ICS 67.050
X 00

T/AHFIA

安 徽 省 食 品 行 业 协 会 团 体 标 准

T/AHFIA XXX—XXXX

浓香型白酒窖泥有效钾的测定 离子色谱法

Determination of available potassium in cellar mud of nongxiangxing baijiu by ion chromatography

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

安徽省食品行业协会　　发 布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。
本标准由安徽古井贡酒股份有限公司提出。
本标准由安徽省食品行业协会归口。
本标准附录A为资料性附录。
本标准起草单位：XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX。
本标准主要起草人：XXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXXX。

浓香型白酒窖泥中有效钾的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了浓香型白酒窖泥中有效钾的离子色谱测定方法。

本标准适用于浓香型白酒窖泥中有效钾的测定。

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。

3 原理

用纯水提取样品中的钾离子，采用离子交换色谱-电导检测器测定，外标法定量。

4 试剂与材料

以下所用试剂，除特别注明外，均为分析纯试剂，水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 甲基磺酸：色谱级。

4.1.2 钾离子标准储备液：1000 mg/L。

4.1.3 20 mmol/L 甲基磺酸溶液：准确量取 2.60 ml 甲基磺酸置于 2 L 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。

4.1.4 10 mg/L 钾离子标准使用液：准确量取 500 μL 钾离子标储备液置于 50 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，摇匀。

5 仪器与设备

5.1 离子色谱仪 ICS5000^{+}：配电导检测器；

5.2 分析天平：感量 0.1 mg。

5.3 超声波清洗仪

5.4 离心机

5.5 移液枪

6 分析步骤

6.1 试样制备

准确称取风干试样（过40目筛）2.0 g（精确至0.0001g）于 50 mL离心管中，向其中加入50 mL水，摇匀、超声提取5 min、离心得到待测样品。

6.2 测定

6.2.1 仪器条件

6.2.1.1 色谱柱：IonPacTM CS12A RFICTM 分离柱(4×250mm)。
6.2.1.2 流动相：20 mmol/L 甲基磺酸溶液。
6.2.1.3 流速：1.0 mL/min。
6.2.1.4 柱温：30 ℃。
6.2.1.5 洗脱方式：等度洗脱。
6.2.1.6 进样量：25μL。

6.2.2 标准曲线的制作

配制系列浓度梯度的钾离子标准溶液:准确吸取10 mg/L钾离子标准使用液 0、0.250、0.500、1.000、2.500、5.000 mL，分别置于5 mL 容量瓶中，用水定容至刻度并摇匀。该钾离子标准系列溶液的浓度分别为0、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg/L，该溶液用时现配现用。以峰面积为横坐标，对应浓度为纵坐标建立标准曲线。标准色谱图参见附录A。

6.2.3 试样溶液的测定

将待测样品根据情况，适当稀释后上机检测，即得待测液中钾离子的浓度。

7 结果计算

试样中有效钾的含量A以一百毫克每千克（100 mg/kg）表示，按式（1）计算：

$$A = \frac{C \times V \times 0.001}{m} \times n \times 100 \qquad (1)$$

式中：

C——待测液中钾离子的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V——待测液体积，单位为毫升（mL）；

m——试样的质量，单位为克（g）；

n——处理后溶液稀释的倍数；

每个试样取两份进行平行测定，以两次平行测定的算数平均值为测定结果，结果保留小数点后两位数字。

8 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，不应超过算术平均值的10%。

附　录　A
（资料性附录）
钟离子标准色谱图

A.1 钟离子标准色谱图见图 A.1。

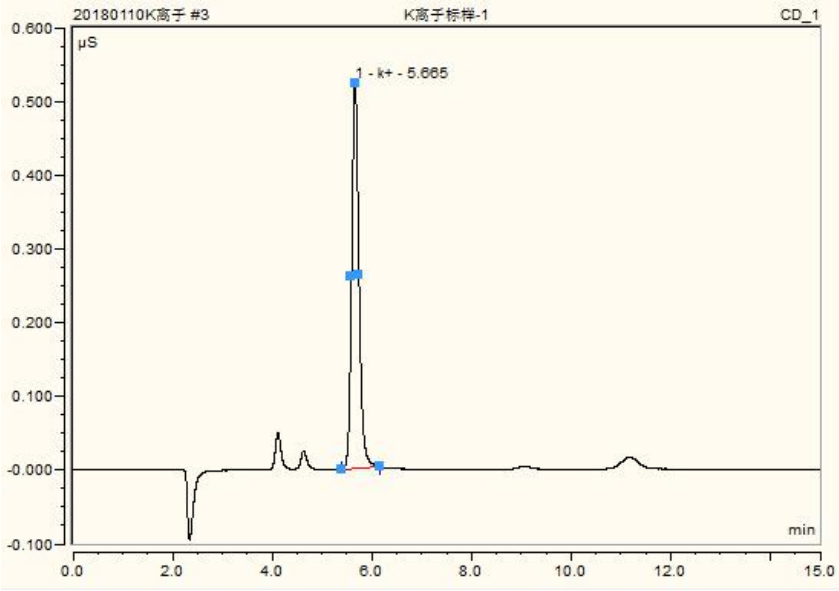

图 A.1　钟离子标准色谱图