ICS 67.040
C 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 23545—2009

白酒中锰的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

**Determination of manganese in white wine—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry**

2009-04-14 发布　　2009-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

食品伙伴网http://www.foodmate.net

前　言

本标准由全国食品工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局、中华人民共和国吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：程大明、张洪祥、韩广源、吴渺渺、程阳、康庆贺、马微、陈明岩。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

引　言

锰是人体正常代谢必需的微量元素，但过量的锰进入机体可引起中毒。白酒中的锰的主要来源是用高锰酸钾处理酒而带入的。锰酸根离子在碱性或中性溶液中，锰的原子价由7价降于4价，反应生成二氧化锰。在锰的化合物中，锰的原子价愈低，毒性愈大。在卫生标准中要求酒中锰含量不得超过2 μg/mL(以Mn计)。本标准提出用ICP-AES法测定白酒中的锰，该法灵敏度高，回收率高，操作简单，易推广使用。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

白酒中锰的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了白酒中锰的电感耦合等离子体原子发射光谱法测定方法。

本标准适用于各种白酒中锰的测定。

本标准检出限：0.002 μg/mL。

本标准检出范围：0.002 μg/mL～10 μg/mL。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002，ISO 6353-1：1982，NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603--2002，ISO 6353-1：1982，NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008，ISO 3696：1987，MOD)

3 原理

白酒试样经湿法消解后，稀释定容至一定体积，将白酒试样溶液导入 ICP-AES 等离子焰中，测定锰的发射光谱强度，从校准曲线上确定其含量。

4 试剂

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.1 硝酸。

4.2 高氯酸。

4.3 混合酸消化液：硝酸＋高氯酸＝5＋1。

4.4 硝酸(5%)：取 5 份硝酸与 95 份水混合。

4.5 锰标准储备液(1 000 μg/mL)：锰的标准溶液按 GB/T 602 方法配制，或直接使用国家认可的标准物质。

4.6 锰标准使用液(100 μg/mL)：吸取 10.0 mL 锰标准储备液置于 100 mL 容量瓶中，以硝酸(5%水溶液)(4.4)定容至刻度。

5 仪器

5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5.2 水浴锅。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

5.3 可调式电热板(可调式电炉)。

5.4 实验室常用设备。

6 分析步骤

6.1 试样预处理

6.1.1 湿式消解法:取 100 mL 白酒样品于 250 mL 三角瓶内。在水浴上蒸发至近干,加入 20 mL 硝酸高氯酸混合酸(4.3)在电热板上消化,当棕色气体消失并冒浓白烟时,取下冷却,补加 2 mL 硝酸继续消化,再冒白烟为止。这时溶液变清。用水定容至 25 mL,摇匀,待测,同时做试剂空白。

6.1.2 微波消解法:取 10 mL 白酒样品于消化罐中,在水浴中蒸至近干,加入 5 mL 硝酸于消化罐中,按各自微波设定最佳消解条件,在微波中进行消化,消化完毕后在电热板上赶酸,待干涸时取下,用水定容至 10 mL,待测,同时做试剂空白。

6.2 测定

6.2.1 标准曲线绘制

吸取 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 mL 锰标准使用液(4.6)分别置于 100 mL 容量瓶中,以硝酸溶液(4.4)定容,此标准溶液每毫升含 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 μg 铅。

将以上已配好的各容量瓶中锰标准溶液分别导入调至最佳条件的电感耦合等离子体发射光谱仪中,以锰含量对应吸光值绘制标准曲线。

6.2.2 试样测定

将处理后的样液、试剂空白液导入电感耦合等离子体发射光谱仪中进行测定,试样吸光值与曲线比较求出含量。

7 计算

试样中锰的含量按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

X——试样中锰含量,单位为毫克每升(mg/L);

c_1——测定样液中锰含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

c_0——空白液中锰含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

V_2——试样消化液定量总体积,单位为毫升(mL);

V_1——试样体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

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得超过算术平均值的 10%

食品伙伴网http://www.foodmate.net