

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4675.19—2016

出口葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、 铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定

Determination of sodium, manganese, potassium, calcium, chromium, magnesium, iron, copper, zinc, arsenic, selenium, silver, cadmium and lead in wine for export

2016-12-12 发布

2017-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

SN/T 4675《出口葡萄酒质量安全分析方法》共分为 30 个部分：

- SN/T 4675.1 出口葡萄酒中甘油的测定 酶法；
- SN/T 4675.2 出口葡萄酒中 2,3-丁二醇的测定 气相色谱法；
- SN/T 4675.3 出口葡萄酒中乙醇碳同位素比值的测定；
- SN/T 4675.4 出口葡萄酒中乳酸的测定 酶法；
- SN/T 4675.5 出口葡萄酒中有机酸的测定 离子色谱法；
- SN/T 4675.6 出口葡萄酒中葡萄糖、果糖和蔗糖的测定；
- SN/T 4675.7 出口葡萄酒中乙醛的测定 气相色谱-质谱法；
- SN/T 4675.8 出口葡萄酒中 5-羟甲基糠醛的测定 液相色谱法；
- SN/T 4675.9 出口葡萄酒中二甘醇的测定 气相色谱-质谱法；
- SN/T 4675.10 出口葡萄酒中赭曲霉毒素 A 的测定 液相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.11 出口葡萄酒中 7 种花色苷的测定 超高效液相色谱法；
- SN/T 4675.12 出口葡萄酒中溶菌酶的测定 液相色谱法；
- SN/T 4675.13 出口葡萄酒中 2,4,6-三氯甲苯醚残留量的测定 气相色谱-质谱法；
- SN/T 4675.14 出口葡萄酒中纳他霉素的测定 液相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.15 出口葡萄酒中水杨酸、脱氢乙酸和对氯苯甲酸的测定 液相色谱法；
- SN/T 4675.16 出口葡萄酒中富马酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.17 出口葡萄酒中丁基锡含量的测定 气相色谱-质谱/质谱法；
- SN/T 4675.18 出口葡萄酒中二硫代氨基甲酸酯残留量的测定 顶空气相色谱法；
- SN/T 4675.19 出口葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定；
- SN/T 4675.20 出口葡萄酒中稀土元素的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- SN/T 4675.21 出口葡萄酒中可溶性无机盐的测定 离子色谱法；
- SN/T 4675.22 出口葡萄酒中总二氧化硫的测定 比色法；
- SN/T 4675.23 出口葡萄酒及葡萄汁中氨氮的测定 连续流动分析仪法；
- SN/T 4675.24 出口葡萄酒福-林肖卡指数的测定 分光光度计法；
- SN/T 4675.25 出口葡萄酒颜色的测定 CIE 1976(L* a* b*) 色空间法；
- SN/T 4675.26 出口葡萄酒浊度的测定 散射光法；
- SN/T 4675.27 出口葡萄酒碱性灰分的测定；
- SN/T 4675.28 出口葡萄酒细菌、霉菌及酵母的计数；
- SN/T 4675.29 出口葡萄酒中酒香酵母检验 实时荧光 PCR 法；
- SN/T 4675.30 出口葡萄酒中拜氏接合酵母检验 实时荧光 PCR 法。

本部分为 SN/T 4675 的第 19 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分制定过程中，方法一参考了国际葡萄与葡萄酒组织(OIV)的方法 OIV-MA-AS323-07《ICP-MS 法进行多元素分析》增大取样量降低稀释倍数，增加内标种类；方法二参考了 OIV-MA-AS322-13《ICP-AES 法测定葡萄酒中的金属元素》删除镉、铝、钡三种元素，增加镉、铬、铅、砷、银五种元素的测定，样品处理改为消解法，删除内标。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位:中华人民共和国黄埔出入境检验检疫局、中国检验认证集团广东有限公司黄埔分公司、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国广州出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:田玲、沈晋超、朱克卫、李颀、武玉艳、杨振宇、陈琼华、倪昕路、谈颖德、郑思珩、苏彩珠、余裕娟、蒋湘、李志勇、刘青。

出口葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定

1 范围

SN/T 4675 的本部分规定葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定方法。本部分适用于出口葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定。

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

第一法 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法

3 方法提要

试样经硝酸消解定容到一定体积后注入电感耦合等离子体质谱仪进行测定。被分析试样以水溶液的气溶胶形式引入氦气流中,经过去溶剂化、气化解离和电离,部分离子进入真空系统,在此正离子按照其质荷比被分离,检测器将被分离出的离子转化为电子脉冲。电子脉冲大小与被分离离子浓度有关,通过与已知标准系列或参考物质比较,从而对测试样中元素进行定量。

4 试剂和材料

4.1 水:符合 GB/T 6682。

4.2 硝酸(65%,质量浓度):优级纯。

4.3 硝酸(65%,质量浓度):分析纯。

4.4 硝酸(2+98,体积比):取 20 mL 硝酸(4.3)缓慢加入到 980 mL 超纯水中。

4.5 硝酸(30+70,体积比):取 300 mL 硝酸(4.2)缓慢加入到 700 mL 超纯水中。

4.6 内标储备(^{45}Sc , ^{72}Ge , ^{115}In , ^{209}Bi):采用有标准物质证书的单元素标准溶液或多元素混合标准溶液,Sc,Ge,In,Bi 浓度 100 mg/L。

4.7 内标溶液(^{45}Sc , ^{72}Ge , ^{115}In , ^{209}Bi)1 mg/L:取 Sc,Ge,In,Bi 标准储备液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸(4.4)稀释至刻度线,摇匀备用,此溶液浓度为 1 mg/L。

4.8 各元素标准储备液:钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅使用有标准物质证书的单元素标准溶液或多元素混合标准溶液。

4.9 高纯氦气或者液氦:纯度大于 99.999%。

4.10 高纯氮气:纯度大于 99.999%。

5 仪器和设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪,带有碰撞池/反应池。
- 5.2 微波消解装置。
- 5.3 可控温式干燥箱。
- 5.4 聚四氟乙烯密封消解罐。
- 5.5 高压消解罐。
- 5.6 石墨消解仪。
- 5.7 亚沸酸纯化及酸蒸清洗系统。
- 5.8 超纯水净化装置。
- 5.9 可调式电热板。
- 5.10 标称容量为 0.1 mL,0.2 mL,1 mL 的分度吸量管。
- 5.11 标称容量为 5 mL 的单标移液管。

6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 总则

起泡葡萄酒需先去除气体(起泡酒需预先脱气,将 100 mL 试样在室温下使用水平振荡器或超声波水浴脱气,直至无气泡逸出。),取样过程避免污染。

6.1.2 微波消解

准确量取 5.0 mL 试样于聚四氟乙烯消解罐中,置于温度 100 °C~120 °C 的石墨消解仪中浓缩至约 1 mL,再加入 5 mL 硝酸(4.2),密封,放入微波消解装置中(5.2),设定微波消解程序 (参见附录 A)开始消解。消解结束后,冷却,取出聚四氟乙烯密封罐,开盖后置于温度 150 °C 左右的石墨消解仪中赶酸,待样液剩余 1 mL 左右,冷却,转移至 25 mL 容量瓶中,用水少量多次洗涤消解罐,洗涤液合并到容量瓶中,定容至刻度线,摇匀,待测。

6.1.3 湿法消解

准确量取 5.0 mL 试样于消解管中,置于温度 100 °C~120 °C 的石墨消解仪中浓缩至约 1 mL,加入 3 mL 硝酸(4.2),盖上盖子进行消解,过程中若消解不完全可以补加适量酸,待消解完全,冷却,转移到 25 mL 容量瓶中,用水少量多次洗涤消解管,洗涤液合并到容量瓶中,定容至刻度线,摇匀,待测。

6.1.4 高压消解罐消解法

准确量取 5.0 mL 试样于高压消解罐中,置于温度 100 °C~120 °C 的电热板上浓缩至约 1 mL,加入 5 mL 硝酸(4.2);盖紧内盖,放入不锈钢外套中,旋紧外盖,放入 140 °C~150 °C 的可控温干燥箱中,消解 1 h~2 h,冷却,取出,置于可调式电热板上,赶酸,当 1 mL 左右时,冷却转移到 25 mL 容量瓶中,用水少量多次洗涤消解内罐,洗涤液合并到容量瓶中,定容至刻度线,摇匀,待测。

6.2 空白试验

除不加入试样外,其他均按 6.1 操作。

接触试样的所有器皿应用硝酸(4.5)浸泡过夜,然后用自来水冲洗数次后用 4.1 中水冲洗 2 次~3 次。

6.3 标准溶液工作曲线

用硝酸(4.4)逐级稀释各元素标准储备液(4.8),各元素最终浓度如表 1 所示。

表 1 工作曲线中各元素浓度

元素	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
Cr	0.0 μg/L	2.0 μg/L	5.0 μg/L	10.0 μg/L	15.0 μg/L	20.0 μg/L
As	0.0 μg/L	2.0 μg/L	5.0 μg/L	10.0 μg/L	15.0 μg/L	20.0 μg/L
Se	0.0 μg/L	2.0 μg/L	5.0 μg/L	10.0 μg/L	15.0 μg/L	20.0 μg/L
Ag	0.0 μg/L	2.0 μg/L	5.0 μg/L	10.0 μg/L	15.0 μg/L	20.0 μg/L
Cd	0.0 μg/L	2.0 μg/L	5.0 μg/L	10.0 μg/L	15.0 μg/L	20.0 μg/L
Pb	0.0 μg/L	2.0 μg/L	5.0 μg/L	10.0 μg/L	15.0 μg/L	20.0 μg/L
元素	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6
Mn	0.0 mg/L	0.05 mg/L	0.1 mg/L	0.2 mg/L	0.5 mg/L	1.0 mg/L
Fe	0.0 mg/L	0.05 mg/L	0.1 mg/L	0.2 mg/L	0.5 mg/L	1.0 mg/L
Cu	0.0 mg/L	0.05 mg/L	0.1 mg/L	0.2 mg/L	0.5 mg/L	1.0 mg/L
Zn	0.0 mg/L	0.05 mg/L	0.1 mg/L	0.2 mg/L	0.5 mg/L	1.0 mg/L
Na	0.0 mg/L	2.0 mg/L	4.0 mg/L	6.0 mg/L	8.0 mg/L	10.0 mg/L
Mg	0.0 mg/L	2.0 mg/L	4.0 mg/L	6.0 mg/L	8.0 mg/L	10.0 mg/L
K	0.0 mg/L	2.0 mg/L	4.0 mg/L	6.0 mg/L	8.0 mg/L	10.0 mg/L
Ca	0.0 mg/L	2.0 mg/L	4.0 mg/L	6.0 mg/L	8.0 mg/L	10.0 mg/L
注:可根据待测元素在试样中的实际含量及仪器性能适当调整曲线线性范围,建议现配现用。						

6.4 测定

6.4.1 标准曲线的绘制

根据所用仪器,调整仪器条件,选择最佳工作参数(参见附录 B),采用内标法依次测定工作曲线各浓度点,在线绘制标准工作曲线。内标可采用在线加入也可采用手动加入,可根据响应值适当调整内标液的浓度。

6.4.2 样液测定

按照 6.4.1 工作条件和测定方法,依次对空白溶液、消解定容后样品溶液进行测定。若消解定容后样品溶液浓度超出曲线线性范围,应将试样适当稀释后再进行测定。

7 结果计算和表述

扣除空白,输入取样量和最终体积等在线计算试样中元素的含量或者通过式(1)计算试样中元素的含量:

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V_i}{V_0} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中待测元素的含量，单位与工作曲线相同，微克每升($\mu\text{g/L}$)或毫克每升(mg/L)；

c_i ——消解定容后样品溶液中待测元素的含量，单位与工作曲线相同，微克每升($\mu\text{g/L}$)或毫克每升(mg/L)；

c_0 ——消解定容后空白溶液中待测元素的含量，单位与工作曲线相同，微克每升($\mu\text{g/L}$)或毫克每升(mg/L)；

V_i ——消解后定容体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——取样量，单位为毫升(mL)；

f ——试样的稀释倍数，当不需要稀释时， $f=1$ 。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

8 定量限、精密度和回收率

8.1 定量限于

本方法各元素的定量限(LOQ)见表 2。

表 2 各元素定量限(LOQ) 单位为微克每升

元素	定量限	元素	定量限	元素	定量限
Cr	0.75	Pb	0.75	Fe	60
As	0.75	Mn	1.25	Na	100
Se	1.00	Cu	1.50	K	300
Ag	0.50	Mg	10	Ca	500
Cd	0.75	Zn	10	—	—

8.2 精密度

分析结果的允许差如表 3 所示。

表 3 分析结果允许差

待测元素含量/(mg/L)	允许相对偏差/%
≤ 0.100	≤ 20
$0.100 \sim 10.0$	≤ 10
≥ 10.0	≤ 5

8.3 回收率

各元素标准添加浓度和回收率范围参见附表 C。

第二法 电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法

9 方法提要

试样经硝酸消解定容到一定体积后注入电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定。利用氩等离子体

产生的高温使被分析试样完全分解形成激发态的原子和离子,由于激发态的原子和离子不稳定,外层电子会从激发态向低的能级跃迁,因此发射出特征谱线。利用电感耦合等离子体发射光谱仪测定特定波长的强度,通过与已知标准系列或参考物质比较,从而对测试样中元素进行定量。

10 试剂和材料

10.1 试剂

- 10.1.1 水:符合 GB/T 6682 要求。
- 10.1.2 硝酸,优级纯或经过纯化。
- 10.1.3 硝酸(2%,体积比):取 2 mL 硝酸(10.1.2)加入到 98 mL 水(10.1.1)中。

10.2 标准物质与标准溶液

- 10.2.1 铜、铁、锰、锌、钠、钾、镁、钙标准储备液:使用有标准物质证书的单元素标准溶液或多元素混合标准溶液。
- 10.2.2 标准工作液的配制:用硝酸(10.1.3)逐级稀释各元素标准储备液(10.2.1),各元素最终浓度如表 4 所示。

表 4 各元素工作曲线

元素	浓度 1 mg/L	浓度 2 mg/L	浓度 3 mg/L	浓度 4 mg/L	浓度 5 mg/L	浓度 6 mg/L
Mn	0.0	0.025	0.05	0.125	0.5	1.0
Fe	0.0	0.2	0.4	1.0	4.0	8.0
Cu	0.0	0.05	0.1	0.25	1.0	2.0
Zn	0.0	0.05	0.1	0.25	1.0	2.0
Na	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
Mg	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
K	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5
Ca	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5

注:可根据待测元素在试样中的实际含量及仪器性能适当调整曲线线性范围,建议现配现用。

11 仪器和设备

- 11.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)。
- 11.2 电加热消解仪或类似加热装置。
- 11.3 标称容量为 10 mL 的单标移液管。

12 试样制备

12.1 试样制备

样品可直接取样,充气葡萄酒首先去除气体(起泡酒需预先脱气,将 100 mL 试样在室温下使用水平振荡器或超声波水浴脱气,直至无气泡逸出),整个过程要避免元素的污染。

12.2 试样保存

样品可在 2℃~6℃ 避光贮存。

13 分析步骤

13.1 前处理

定量移取 10 mL 试样,置于 25 mL 具塞比色管中,于加热板上除去酒精,并烘至近干。加入 2 mL 硝酸,继续于 110℃ 消解半小时。冷却后将消解液转移至 10 mL 容量瓶中,用水定容至 10 mL 混匀,待测。

13.2 空白试验

除不加试样外,均按 13.1 操作步骤进行。

13.3 仪器工作条件

应根据各自仪器的情况调至性能最佳状态。参考工作条件参见附录 D。

13.4 测定

待仪器稳定后,测量标准溶液,并绘制元素强度和含量水平的标准曲线。然后对 13.2 及 13.1 得到的溶液上清液或过滤液进行测量。

14 结果计算和表述

按式(2)计算试样中被测元素含量。

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m \times 1000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X —— 试样中被测元素的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- c₁ —— 样液中被测元素的浓度,单位为微克每升(μg/L);
- c₀ —— 试剂空白中被测元素的浓度,单位为微克每升(μg/L);
- V —— 试样定容的体积,单位为毫升(mL),如没有另加稀释,为 10 mL;
- m —— 试样质量或体积,单位为克(g)或毫升(mL)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

15 定量限、精密度和回收率

15.1 定量限

本方法各元素的定量限(LOQ)见表 5。

表 5 各元素定量限(LOQ) 单位为毫克每升

元素	定量限	元素	定量限
铜	0.1	钠	0.5
铁	0.4	钾	0.5
锰	0.05	镁	0.5
锌	0.1	钙	0.5

15.2 精密度

分析结果的允许差如表 6 所示。

表 6 分析结果允许差

待测元素含量/(mg/L)	允许相对偏差/%
≤10.0	≤10
≥10.0	≤5

15.3 回收率

不同基质中各元素在不同添加水平下的回收率试验数据参见附录 E。

附 录 A
(资料性附录)
微波消解程序

微波消解程序见表 A.1。

表 A.1 微波消解程序

步骤	最大功率/W	升温时间/min	$T/^{\circ}\text{C}$	保持时间/min
1	700	5	90	5
2	1 000	5	120	5
3	1 300	10	150	10

附录 B¹⁾
(资料性附录)
仪器工作条件及参数

仪器工作条件及参数见表 B.1～表 B.3。

表 B.1 ICP-MS 仪器工作条件

项目	工作参数	项目	工作参数
雾化室	石英同心雾化室	射频功率	1 100 W
矩管	石英矩管	采样锥直径	1.1 mm
中心管出口直径	2.0 mm	截取锥直径	0.9 mm
取样速率	0.5 mL/min	超截取锥直径	1.0 mm
等离子体气流量	15 L/min	样品冲洗时间	35 s
雾化气流量	0.85 L/min	延迟时间	15 s
辅助气流量	1.2 L/min	重复次数	3
扫描模式	跳峰		

表 B.2 ICP-MS 仪器测量参数

项目 \ 质量数	⁷ Li	¹¹⁵ In	²³⁸ U
轴偏移(amu)	7 016±0.05	114.904±0.05	238.05±0.05
分辨率(U)	≤0.8 u		
背景(cps)	<1		
氧化物比值	¹⁵⁶ CeO/ ¹⁴⁰ Ce<0.025		
双电荷比值	⁷⁰ Ce ⁺⁺ / ¹⁴⁰ Ce ⁺ <0.03		

表 B.3 被测元素质量数、积分时间及内标

元素	质量数	积分时间/s	内标
Na	23	1.0	⁴⁵ Sc
Mg	24	1.0	⁴⁵ Sc
K	39	1.0	⁴⁵ Sc
Ca	42	1.0	⁴⁵ Sc
Cr	53	1.0	⁷² Ge
Mn	55	1.0	⁷² Ge
Fe	57	1.0	⁷² Ge

1) 非商业性声明:附录 B 所列参数是在 PE NexION300X 电感耦合等离子体质谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅为提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

表 B.3 (续)

元素	质量数	积分时间/s	内标
Cu	63	1.0	⁷² Ge
Zn	66	1.0	⁷² Ge
As	75	1.0	⁷² Ge
Se	82	1.5	⁷² Ge
Ag	109	1.0	¹¹⁵ In
Cd	111	1.0	¹¹⁵ In
Pb	206,207,208	1.0	²⁰⁹ Bi

附 录 C
(资料性附录)
方法一 回收率及精密度

方法一回收率及精密度见表 C.1～表 C.3。

表 C.1 起泡葡萄酒回收率及精密度

元素	起泡葡萄酒			
	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Na	48.83	5.8	25	89.2～101.1
			50	92.8～97.6
			100	94.2～99.3
Mg	87.04	3.49	40	91.3～101.8
			80	92.7～107.2
			150	93.5～103.2
K	551.22	1.22	300	92.8～103.1
			500	96.5～99.8
			1 000	97.0～100.4
Ca	121.21	3.74	50	94.5～102.8
			100	95.3～100.9
			200	93.7～104.5
Cr	11.00×10 ⁻³	9.67	5.0×10 ⁻³	81.8～103.9
			10.0×10 ⁻³	80.9～95.9
			20.0×10 ⁻³	82.8～99.9
Mn	1.59	5.98	0.5	73.0～114.0
			1.0	83.8～102.0
			2.0	88.3～106.7
Fe	4.93	1.89	2.5	88.0～111.5
			5.0	94.2～117.5
			10.0	85.6～108.7
Cu	0.94	5.79	0.5	92.6～118.0
			1.0	87.5～120.0
			2.0	92.7～105.3
Zn	1.30	2.45	0.5	84.0～120.0
			1.0	88.6～112.5
			2.0	83.5～112.3
As	3.38×10 ⁻³	3.98	2.0×10 ⁻³	90.0～109.5
			4.0×10 ⁻³	93.4～105.0
			8.0×10 ⁻³	91.4～104.1
Se	6.39×10 ⁻³	2.36	4.0×10 ⁻³	84.6～102.3
			8.0×10 ⁻³	94.3～107.4
			15.0×10 ⁻³	87.1～97.9

表 C.1 (续)

元素	起泡葡萄酒			
	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Ag	$<0.50 \times 10^{-3}$	—	0.5×10^{-3}	87.7~94.0
			1.0×10^{-3}	85.8~112.8
			5.0×10^{-3}	93.9~110.2
Cd	$<0.75 \times 10^{-3}$	—	0.75×10^{-3}	89.3~113.3
			1.5×10^{-3}	91.3~108.3
			10.0×10^{-3}	89.1~105.2
Pb	24.80×10^{-3}	7.44	10.0×10^{-3}	79.8~101.4
			25.0×10^{-3}	90.7~106.8
			50.0×10^{-3}	91.6~107.3

表 C.2 红葡萄酒回收率及精密度

元素	红葡萄酒			
	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Na	29.70	2.45	10	92.4~103.3
			20	94.9~104.6
			50	95.9~103.5
Mg	120.87	2.55	50	93.1~107.4
			100	94.0~104.3
			200	94.2~104.9
K	662.66	1.08	400	96.0~101.1
			800	97.0~104.2
			1 000	95.9~103.6
Ca	124.31	1.47	50	95.4~104.0
			100	96.2~104.2
			200	95.7~103.6
Cr	9.59×10^{-3}	5.46	5.0×10^{-3}	85.9~110.9
			10.0×10^{-3}	94.8~108.0
			20.0×10^{-3}	93.2~105.7
Mn	1.87	2.56	1.0	84.7~105.9
			2.0	94.2~96.4
			4.0	93.0~103.0
Fe	1.09	2.93	0.5	88.3~102.8
			1.0	91.3~100.8
			2.0	93.3~106.8

表 C.2 (续)

元素	红葡萄酒			
	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Cu	0.28	2.22	0.25	92.7~95.8
			0.5	93.4~104.4
			1.0	93.3~106.0
Zn	1.03	3.26	0.5	88.7~96.3
			1.0	93.1~107.2
			2.0	88.5~104.7
As	2.78×10 ⁻³	5.79	1.0×10 ⁻³	87.0~105.6
			2.5×10 ⁻³	92.7~108.5
			5.0×10 ⁻³	93.3~104.7
Se	5.54×10 ⁻³	6.18	2.5×10 ⁻³	88.4~96.4
			5.0×10 ⁻³	90.0~110.7
			10.0×10 ⁻³	91.4~97.6
Ag	<0.50×10 ⁻³	—	0.5×10 ⁻³	76.9~103.9
			1.0×10 ⁻³	91.9~111.1
			5.0×10 ⁻³	92.6~97.3
Cd	<0.75×10 ⁻³	—	0.75×10 ⁻³	81.3~109.7
			1.5×10 ⁻³	90.7~104.5
			10.0×10 ⁻³	89.5~104.0
Pb	5.34×10 ⁻³	6.66	2.5×10 ⁻³	90.1~105.1
			5.0×10 ⁻³	88.1~99.6
			10.0×10 ⁻³	92.1~105.6

表 C.3 白葡萄酒回收率及精密度

元素	白葡萄酒			
	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Na	40.36	3.83	20	92.3~102.8
			50	92.6~105.9
			100	93.2~101.2
Mg	63.63	2	30	91.8~103.0
			50	95.9~105.5
			100	96.7~104.7
K	888.82	1.44	400	97.0~103.9
			800	97.2~103.3
			1 500	96.3~102.0
Ca	177.03	2.06	100	94.0~97.6
			200	92.8~102.9
			400	94.3~103.4

表 C.3 (续)

元素	白葡萄酒			
	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Cr	18.50×10 ⁻³	4.39	10.0×10 ⁻³ 20.0×10 ⁻³ 50.0×10 ⁻³	89.9~105.9 95.7~113.6 89.0~101.6
Mn	0.74	5.55	0.5 1.0 1.5	92.8~108.2 94.0~104.0 92.4~105.3
Fe	2.00	4.96	1.0 2.0 4.0	90.8~100.6 89.4~105.8 90.3~104.0
Cu	0.66	1.45	0.5 1.0 2.0	88.0~95.4 91.8~107.4 91.8~104.9
Zn	0.67	3.21	0.3 0.5 1.0	92.9~109.4 92.3~106.0 92.7~103.9
As	2.29×10 ⁻³	5.57	1.5×10 ⁻³ 2.0×10 ⁻³ 5.0×10 ⁻³	89.5~106.6 93.5~102.9 92.7~102.3
Se	9.11×10 ⁻³	6.62	5.0×10 ⁻³ 10.0×10 ⁻³ 15.0×10 ⁻³	87.0~106.4 89.5~109.8 90.8~104.9
Ag	<0.50×10 ⁻³	—	0.5×10 ⁻³ 1.0×10 ⁻³ 5.0×10 ⁻³	80.7~94.1 84.2~95.4 93.9~103.9
Cd	<0.75×10 ⁻³	—	0.75×10 ⁻³ 1.5×10 ⁻³ 10.0×10 ⁻³	76.9~104.3 88.7~110.8 91.5~97.3
Pb	11.39×10 ⁻³	4.38	5.0×10 ⁻³ 10.0×10 ⁻³ 20.0×10 ⁻³	85.3~105.1 87.2~105.8 94.0~100.6

附 录 D¹⁾

(资料性附录)

仪器工作条件

等离子体发射光谱仪参考工作条件:

各元素检测波长选择为:铜:324.752 nm;铁:259.939 nm;锰:257.610 nm;锌:213.857 nm;钠:589.592 nm;钾:766.490 nm;钙:317.933 nm;镁:279.077 nm。

读数时间:0.5 s~2.0 s;

延迟时间:10 s;

重复次数:1 次;

射频功率:1 300 W;

等离子体气体流量:12 L/min;辅助气流量:0.2 L/min;雾化器流量:0.55 L/min;

观测方向:径向;

观测距离:13.0 mm;

进样速率:1.5 mL/min。

1) 非商业性声明:附录 D 所列参考条件是在 PE Optima 8000 型等离子体发射光谱仪上完成的,此处列出试验用仪器型号仅为提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试不同厂家或型号的仪器。

附 录 E
(资料性附录)

方法二 回收率及精密度

方法二回收率及精密度见表 E.1～表 E.3。

表 E.1 半干型起泡桃红葡萄酒在不同添加水平下的回收率及精密度

元素	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Cu	0.282	5.28	0.2	92.0～105
			0.5	95.1～101
			1	94.6～112
Fe	3.51	2.95	2	93.5～110
			4	96.6～105
			8	99.1～107
Mn	1.45	5.16	0.5	98.0～104
			1	95.5～109
			2	100～110
Zn	0.89	2.85	0.5	96.8～110
			1	94.8～107
			2	95.7～98.8
Na	39	5.83	10	94.5～104
			20	94.0～103
			40	91.9～103
K	577	2.37	350	93.3～107
			650	92.7～107
			1 300	96.8～109
Mg	39.7	3.57	20	93～108
			40	93.0～104
			80	92.8～108
Ca	29.5	4.68	15	97.0～106
			30	93.7～102
			60	94.5～102

表 E.2 甜红葡萄酒不同添加水平下的回收率及精密度

元素	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Cu	0.427	3.52	0.2	85.2～102
			0.5	89.1～98.1
			1	91.5～101
Fe	4.29	1.68	2	92.0～105
			4	93.1～107
			8	91.0～104

表 E.2 (续)

元素	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Mn	1.03	6.98	0.5	93.7~103
			1	94.0~109
			2	94.3~107
Zn	1.22	4.14	0.5	94.0~103
			1	95.0~109
			2	94.8~106
Na	21.9	4.59	10	97.9~106
			20	97.0~107
			40	95.0~112
K	671	2.56	350	98.0~104
			650	89.0~102
			1 300	89.5~103
Mg	45.3	2.14	20	95.1~108
			40	97.0~111
			80	93.6~104
Ca	35.5	3.98	15	97.0~108
			30	94.6~107
			60	94.0~106

表 E.3 干白葡萄酒不同添加水平下的回收率及精密度

元素	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
Cu	0.61	3.08	0.2	99.8~102
			0.5	98.4~98.1
			1	96.6~101
Fe	5.00	3.63	2	98.8~105
			4	96.6~107
			8	97.9~104
Mn	1.52	3.28	0.5	99.0~103
			1	93.5~110
			2	94.0~107
Zn	1.39	4.55	0.5	95.0~103
			1	93.0~109
			2	96.0~106
Na	26.4	1.82	10	96.5~106
			20	93.75~108
			40	96.1~112

表 E.3 (续)

元素	原始浓度均值 mg/L	相对标准偏差 RSD _R	添加浓度 mg/L	回收率 %
K	72.6	1.87	350	95.1~104
			650	94.5~102
			1 300	93.7~102
Mg	34.1	4.88	20	95.0~108
			40	99.4~111
			80	92.9~104
Ca	24.9	2.29	15	93.3~108
			30	94.7~106
			60	97.0~106

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口葡萄酒中钠、镁、钾、钙、铬、锰、
铁、铜、锌、砷、硒、银、镉、铅的测定
SN/T 4675.19—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.5 字数 40 千字
2018年11月第一版 2018年11月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32418 定价 24.00 元



SN/T 4675.19—2016