

T/AHFIA

安徽省食品行业协会团体标准

T/AHFIA XXX-2021

窖泥中钙、镁离子的测定 离子色谱法

Determination of calcium and magnesium ions in pit mud by ion chromatography

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

安徽省食品行业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

本文件由安徽古井贡酒股份有限公司提出。

本文件由安徽省食品行业协会归口。

文件附录A为资料性附录。

本文件起草单位：安徽古井贡酒股份有限公司、安徽瑞思威尔科技有限公司、安瑞安信科检测科技有限公司、安徽明光酒业股份有限公司等。

窖泥中钙、镁离子的测定 离子色谱法

1 范围

本文件规定了窖泥中钙、镁离子测定的方法原理、试剂与材料、仪器与设备、分析步骤、结果计算和精密度。

本文件适用于窖泥中钙、镁离子的测定。

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 方法原理

样品中待测组分随甲基磺酸淋洗液进入离子交换柱系统（由保护柱和分离柱组成）根据分离柱对各组分的不同的亲和度进行分离，已分离的钙、镁离子流经抑制器系统转换成高电导的强酸，由电导检测器测量其电导率，以相对保留时间、峰面积定性和定量。

4 试剂与材料

本方法中所用的水，在未注明其他要求时，均指为超纯水电阻率 $\geq 18.2\text{M}\Omega$ ，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：色谱纯。

4.1.2 钙离子标准储备液：1000mg/L。

4.1.3 镁离子标准储备液：1000mg/L。

4.2 试剂配制

4.2.1 甲基磺酸溶液（20mmol/L）：准确量取 2.60 mL 甲基磺酸，加入 2L 容量瓶中，加水定容至刻度、摇匀。

4.2.2 钙离子标准液：准确量取 10 mL 钙离子标准溶液于 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度、摇匀。此溶液液为 100mg/L 钙离子标准液。

4.2.3 镁离子标准液：准确量取 10 mL 镁离子标准溶液于 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度、摇匀。此溶液为 100mg/L 镁离子标准液。

5 仪器与设备

5.1 离子色谱仪：配 ICS- 5000+ -DC 电导检测器；

5.2 分析天平：感量 0.1 mg。

5.3 离心机

5.4 超声仪

5.5 移液枪

6 分析步骤

6.1 试样制备

称取 1.0 g（精确至 0.0001g）风干窖泥样（过 40 目筛）于 50 mL 离心管中，向其加入 20 mL 去离子水，常温超声 15min，10000 rpm 离心 5 min，取上清液，用 0.22 μm 水相滤膜过滤，稀释 10 倍得待测液。

6.2 测定

6.2.1 仪器条件

6.2.1.1 流动相：20mmol/L 甲基磺酸水溶液。

6.2.1.2 离子色谱柱：IonPac™ CS12A RFIC™ 分离柱（4×250mm）。

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

6.2.2.1 钙离子标准曲线

配制系列浓度梯度的钙标准溶液：先取 6 支 100 mL 容量瓶，分别吸取 100 mg/L 钙离子标准液 1.000、2.000、4.000、8.000、10.000、20.000 mL，分别放入 6 只容量瓶中，用超纯水定容至刻度，摇匀得 1.0、2.0、4.0、8.0、10.0、20.0 mg/L 的钙离子标准系列溶液，该溶液现配现用。以峰面积为横坐标，对应浓度为纵坐标建立标准曲线，参见附录 A.1。标准色谱图参见附录 A.3。

6.2.2.2 镁离子标准曲线

配制系列浓度梯度的镁标准溶液：先取 6 支 100 mL 容量瓶，分别吸取 100 mg/L 镁离子标准液 0.200、0.400、0.800、1.600、2.000、4.000 mL，分别放入 6 只容量瓶中，用超纯水定容至刻度，摇匀得 0.2、0.4、0.8、1.6、2.0、4.0 mg/L 的镁离子标准系列溶液，该溶液现配现用。以峰面积为横坐标，对应浓度为纵坐标建立标准曲线，参见附录 A.2。标准色谱图参见附录 A.3。

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，即得待测液中钙、镁离子含量。

7 结果计算

单位为mg/kg，按公式（1）计算：

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

式中：

C——待测液中钙/镁离子的浓度mg/L；

m——窖泥样品质量，单位为克（g）；

V——待测液体积，单位为毫升（mL）；

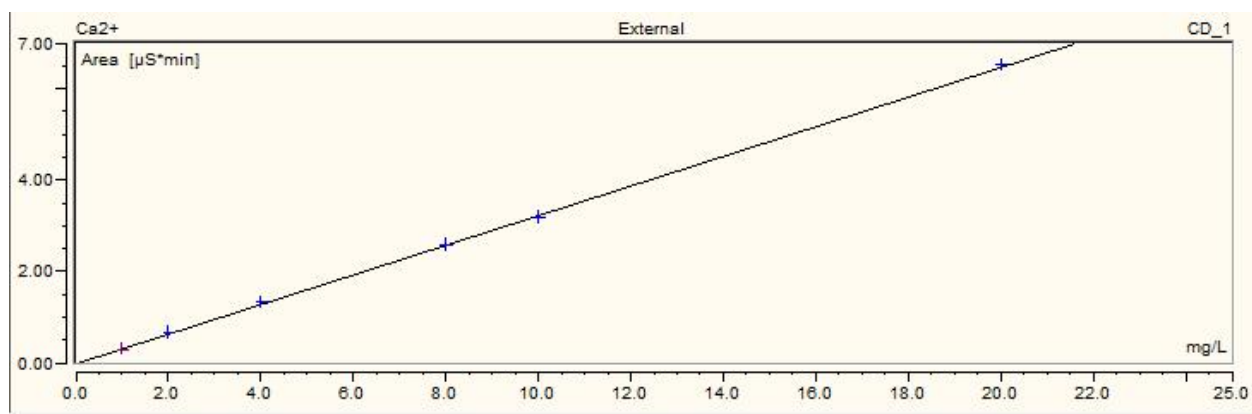
n——处理后溶液稀释的倍数；每个试样取两份进行平行测定，以两次平行测定的算数平均值为测定结果，结果应表示至小数点后2位数字。

8 精密度

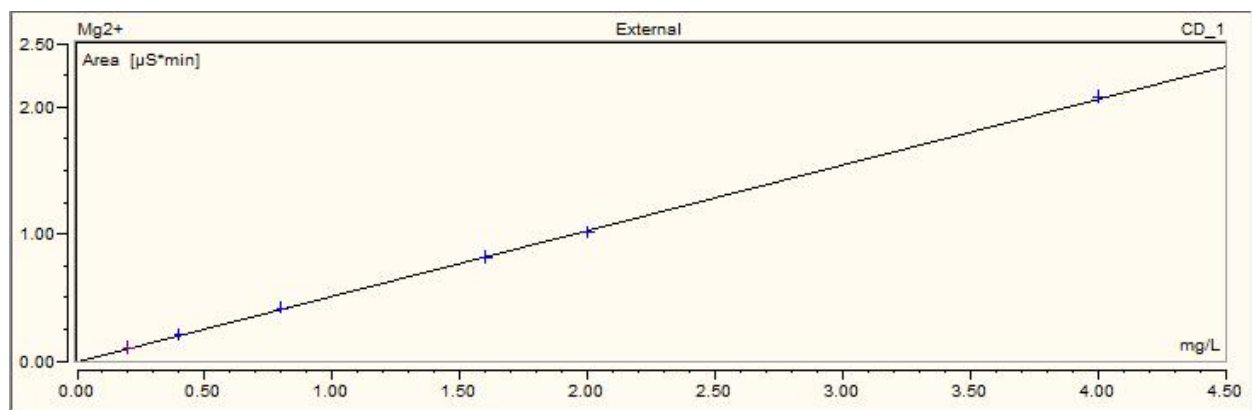
精密度在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不应超过算数平均值的10 %。

附录 A

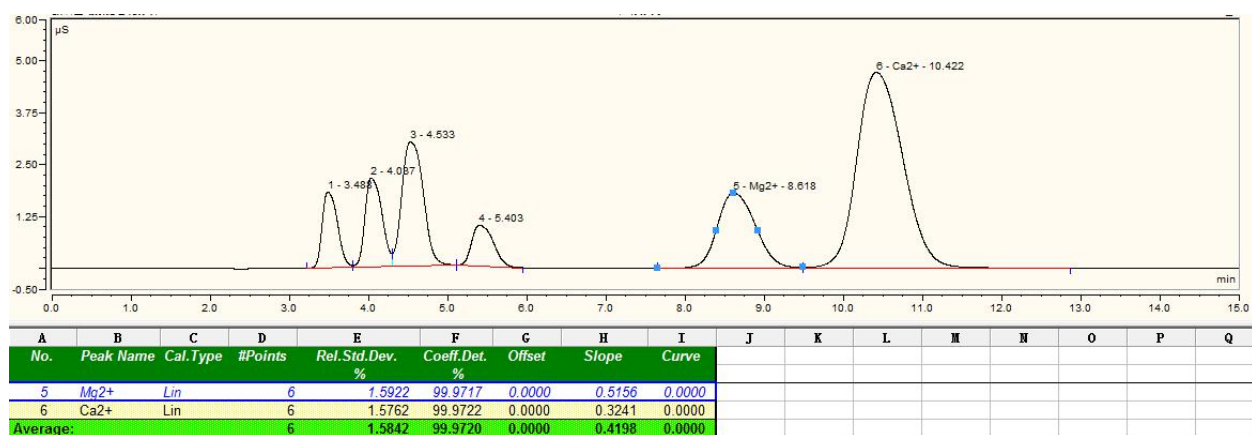
(资料性附录)



图A.1 钙离子标准曲线



图A.2 镁离子标准曲线



图A.3 钙、镁离子标准色谱图