

高效液相色谱法测定工业硫酸中的二氧化硫

梁初燕, 王石慧, 王慧敏, 陈小锋, 邓杭军, 陈 耀

(浙江新和成特种材料有限公司, 浙江 绍兴 312300)

摘要: 建立了工业硫酸中二氧化硫的高效液相色谱定量分析方法. 首先在低温密闭条件下将工业硫酸稀释, 并用氢氧化钠调节 pH 使二氧化硫转变为亚硫酸钠, 随后采用高效液相色谱法测定工业硫酸中的二氧化硫含量. 采用 SB-AQ 色谱柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 以浓度为 50 mmol/L、pH 为 1.8 的磷酸二氢钾与磷酸的缓冲溶液和乙腈作为流动相进行等度洗脱, 流速为 0.6 mL/min, 柱温为 30 °C, 检测波长为 195 nm. 方法的准确度高、精密度好、灵敏度高. 在高浓度工业硫酸中, 二氧化硫的加标回收率达到 107.98%, 方法的相对标准偏差 (RSD) 为 0.55%, 检出限低于 1 mg/L. 方法不仅可以快速准确的测定工业硫酸中的二氧化硫含量, 而且对于样品的无损衍生处理和二氧化硫测试方法开发提供了新思路, 具有应用价值.

关键词: 高效液相色谱法; 工业硫酸; 二氧化硫; 亚硫酸钠

中图分类号: O657.7⁺2

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2025)05-0285-08

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2025.05.002

CSTR: 32263.14.j.1006-3757.2025.05.002

Determination of Sulfur Dioxide in Industrial Sulfuric Acid by High Performance Liquid Chromatography

LIANG Chuyan, WANG Shihui, WANG Huimin, CHEN Xiaofeng, DENG Hangjun, CHEN Yao

(Zhejiang NHU Special Materials Co. Ltd., Shaoxing 312300, Zhejiang China)

Abstract: A high performance liquid chromatography (HPLC) for the determination of sulfur dioxide in industrial sulfuric acid has been established. First, the industrial sulfuric acid sample was diluted under low-temperature closed conditions, and adjust the pH using sodium hydroxide, while sulfur dioxide was converted to sodium sulfite. Then the sulfur dioxide content in the industrial sulfuric acid was determined by HPLC. A SB-AQ column (250 mm×4.6 mm, 5 μm) was used, and the isocratic elution was carried out with a 50 mmol/L phosphate buffer solution (pH=1.8) and acetonitrile as mobile phase, under the following conditions: a flow rate of 0.6 mL/min, a column temperature of 30 °C, and a detection wavelength of 195 nm. The method has high accuracy, good precision and high sensitivity. Under the high concentration conditions, the spiked recovery of sulfur dioxide reached 107.98%, the relative standard deviation (RSD) of was 0.55%, and the detection limit was less than 1 mg/L. It can not only quickly and accurately determine the sulfur dioxide content in industrial sulfuric acid, but also provide a new idea for the non-destructive derivatization of samples and the development of sulfur dioxide detection methods.

Key words: high performance liquid chromatography; industrial sulfuric acid; sulfur dioxide; sodium sulfite

硫酸是化工行业中的重要原料, 被广泛应用于染料、石油、金属冶炼等工业, 对人类的经济发展和科技进步有着重要的推动作用^[1]. 工业硫酸是最为

常见的一种硫酸, 常用的制取方法是先将硫氧化成二氧化硫, 然后在催化作用下将二氧化硫转变为三氧化硫, 最后将其溶于水^[2]. 工业硫酸的浓度约为

收稿日期: 2025-06-19; 修订日期: 2025-08-18

作者简介: 梁初燕(1977—), 女, 工程师, 主要从事实验室大型仪器分析工作, E-mail: 17357512676@163.com

通信作者: 陈小锋(1981—), 男, 高级工程师, 主要从事实验室质量管理、检测技术开发工作, E-mail: c.xiaofeng@cnhu.com

98%, 其余的成分主要为水、二氧化硫和其他杂质。二氧化硫的存在不仅会降低工业硫酸的性能, 影响工业硫酸的作用, 而且还会对环境造成一定的破坏。因此, 工业硫酸生产中二氧化硫的检测是非常重要的环节, 这对于保证工业硫酸的生产质量具有重要的指导意义^[3]。

国标 GB 11198.12—1989^[4] 规定用碘量法测定工业硫酸中的二氧化硫含量。该方法是在冷却条件下, 将试样缓慢注入一定量的氨基磺酸溶液中, 以淀粉为指示剂, 用碘液滴定, 最后根据耗碘量计算出二氧化硫的含量。该方法具有一定的局限性, 一方面, 滴定分析依赖指示剂颜色变化来判断指示终点, 容易引入人为误差, 且耗时较长, 操作过程繁琐; 另一方面, 该方法仅适用于不能与碘发生氧化还原反应的体系。此外, 该国标未对冷却条件作出严格的规定和限制, 想要获得稳定的测试结果, 对于分析测试人员的操作技能要求较高。

目前, 二氧化硫的测定除了滴定分析法以外, 还包括光谱法和色谱法^[5-7]。这些方法虽然可以完成二氧化硫的定量分析, 但是对样品的性质却有着严格的限制。工业硫酸中的硫酸浓度高达 98%, 目前的光谱法和色谱法难以直接实现对高浓度硫酸的进样分析。为解决色谱分析中高浓度硫酸的进样问题, 可通过适当的前处理方式对工业硫酸进行转化。如果选用顶空气相色谱法进行工业硫酸中二氧化硫含量的分析测试, 需要用碱中和硫酸至体系的 pH 大于 6.0, 才能达到顶空气相色谱的使用范围。而改变 pH 会影响体系中二氧化硫的存在形式, 使二氧化硫转变成亚硫酸氢钠和亚硫酸钠等无机盐, 但是气相色谱法无法对这些无机盐进行有效检出。如果选用离子色谱法进行工业硫酸中二氧化硫含量的分析测试, 需要将待测体系中的二氧化硫转换成亚硫酸根离子, 但是由于待测体系中本身含有大量的硫酸根离子, 而离子色谱法对于高含量的硫酸根离子和微量亚硫酸根离子的分离和检测存在一定的局限性, 因此该方法难以准确测定工业硫酸中二氧化硫含量。

高效液相色谱法(high-performance liquid chromatography, HPLC)是利用待测物质在固定相和流动相之间的分配能力不同而实现分离分析的一种方法, 是多组分分析和杂质控制中最重要、最广泛的分析技术之一, 是现代分析化学中应用较为

普遍的技术^[8-14]。本研究通过 HPLC 建立了一种工业硫酸中二氧化硫的分析测试方法。

二氧化硫的水溶液通常被称作亚硫酸, 亚硫酸可以看成一种有机弱酸, 在水溶液中可以电离成亚硫酸氢根离子(HSO_3^-)和亚硫酸根离子(SO_3^{2-}), 其中亚硫酸的 $\text{p}K_{\text{a}1}$ 约为 1.9, $\text{p}K_{\text{a}2}$ 约为 7.2。根据缓冲溶液的 pH 公式: $\text{pH}=\text{p}K_{\text{a}}+\lg([\text{共轭碱}]/[\text{共轭酸}])$, 当溶液的 pH 在 3.9~5.2 之间, 亚硫酸溶液中的主要成分为 HSO_3^- ; 当溶液的 pH 在 5.2~9.2 之间, 亚硫酸溶液中既含有 HSO_3^- 又含有 SO_3^{2-} ; 而当溶液的 pH 大于 9.2 时, 亚硫酸溶液中的主要成分为 SO_3^{2-} 。因此, 可通过加入氢氧化钠对工业硫酸中的二氧化硫进行无损衍生, 使待测溶液的 pH 保持在 9.5 以上, 进而保证二氧化硫完全衍生为亚硫酸钠。随后利用 HPLC 定量待测体系中的亚硫酸钠, 得到工业硫酸中二氧化硫的含量。相较于国标中的碘量法, 该方法操作更便捷, 准确度和精密度更高, 使用范围更广, 不仅为工业硫酸中二氧化硫的测试提供了崭新的分析方法, 也为样品的无损衍生处理及二氧化硫的测试方法开发提供了新的思路, 具有重要的应用价值。

1 试验部分

1.1 试剂与仪器

工业硫酸(纯度约 98%, 供试品, 淄博齐翔腾达化工股份有限公司), 氢氧化钠(纯度 99.99%, 百灵威试剂), 无水亚硫酸钠(纯度 98.5%, 百灵威试剂), 磷酸(纯度 85%, 色谱纯, 阿拉丁试剂), 磷酸二氢钾(色谱纯, 阿拉丁试剂), 二氧化硫标准气体(质量浓度 100 mg/L, 氮气为稀释气体, 大连大特气体有限公司), 甲醇(色谱纯, 阿拉丁试剂), 乙腈(色谱纯, 阿拉丁试剂)。试验用水为 18.2 M Ω ·cm 的超纯水。

U3000 高效液相色谱仪配二极管阵列检测器(DAD)(赛默飞世尔科技公司), 低温恒温槽(无锡沃信仪器制造有限公司, 控温精度 ± 0.1 °C, 冷却介质: 乙醇), 分析天平(Mettler-Toledo 公司, 精度为 0.1 mg), pH 计(Mettler-Toledo 公司), 移液枪(规格分别为 200 μL 、1 000 μL 、5 mL, 上海安谱实验科技股份有限公司), 一次性注射器(规格分别为 5 mL、10 mL, 上海安谱实验科技股份有限公司), 0.45 μm 水相滤膜(上海安谱实验科技股份有限公司)。

1.2 样品前处理

取一定量的氢氧化钠固体, 用超纯水作溶剂, 配制成浓度为 10 mol/L 的氢氧化钠溶液.

将低温恒温槽温度调节至 2 °C, 取一支 50.0 mL 的试管固定于恒温槽中, 使试管 2/3 以上浸没在恒温槽液面以下. 准确量取 20.0 mL 超纯水于试管中, 用橡胶塞塞紧, 静置 5 min. 随后用注射器吸取 2.0 mL 浓硫酸, 缓慢加入到试管中, 静置 5 min. 再取 5.0 mL 配制好的氢氧化钠溶液, 同样注入试管中, 静置 5 min. 拔出橡胶塞, 测定溶液的 pH 并用 NaOH 进行调节, 直至溶液的 pH 大于 9.5 后, 停止加入氢氧化钠溶液. 再次拔出橡胶塞, 用移液管准确量取试管中工业硫酸的衍生溶液体积 V 并记录. 随后取适量的衍生溶液, 经 0.45 μm 水相滤膜过滤后, 装入进样小瓶中备用.

1.3 溶液配制

1.3.1 对照品溶液配制

准确称取约 0.1 g(精确至 0.000 1 g)无水亚硫酸钠固体, 用超纯水溶解后, 转移至 100 mL 容量瓶中. 随后用超纯水作溶剂定容、摇匀, 得到亚硫酸钠对照品溶液 a, 摇匀备用.

取一定量的亚硫酸钠对照品溶液 a 至 50 mL 容量瓶中, 用超纯水作溶剂, 配制质量浓度分别为 10.00、20.00、40.00、60.00、100.00、200.00 mg/L 的亚硫酸钠对照品溶液.

1.3.2 加标样品配制

分别取 2.5 mL 具有不同二氧化硫浓度的工业硫酸样品置于两个试管中, 其中一个不做任何处理, 作为供试样品; 另一个缓慢通入 10.0 mL 二氧化硫标准气体, 作为加标样品. 将供试样品和加标样品按照 1.2 项所述方法进行处理, 处理后留样备用.

1.4 色谱条件

色谱柱为 SB-AQ (250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm); 检测器为 DAD; 检测波长为 195 nm. 以浓度为 50 mmol/L, pH 为 1.8 的磷酸二氢钾与磷酸的缓冲溶液和乙腈(体积比 10: 90)作为流动相进行等度洗脱; 柱温 30 °C; 流速 0.6 mL/min; 进样量 25 μL .

2 结果与讨论

2.1 前处理条件优化

工业硫酸稀释及氢氧化钠衍生过程中都会释放一定的热量, 这些热量可能会导致二氧化硫的损

失. 因此选择合适的冷却条件对于二氧化硫的准确测试非常重要. 为了避免二氧化硫的损失, 工业硫酸的稀释和衍生化都需要在低温、密闭条件下进行. 因此在前处理过程中, 需要将试管浸入到低温溶剂中, 同时用橡胶塞堵住试管, 使衍生化试剂穿过橡胶塞并缓慢的加入到待测样品中. 考察不同冷却温度对二氧化硫的测试影响, 结果如表 1 所列.

表 1 不同冷却温度下二氧化硫的测试结果
Table 1 Test results of sulphur dioxide at different cooling temperatures

化合物	体积/mL	冷却温度/°C	质量浓度/(mg/L)
二氧化硫	2.0	-2	692.58
		0	690.86
		2	691.75
		5	625.85
		10	510.25

由表 1 结果可知, 冷却温度在-2、0、2 °C 的条件下, 二氧化硫的含量几乎没有发生变化, 这说明当冷却温度在 2 °C 及以下时, 可有效避免衍生过程中二氧化硫的损失. 当冷却温度在 5 °C 及以上时, 二氧化硫的含量逐渐降低, 说明在衍生过程中, 随着冷却温度的提高, 二氧化硫在逐渐损失. 冷却温度越低, 仪器消耗的功率越大, 成本越高, 综合考虑, 冷却温度选择 2 °C 最为合适.

2.2 色谱条件优化

2.2.1 色谱柱的选择

亚硫酸钠是一种无机离子化合物, 难以在常规的 C18 色谱柱上保留, 因此需要选择一种对强极性化合物有很好保留能力的色谱柱. 本研究考察了亚硫酸钠在 C18 色谱柱^[15]、HILIC 色谱柱^[16]、氨基(-NH₂)色谱柱^[17]、SB-AQ 色谱柱^[18]上的 HPLC 谱图, 结果如图 1 所示. 由图 1 可知, SB-AQ 色谱柱是分析测试亚硫酸钠最理想的选择.

SB-AQ 色谱柱使用的填料是嵌入了极性官能团的十八烷基, 这是一种特殊的填料类型, 其特点是不作封端处理, 可避免因封端剂分解导致的柱效下降问题. 该填料不仅可以增强碱性化合物的保留, 而且对酸性流动相也表现出更高的耐受性, 在低 pH(pH=1.5)流动相的条件下, 仍然展现出优异的稳定性和重现性.

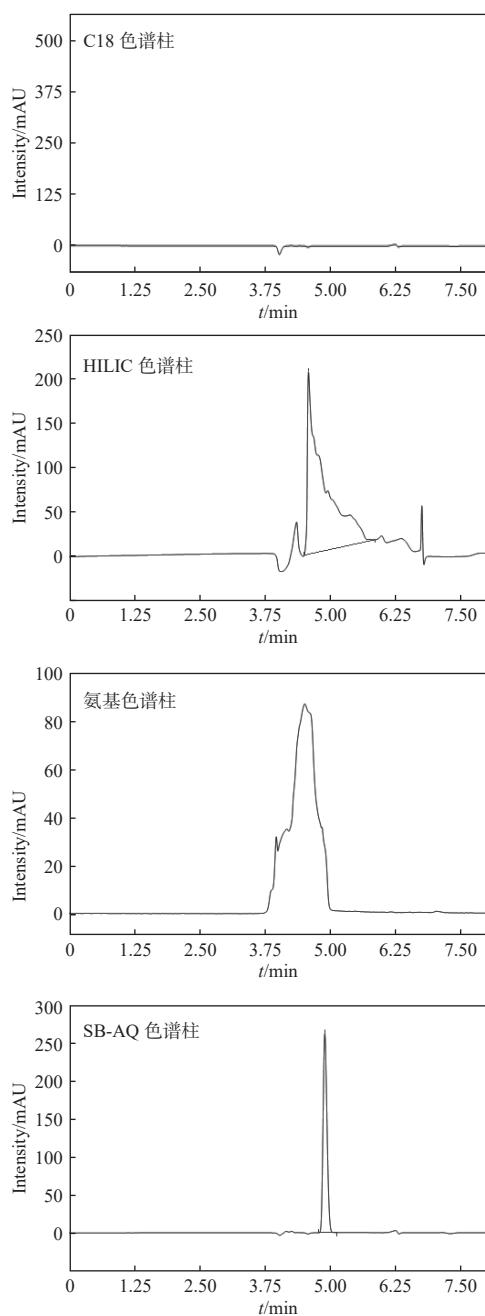


图 1 亚硫酸钠在不同色谱柱上的 HPLC 谱图
Fig. 1 HPLC chromatograms of sodium sulfite on different chromatographic columns

2.2.2 流动相的选择

以磷酸二氢钾与磷酸的缓冲溶液和乙腈作为流动相, 得到流动相和亚硫酸钠的紫外-可见吸收光谱图(UV-vis)(如图 2~3 所示), 其中亚硫酸钠的最大吸收波长约为 195 nm, 是 HPLC 分析方法的首选波长. 由图 2~3 结果可知, 磷酸盐缓冲溶液和乙腈在 195 nm 紫外波长的吸收强度极低, 因此不会

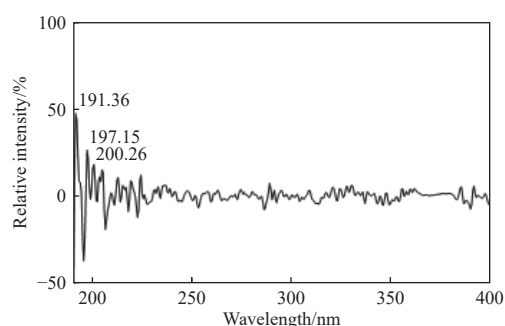


图 2 流动相的 UV-vis 吸收光谱
Fig. 2 UV-vis absorption spectrum of mobile phase

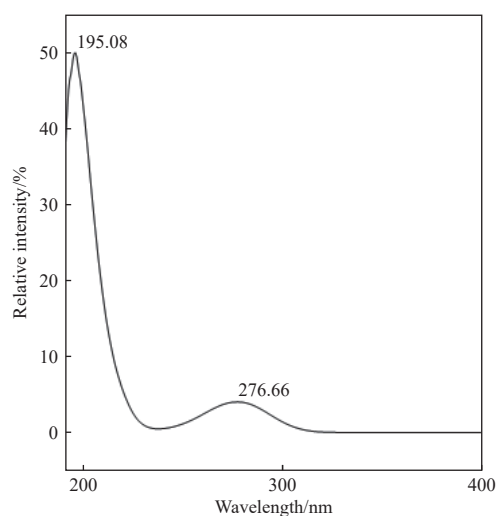


图 3 亚硫酸钠在流动相溶液中的 UV-vis 吸收光谱
Fig. 3 UV-vis absorption spectrum of sodium sulfite in mobile phase

干扰亚硫酸钠在该波长处的吸收强度, 对亚硫酸钠的分析测试没有影响.

为了获得良好的灵敏度和响应强度, 流动相选择磷酸盐缓冲溶液和乙腈. 同时考察了不同 pH 的磷酸二氢钾与磷酸缓冲溶液条件下, 亚硫酸钠对照品溶液 a 的测试结果, 分别如表 2 和图 4 所示.

由表 2 和图 4 的测试结果可知, 当磷酸二氢钾与磷酸缓冲溶液的 pH 小于 2.5 时, 亚硫酸钠才能被检测到. 当缓冲溶液的 pH 在 2.0~2.5 之间时, 虽然亚硫酸钠可以被检测到, 但是亚硫酸钠色谱峰的不对称度远小于 1, 峰型不对称度较差, 有明显的前沿, 因此不适合做定量分析. 当 pH 小于 1.8 时, 亚硫酸钠溶液的对称度接近 1, 且峰面积几乎不受 pH 的影响. 考虑到色谱柱的使用范围和使用寿命, 缓冲溶液的 pH 选择 1.8 最为合适.

表2 不同 pH 缓冲溶液下亚硫酸钠的系统适用性测试结果

Table 2 System suitability test results of sodium sulfite at different pH of buffer solutions

化合物	浓度/ (mmol/L)	pH	不对称度	峰面积/ (mAU·min)
亚硫酸钠	50	3.0	ND	ND
		2.5	0.72	6.69
		2.0	0.78	18.02
		1.8	1.04	15.70
		1.5	1.04	15.68

注: “ND” 代表未检出

2.3 方法学考察

2.3.1 线性关系

按照 1.4 项中提供的色谱方法, 将 1.3.1 项中配制的质量浓度分别为 10.00、20.00、40.00、60.00、100.00、200.00 mg/L 的亚硫酸钠对照品溶液进行上机测试, 得到亚硫酸钠的 HPLC 色谱图。以质量浓度(mg/L)为横坐标, 峰面积(mAU·min)为纵坐标, 绘制标准曲线并进行回归计算, 得到亚硫酸钠的线性回归方程, 结果如表 3 所列。由表 3 结果可知, 亚硫酸钠在 10.00~200.00 mg/L 的质量浓度范围内线性确定系数(R^2)达到 0.999 8, 呈现良好的线性关系。

2.3.2 工业硫酸中二氧化硫的测试结果

将 1.2 项中处理的样品按照 1.4 项中的色谱方法进行测试, 得到工业硫酸的液相色谱图如图 5 所示, 其中色谱峰 1、2、3 为工业硫酸中的其他杂质, 色谱峰 4 为亚硫酸钠。由 1.2 项中得到的试管溶液的体积 V 和 2.3.1 项中得到的亚硫酸钠的线性方程, 可得出工业硫酸中二氧化硫的含量。

其中, 1.2 项衍生溶液中二氧化硫的含量计算包括以下两个步骤: (1)通过亚硫酸钠的峰面积以及 2.3.1 项中的线性回归方程得到亚硫酸钠的含量; (2)通过亚硫酸钠(相对分子质量: 126)和二氧化硫(相对分子质量: 64)的衍生反应关系得到 1.2 项中衍生溶液中二氧化硫的含量, 结果如式(1):

$$w_1 = \frac{(A - 1.458) \times 64}{0.6946 \times 126} \quad (1)$$

通过 1.2 项衍生溶液中的二氧化硫含量 w_1 、衍生溶液体积 V 和工业硫酸体积可以得到工业硫酸中二氧化硫的含量, 如式(2):

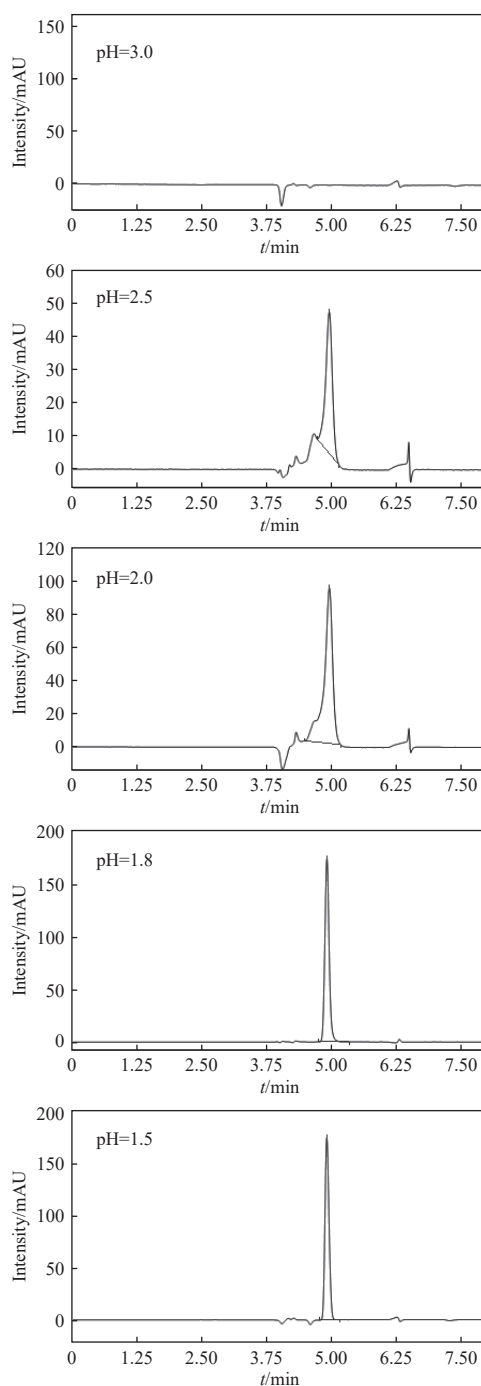


图4 不同 pH 缓冲溶液下亚硫酸钠的色谱图

Fig. 4 Chromatograms of sodium sulfite at different pH of buffer solution

$$w = \frac{(A - 1.458) \times 64 \times V}{0.6946 \times 126 \times 2} \quad (2)$$

其中: w_1 为衍生溶液中的二氧化硫质量浓度, mg/L; w 为工业硫酸中的二氧化硫质量浓度, mg/L; A 为工业硫酸的液相色谱图中亚硫酸钠的峰面积, mAU·min; V 为 1.2 项中试管溶液的体积, mL。

表 3 亚硫酸钠的线性回归方程
Table 3 Linear regression equation of sodium sulfite

化合物	质量浓度/ (mg/L)	峰面积/ (mAU·min)	标准曲线方程	R^2
亚硫酸钠	10.00	7.80	$y=0.694\ 6x+1.458\ 0$	0.999 8
	20.00	15.72		
	40.00	29.99		
	60.00	43.80		
	100.00	69.89		
	200.00	140.56		

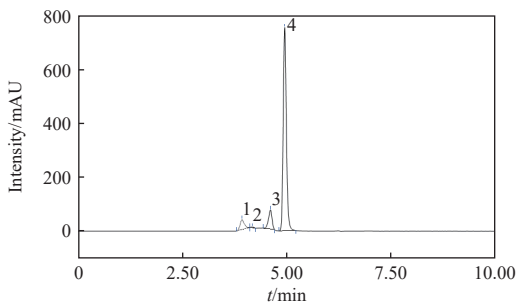


图 5 工业硫酸的色谱图

Fig. 5 Chromatogram of industrial sulfuric acid

由此得到工业硫酸中二氧化硫质量浓度,如表 4 所列.

表 4 工业硫酸中的二氧化硫质量浓度测试结果
Table 4 Test results for sulfur dioxide in industrial sulfuric acid

化合物	峰面积/(mAU·min)	V /mL	质量浓度/(mg/L)
二氧化硫	66.49	29.05	690.77

2.3.3 检出限

方法的检出限通过逐级稀释亚硫酸钠的对照品溶液获得.取 1.3.1 项中的亚硫酸钠对照品溶液 a,以超纯水为溶剂,对其进行逐级稀释.稀释后的对照品溶液按照 1.4 项中提供的方法进行 HPLC 测试,得到不同浓度亚硫酸钠对照品溶液的峰面积.以对照品溶液峰面积为噪音面积的 3 倍时,所对应的二氧化硫的含量为该方法的定性检出限(LOD),以对照品溶液峰面积为噪音面积的 10 倍时,所对应的二氧化硫的含量为该方法的定量检出限(LOQ).体积 V 参见表 4 中的数据,经测定和计算得到,工业硫酸中二氧化硫的 LOD 约为 0.3 mg/L, LOQ 约为 1.0 mg/L.

2.3.4 精密度

方法的精密度通过连续多次对工业硫酸中的二氧化硫分析测试得到.按照上述试验方法,连续 7 次对工业硫酸进行取样,得到二氧化硫的含量,如表 5 所示.由表 5 结果可知,方法的相对标准偏差(RSD)为 0.55%,这说明该方法精密度高,重现性好.

2.3.5 准确度

方法的准确度通过考察加标样品中二氧化硫的回收率进行评价.将 1.3.2 项中不同二氧化硫浓度的供试样品和加标样品按照 1.4 项中的测试方法进行分析测试,得到供试样品和加标样品中二氧化硫的测试结果,如表 6 所示.由表 6 结果可知,不同二氧化硫浓度的加标样品回收率在 90%~110% 之间,说明该方法准确度高,可以满足工业硫酸中二氧化硫的分析测试.

表 5 二氧化硫的精密度测试结果

Table 5 Precision test results of sulfur dioxide

化合物	测试次数	质量浓度/(mg/L)	RSD/%
二氧化硫	1	690.55	0.55
	2	692.01	
	3	688.04	
	4	695.21	
	5	689.53	
	6	686.89	
	7	697.45	

表 6 二氧化硫的回收率测试结果

Table 6 Recovery test results of sulfur dioxide

化合物	测得溶液质量 浓度/(mg/L)	测得溶液 体积/mL	加标质量浓 度/(mg/L)	回收率/%
二氧化硫	12.55	2.50	428.92	104.09
	102.97	2.50	512.25	102.32
	690.92	2.50	1 122.83	107.98

2.3.6 方法对比

考察了国标 GB 11198.12—1989^[4] 中碘量法和本文所建立方法对不同二氧化硫含量的工业硫酸的测试结果,如表 7 所列.碘量法虽然所用试剂较少,设备成本较低,但是难以避免待测溶液中基质的干扰,尤其是样品中还还原性物质的干扰,因此这

表 7 不同二氧化硫含量的样品两种测试方法对比
Table 7 Comparison of two methods with different industrial sulfuric acid samples

样品	测试次数	国标法			本方法		
		二氧化硫质量浓度/(mg/L)	平均值/(mg/L)	RSD/%	二氧化硫质量浓度/(mg/L)	平均值/(mg/L)	RSD/%
工业硫酸1	1	未检出	未检出	未检出	12.85	12.58	1.94
	2	未检出			12.25		
	3	未检出			12.46		
	4	未检出			12.78		
	5	未检出			12.55		
工业硫酸2	1	100.85	103.70	1.89	101.54	102.57	0.86
	2	105.98			102.37		
	3	102.84			102.98		
	4	103.95			103.85		
	5	104.87			102.09		
工业硫酸3	1	800.54	797.58	0.66	804.32	802.88	0.35
	2	803.02			802.89		
	3	799.25			801.67		
	4	795.63			798.98		
	5	789.45			806.54		

极大地限制了其使用范围。另外, 碘量法中滴定终点的判断容易引入人为误差, 因此方法的重现性较差。相较于碘量法, HPLC 虽然试剂和设备成本较高, 但是该方法不受基质的干扰, 检出限更低, 稳定性更好。

3 结论

本研究基于 HPLC 建立了一种测试工业硫酸中二氧化硫的新方法, 前处理过程简单快捷, 方法准确度高, 精密度好, 适用范围广。不仅为工业硫酸中二氧化硫的测试提供了新的方法, 而且还建立了工业硫酸中二氧化硫的前处理方案, 避免了样品(包括工业硫酸在内)中二氧化硫在前处理过程中造成的目标产物损失, 为样品的无损衍生处理和二氧化硫的测试方法开发提供了新的思路。

参考文献:

[1] 满瑞林, 贺凤, 李波, 等. 我国硫酸行业现状及新技术的发展 [J]. 现代化工, 2015, 35(9): 6-9. [MAN Rui-lin, HE Feng, LI Bo, et al. Current status and new technology development of sulfuric acid industry in China[J]. Modern Chemical Industry, 2015, 35(9):

6-9.]
[2] 宋艳. 硫磺制取硫酸联产装置的工艺分析 [J]. 化工设计, 2019, 29(6): 8-10, 17. [SONG Yan. Process analysis of sulfur-to-sulfuric acid co-production unit[J]. Chemical Engineering Design, 2019, 29(6): 8-10, 17.]
[3] 孙东旭, 王华, 钱利军. 节能环保型硫酸生产工艺综述 [J]. 宁波化工, 2017(2): 6-10.
[4] 工业硫酸 二氧化硫含量的测定 碘量法: GB 11198.12—1989[S]. 北京: 中国标准出版社, 1989. [Sulphuric acid for industrial use-determination sulphur dioxide content-Iodometric method: GB 11198.12—1989 [S]. Beijing: Standards Press of China, 1989.]
[5] 钱鑫, 李占明, 宋嘉慧, 等. 气相色谱-离子迁移谱法检测农产食品中挥发性有机化合物的研究进展 [J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(18): 7184-7190. [QIAN Xin, LI Zhanming, SONG Jiahui, et al. Research progress on the determination of volatile organic compounds of agro-food by gas chromatography-ion mobility spectrometry[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(18): 7184-7190.]
[6] 马宇春. 离子色谱法检测干笋中的二氧化硫 [J]. 食品研究与开发, 2017, 38(15): 181-184. [MA Yuchun.

- Determination of sulfur dioxide in dried bamboo shoots by ion chromatography[J]. Food Research and Development, 2017, 38(15): 181-184.]
- [7] Carrascon V, Ontañón I, Bueno M, et al. Gas chromatography-mass spectrometry strategies for the accurate and sensitive speciation of sulfur dioxide in wine[J]. *Journal of Chromatography A*, 2017, 1504: 27-34.
- [8] 王丽颖, 唐磊, 赵学尧, 等. 中医药标准化研究的现状分析 [J]. 中华中医药杂志, 2019, 34(6): 2650-2652. [WANG Liying, TANG Lei, ZHAO Xueyao, et al. Situation analysis on traditional Chinese medicine standardization research[J]. China Journal of Traditional Chinese Medicine and Pharmacy, 2019, 34(6): 2650-2652.]
- [9] 王英. 液相色谱在食品检验检测中的应用探讨 [J]. 中国食品, 2021(17): 128-129. [WANG Ying. Discussion on the application of liquid chromatography in food inspection[J]. *China Food*, 2021(17): 128-129.]
- [10] 刘素如. 高效液相色谱法在药品检验中的应用 [J]. 中国现代药物应用, 2023, 17(8): 173-175. [LIU Suru. Application of high performance liquid chromatography in drug testing[J]. Chinese Journal of Modern Drug Application, 2023, 17(8): 173-175.]
- [11] 吴金盈. 高效液相色谱法在食品药品检测中的应用思考 [J]. 现代食品, 2023, 29(8): 101-103. [WU Jinying. Application of high performance liquid chromatography in food and drug detection[J]. Modern Food, 2023, 29(8): 101-103.]
- [12] 宋卿, 杨婷. 高效液相色谱法测定滇山茶油中 16 种多环芳烃 [J]. 当代化工, 2022, 51(2): 501-504. [SONG Qing, YANG Ting. Determination of 16 kinds of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in camellia oil from Yunnan by high performance liquid chromatography[J]. Contemporary Chemical Industry, 2022, 51(2): 501-504.]
- [13] 王转, 尹东东, 王杏林, 等. 高效液相色谱法在手性药物分析中的研究进展 [J]. 药物分析杂志, 2015, 35(7): 1127-1133. [WANG Zhuan, YIN Dongdong, WANG Xinglin, et al. Research progress on high performance liquid chromatography in chiral drugs analysis[J]. Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis, 2015, 35(7): 1127-1133.]
- [14] 熊亚群, 刘雁鸣. 高效液相色谱技术在药用辅料检测中的应用新进展 [J]. 中南药学, 2015, 13(1): 61-64. [XIONG Yaquin, LIU Yanming. New application of HPLC in detecting pharmaceutical supplementary materials[J]. *Central South Pharmacy*, 2015, 13(1): 61-64.]
- [15] 严佳, 宋洪涛, 周欣. 用 HPLC 法同时测定自制复方特比萘酚软膏中 3 个主药成分的含量 [J]. 药学实践杂志. 2021, 39(3): 267-279. [YAN Jia, SONG Hongtao, ZHOU Xin. Simultaneous determination of three components in pharmacy compounded terbinafine ointment by HPLC method[J]. Journal of Pharmaceutical Practice & Service, 2021, 39(3): 267-279.]
- [16] Guo Y. Separation of nucleobases, nucleosides, nucleotides and oligonucleotides by hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC): a state-of-the-art review[J]. *Journal of Chromatography A*, 2024, 1738: 465467.
- [17] 熊小婷, 饶璞, 陈意光, 等. 密胺制品水解产物的液相色谱-质谱分析及迁移研究 [J]. 质谱学报, 2023, 44(6): 820-831. [XIONG Xiaoting, RAO Pu, CHEN Yiguang, et al. Analysis and migration of hydrolyzate of melamine-formaldehyde products by liquid chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chinese Mass Spectrometry Society, 2023, 44(6): 820-831.]
- [18] 陈慕媛, 冯思琪, 丘振文, 等. 一测多评法测定美洲大蠊药材 5 种核苷类成分 [J]. 中药新药与临床药理, 2024, 35(7): 1055-1060. [CHEN Muyuan, FENG Siqi, QIU Zhenwen, et al. Simultaneous determination of five nucleoside components in periplaneta Americana by quantitative analysis of multi-components by single marker method[J]. Traditional Chinese Drug Research and Clinical Pharmacology, 2024, 35(7): 1055-1060.]