

# T/AHFIA

安徽省食品行业协会团体标准

T/AHFIA 042—2019

---

## 浓香型白酒窖泥水溶性钾的测定 离子色谱法

Determination of water-soluble potassium in cellar mud of nongxiangxing baijiu by ion chromatography

2019 - 12 - 30 发布

2020 - 01 - 30 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。

本标准由安徽省食品行业协会提出并归口。

本标准附录A为资料性附录。

本标准起草单位：安徽古井贡酒股份有限公司、安徽国科检测科技有限公司、安徽瑞思威尔科技有限公司、安徽润安信科检测科技有限公司。

本标准主要起草人：胡心行、沈小梅、刘国英、王录、袁志强、王银辉、杨恩贺、朱梦旭、汪菲。



# 浓香型白酒窖泥中水溶性钾的测定 离子色谱法

## 1 范围

本标准规定了浓香型白酒窖泥中水溶性钾的离子色谱测定方法。  
本标准适用于浓香型白酒窖泥中水溶性钾的测定。

## 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

试样经超声波仪超声提取后，经过阳离子色谱柱分离，采用离子色谱-电导捕获检测器测定以保留时间定性，外标法定量。

## 4 试剂与材料

本标准中所用的水，在未注明其他要求时，均指符合GB/T 6682 要求的一级水，所述溶液，在未特别注明，均指水溶液。

### 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。

### 4.2 试剂配制

4.2.1 甲基磺酸溶液（20 mmol/L）：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。

4.2.2 钾离子标准使用液（10 mg/L）：准确量取 500  $\mu$ L 钾离子标准储备液置于 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<sup>+</sup>：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

准确称取恒重窖泥样（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、室温下超声提取5 min、离心取上层澄清浸提液，待测。

### 6.2 测定

#### 6.2.1 仪器参考条件

6.2.1.1 色谱柱：阳离子交换柱，如 CS 12 A 或 其它性能相当色谱柱。

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：25 μL。

#### 6.2.2 标准曲线的制作

配制系列浓度的钾离子标准溶液：先取 5 个 5 mL 容量瓶，选用适当量程的移液器分别吸取 10 mg/L 钾离子标准使用液 0.000 mL、0.250 mL、0.500 mL、1.000 mL、2.500 mL，分别放入 5 只容量瓶中，用水定容至刻度，再加上钾离子使用液，摇匀得 0、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L 的钾离子标准系列溶液，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

试样中水溶性钾的含量 A 以一百毫克每千克（100 mg/kg）表示，按式（1）计算：

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

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%。

## 9 检出限和定量限

浓香型白酒窖泥中水溶性钾的检出限为 0.03 mg/100 g，定量限为 0.08 mg/100 g。



附录 A  
(资料性附录)  
钾离子标准色谱图

钾离子标准色谱图见图 A.1。

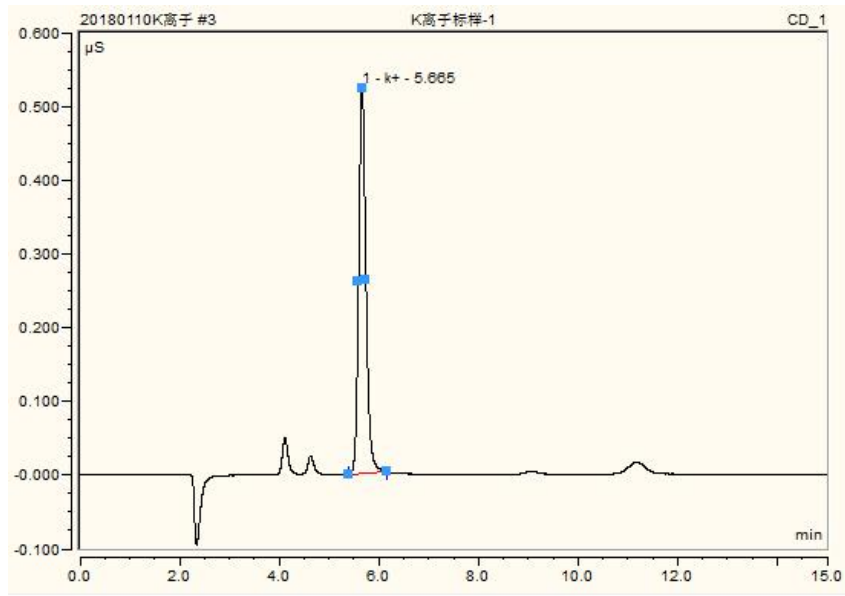


图 A.1 钾离子标准色谱图（浓度 0.50 mg/L）