

**SN**

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3936—2014

## 出口味精中硫化钠含量的测定

Determination of sodium sulfide in gourmet powder for export

2014-04-09 发布

2014-11-01 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。

本标准由中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、湖南省检验检疫科学技术研究院负责起草。

本标准主要起草人:孙兴权、薛大方、刘名扬、庞艳华、董振霖、肖珊珊、董伟峰、刘淑艳、颜怀玉、林维宣、温志海、曹际娟、黄志强。

# 出口味精中硫化钠含量的测定

## 1 范围

本标准规定了味精中硫化钠含量的测定方法。

本标准适用于 99% 味精、增鲜味精和加盐味精中硫化钠含量的检测。

## 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—2008 分析实验室用水规格和试验方法。

GB/T 16489—1996 水质 硫化物的测定 亚甲基蓝分光光度法

## 3 方法提要

试样经 250 mmol/L 氢氧化钠溶液提取，过膜净化，离子色谱法测定，外标法定量。

## 4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682—2008 规定的一级水(经煮沸放凉并超声脱气后使用)。

4.1 氢氧化钠。

4.2 无水乙酸钠。

4.3 氢氧化钠溶液(50%，质量分数)：于聚丙烯材料的容器中称量 30 g 氢氧化钠(4.1)，加入 30 g 水，充分溶解混匀后，置于 4℃ 冰箱中静置过夜。使用时复温，在保持溶液液面不倾斜或摇晃的情况下取中间层使用。

4.4 氢氧化钠溶液(250 mmol/L)：称取 10 g 氢氧化钠(4.1)，完全溶解并定容至 1 L。

4.5 100 mmol/L 氢氧化钠-250 mmol/L 乙酸钠淋洗液：称取 20.5 g 无水乙酸钠(4.2)溶于 995 mL 水中，0.2 μm 尼龙滤膜过滤后，加入 5.25 mL 50% 氢氧化钠溶液(4.3)。淋洗液配好后立即置于 34.5 kPa～55.2 kPa 氩气条件下保护，以防污染。

4.6 硫化钠标准物质( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , CAS 号：1313-84-4)：相对分子质量 240.17，纯度大于或等于 98%。

4.7 硫化钠标准储备液：量取 10 mL 经煮沸放凉并超声脱气处理后的去离子水加入到放在天平上的聚丙烯材料容器中，清零。取适量标准物质(4.6)，快速经水冲洗表面和滤纸吸干处理后，立即置于天平上准备好的容器中，称量并配制成适量浓度硫化钠(以  $\text{S}^{2-}$  计)的标准储备溶液，用前按 GB/T 16489—1996 中 4.15 和 4.16 规定的方法标定其浓度，4 ℃ 下避光密封存放。

4.8 硫化钠标准工作液：分别吸取适量的已标定好的硫化钠(以  $\text{S}^{2-}$  计)标准储备液，用阴性样品基质

空白提取液配制成标准工作液,使其中硫离子的浓度分别为 0.0 ng/mL、0.1 ng/mL、0.2 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、50.0 ng/mL, 4 ℃下避光密封存放。

4.9 具塞离心管:聚丙烯,50 mL,或相当者。

4.10 容量瓶:聚丙烯,100 mL,1 000 mL,或相当者。

4.11 一次性塑料进样器。

4.12 滤膜:0.2  $\mu\text{m}$ ,尼龙膜。

4.13 0.2  $\mu\text{m}$  尼龙滤器。

## 5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:配有脉冲安培检测器。

5.2 分析天平:感量为 0.01 g。

5.3 涡旋混合器。

## 6 试样制备与保存

四分法混匀所取样品,分出 500 g 作为试样,平分试样并分别装入洁净容器,密封,标明标记,4 ℃下避光存放。在抽样及制样的操作过程中,应防止试样受到污染或发生含量的变化。

## 7 测定步骤

### 7.1 提取

称取 1.0 g 试样(精确到 0.01 g),用 250 mmol/L 氢氧化钠溶液(4.4)涡旋溶解并定容于 100 mL 容量瓶(4.10)中,混匀后过 0.2  $\mu\text{m}$  尼龙膜(4.12),待测。

### 7.2 测定

#### 7.2.1 离子色谱参考条件

离子色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:AS7 型保护柱(4 mm×50 mm,10  $\mu\text{m}$ ) 和 AS7 型分析柱(4 mm×250 mm,10  $\mu\text{m}$ ),或相当者;
- b) 淋洗液:100 mmol/L 氢氧化钠-250 mmol/L 乙酸钠淋洗液(4.5),等度淋洗;
- c) 检测方式:脉冲安培检测器(配有 Ag 工作电极、Ag/AgCl 参比电极和 Ti 对电极),波形条件见表 1;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 进样量:50  $\mu\text{L}$ ;
- f) 柱温:35 ℃。

表 1 硫离子的波形条件

时间/s	电位/V	积分
0.00	-0.1	
0.20	-0.1	开始
0.90	-0.1	结束
0.91	-1.0	
0.93	-0.3	
1.00	-0.3	

### 7.2.2 离子色谱测定

依据保留时间一致性原则,采用时间窗法(相对允差 5%)和标样加试样峰重叠法定性。在上述色谱条件下硫离子的参考保留时间约为 7.1 min,硫化钠(以  $S^{2-}$  计)标准溶液的色谱图参见图 A.1。必要时可选用另一根性能相当的色谱柱进行确证。根据试样中待测组分的含量情况,选取待测物响应值在仪器线性响应范围内的浓度进行测定,如超出仪器线性响应范围应进行稀释。

### 7.2.3 空白试验

除不加试样外，均按上述操作步骤进行。

## 8 结果计算和表述

用色谱数据处理机或按式(1)计算试样中硫化钠含量,计算结果需扣除空白值:

式中：

$X$  ——试样中硫化钠含量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

c ——从标准曲线上得到的试样中硫化钠溶液的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V —— 样液最终定容体积, 单位为毫升(mL);

*m* ——最终样液代表的试样质量,单位为克(g)。

## 9 测定低限(LOQ)和回收率

## 9.1 测定低限(LOQ)

硫化钠测定低限为  $10 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 9.2 回收率

在不同添加浓度的回收率数据见表 2。

表 2 回收率数据( $n = 10$ )

化合物	基质	添加浓度 $\mu\text{g}/\text{kg}$	回收率范围 %
硫化钠 (以 $\text{S}^{2-}$ 计)	99%味精	10	88.0~98.0
		15	88.7~101.3
		20	86.5~93.0
		500	76.0~88.5
	增鲜味精	10	85.0~94.0
		15	86.0~96.7
		20	81.5~97.0
		500	75.5~85.6
	加盐味精	10	75.2~89.3
		15	78.3~93.2
		20	78.2~93.4
		500	76.8~88.6



附录 A  
(资料性附录)  
硫化钠离子色谱图<sup>1)</sup>

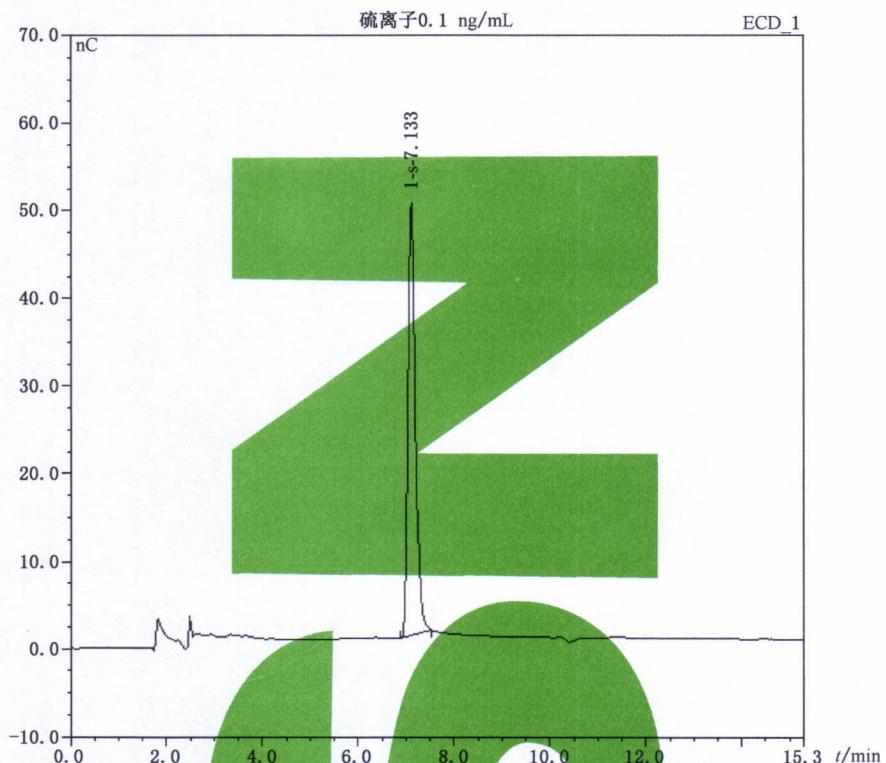


图 A.1 硫化钠标准溶液离子色谱图

1) 非商业性声明:附录 A 所示谱图是在美国戴安公司 ICS-2500 型离子色谱仪上完成的,使用的阴离子交换色谱柱为戴安 IonPac AS7 型保护柱和分析柱。此处列出试验用仪器和色谱柱是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家和型号的仪器和色谱柱。