用吸收液稀释配制成质量浓度分别为 1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.0 μg/mL、15.0 μg/mL、20.0 μg/mL、25.0 μg/mL 的工作溶液，临用新配。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱仪：配备顶空进样器，电子捕获检测器（ECD）。
- 6.2 顶空进样瓶：20 mL。
- 6.3 分析天平：分辨率不低于 1 mg 和 0.1 mg。
- 6.4 粉碎机。
- 6.5 振荡混匀器。

7 分析步骤

7.1 样品前处理

7.1.1 试样制备

取样品约500 g，充分混匀。处理后样品装入洁净容器中，密封，于阴凉干燥处保存。

7.1.2 试样溶液的制备

准确称取0.5 g~2 g（精确至0.001 g，取样量可视样品含量高低而定）试样，置于20 mL顶空瓶中，加入10.00 mL吸收液（5.2.1）。将加有1.00 mL硫酸溶液（5.2.2）的小试管管口朝上放入顶空瓶中，随后立即加盖密封，颠倒振荡混匀，待测。

7.1.3 空白试验

除不加试样外，其他均按7.1.2测定步骤进行。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 顶空分析参考条件见附录 A。

7.2.2 气相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：键合硅胶多孔层开管（PLOT）毛细管柱，30 m×0.320 mm（内径），或性能相当者；
- b) 柱温升温程序：初始温度 100 °C，升温速率 50 °C/min，升至 200 °C，保持 3 min；
- c) 载气：氮气，纯度≥99.999%。柱流速：3 mL/min；
- d) 进样口温度：200 °C；
- e) 分流比：10:1；
- f) 检测器：电子捕获检测器（ECD），温度 300 °C。

7.3 标准曲线制作

分别准确移取10.00 mL吸收液（5.2.1）与亚硫酸钠标准工作溶液（5.4.2）于7个顶空瓶中，得到顶空瓶中的亚硫酸钠含量分别为0 μg、10.0 μg、50.0 μg、100 μg、150 μg、200 μg、250 μg。将加有1.00 mL硫酸溶液（5.2.2）的小试管管口朝上放入顶空瓶中，随后立即加盖密封，颠倒振荡混匀，待测。

7.4 试样溶液的测定

标准曲线溶液及试样溶液均按7.2规定的仪器条件进行测定，根据二氧化硫保留时间定性，测得样品溶液的峰面积响应值，采用外标法定量。样品溶液中二氧化硫的响应值应在线性范围内，若超出范围，样液用吸收液稀释后再测定。在上述色谱条件下，二氧化硫标准气相色谱图见附录B中的图B.1。

8 结果计算和表述

试样中二氧化硫的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(m_1 - m_0)}{m} \times 0.5079 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

X——试样中二氧化硫的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

m_1 ——由标准曲线计算得到的试样溶液中亚硫酸钠的质量，单位为微克（ μg ）；
 m_0 ——由标准曲线计算得到的空白溶液中亚硫酸钠的质量，单位为微克（ μg ）；
 m ——试样质量，单位为克（g）；
0.5079——亚硫酸钠与二氧化硫的转换系数。
计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性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 检出限与定量限

以称取试样质量1 g计，本方法的检出限：1.4 mg/kg，定量限：4.2 mg/kg。



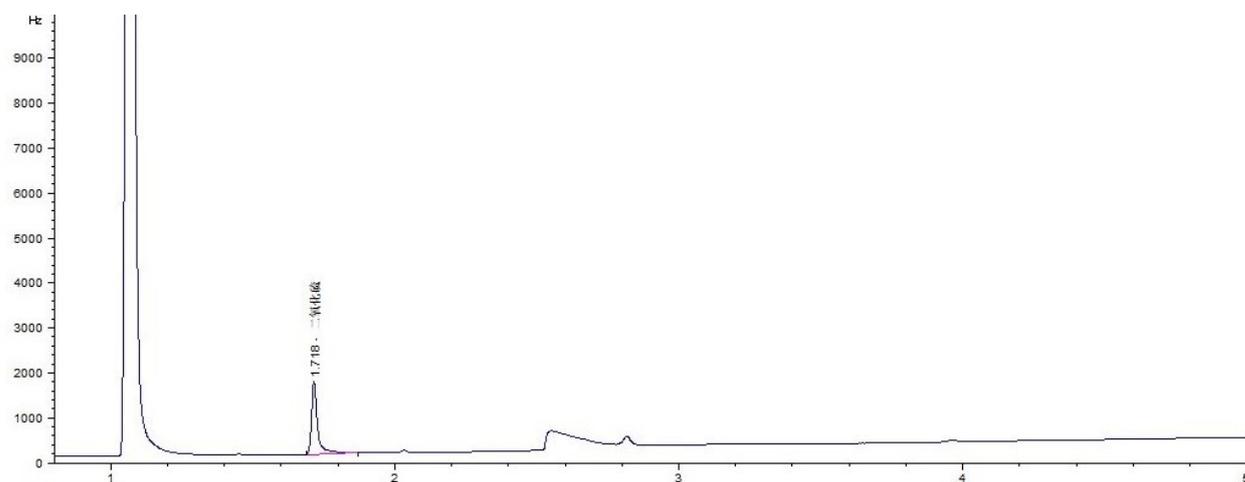
附录 A
(资料性)
顶空分析参考条件

顶空分析参考条件如下:

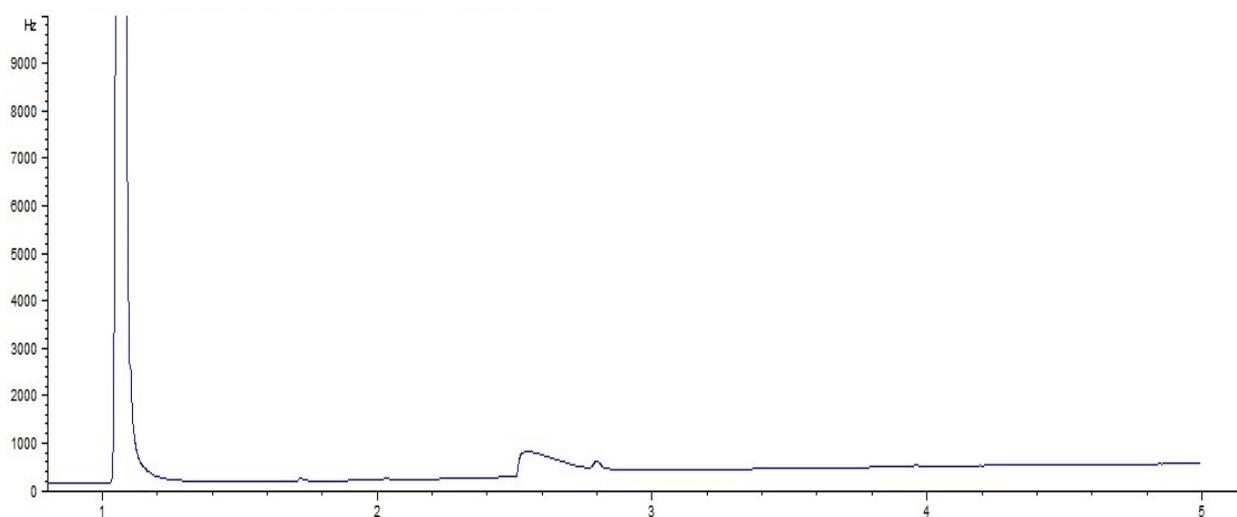
- a) 样品瓶平衡温度: 90 °C;
- b) 定量环温度: 90 °C;
- c) 传输线温度: 100 °C;
- d) 样品瓶平衡时间: 10 min;
- e) 进样持续时间: 0.50 min;
- f) 样品瓶填充压力: 15 psi。

附录 B
(资料性)
二氧化硫标准气相色谱图

二氧化硫标准气相色谱图见图B.1，试剂空白气相色谱图见图B.2。



图B.1 二氧化硫（亚硫酸钠含量为 50 μg ）标准气相色谱图



图B.2 二氧化硫（亚硫酸钠含量为 0 μg ）标准气相色谱图

参 考 文 献

- [1] 中华人民共和国药典(国家药品监督管理局国家卫生健康委(2020)第78号)
-

中华人民共和国团体标准
食糖中二氧化硫的测定 气相色谱法
T/GXAS 960—2025
广西标准化协会统一印制
版权专有 侵权必究