

白酒中 Mn 的 FAAS 测定方法的进一步研究

刘 峰, 杜英秋, 陈国友, 张晓波

(黑龙江省农业科学院谷物品质研究中心, 哈尔滨 150086)

摘要: 采用火焰原子吸收光谱法(FAAS)测定白酒中的金属元素 Mn 的含量, 对白酒类分析样品的前处理方法做进一步改进, 测定方法简单, 精密度和灵敏度高, 样品测定的相对标准偏差在 0.44% ~ 1.87%, 回收率达 98.5% ~ 102.4%。

关键词: 火焰原子吸收光谱法; 白酒; 锰

中图分类号: R155.5 文献标识码: A 文章编号: 1002-2767(2008)02-0105-02

Improving for Determination of Mn in Alcoholic Liquor by Flame Atomic Absorption Spectrometry

LIU Feng DU Ying-qiu, CHEN Guo-You, ZHANG Xiao-Bo

(Cereal Quality Research Center, Heilongjiang Academy of Agricultural Sciences, Harbin 150086)

Abstract: The amount of Mn in Alcoholic Liquor was determined by Flame Atomic Absorption Spectrometry. The preparation method was improved, and the determination method was simple with good precision and sensitivity. The RSD of sample determination was in the range of 0.44% ~ 1.87%. The rate of recovery was in the range of 98.5% ~ 102.4%.

Key words: Flame Atomic Absorption Spectrometry; alcoholic liquor; Manganese

Mn 是人体内必需的微量元素, 可促进骨骼的生长发育、保护细胞完整、保持正常的脑功能、维持正常的糖代谢和脂肪代谢、改善肌体的造血功能等重要生理功能。但在白酒酿造过程中, 由于原料发霉、变质、不净或发酵温度过高、杂菌感染等原因可引起白酒有臭味, 使用高锰酸钾可以处理酒中杂色及异味。若使用量不合理, 会有 Mn 的残留, 并可能超过一定的限量标准, 因此对于白酒中 Mn 的检测必不可少。我们采用火焰原子吸收光谱法测定白酒中的金属元素 Mn, 对样品的前处理方法做了稍加改进, 操作简便, 实用性强, 效果理想。

1 材料与方法

1.1 主要仪器和试剂

1.1.1 采用的仪器 PE 公司 AA-300 型原子吸收光谱仪(美国 PE 公司), Mn 空心阴极灯, 电子控温加热板, 硝酸(分析纯), 高氯酸(分析纯)。

1.1.2 Mn 标准储备溶液 准确称取金属锰(纯度大于 99.99%)1.0000 g 加硝酸溶解并移入 1 000 mL 容量瓶中, 加 0.5 mol·L⁻¹ 硝酸溶液并稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶内, 4℃保存。得到单元素 Mn 的标准储备液, 浓度为 1 000 μg·L⁻¹。

1.2 仪器测试条件

仪器测定方式为火焰原子吸收光谱法, 仪器工作参数见表 1。

1.3 Mn 使用液的配制

吸取 Mn 标准储备溶液(1 000 μg·L⁻¹)5.0 mL, 用 0.5 mol·L⁻¹ 硝酸溶液定容于 100 mL 容量瓶中, 此溶液相当于含 Mn 50 μg·mL⁻¹[1]。

1.4 标准曲线的绘制

吸取标准使用液 0.0, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0, 3.0 mL 置于 50 mL 容量瓶中, 用 0.5 mol·L⁻¹ 硝酸溶液稀释至刻度并摇匀, 得到浓度分别为 0.00, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00 μg·L⁻¹ 的 Mn 系列标准工作溶液, 按仪器工作条件测定标准系列溶液的吸光度, 以各点吸光值及所对应的浓度进行回归计算, 直线回归方程为 $y = ax + b$, Mn 的线性范围见

收稿日期: 2007-09-25
第一作者简介: 刘峰(1976-), 男, 黑龙江省延寿县人, 硕士, 研究, 从事谷物无机成分分析工作。Tel: 15904612124; E-mail: foodliufeng@126.com。

表 2^[2-3]。

表 1 仪器工作参数

元素	波长/ nm	狭缝宽度/ nm	灯电流/ mA	燃烧器高度/ mm	乙炔流量/ L ° min ⁻¹	空气流量/ L ° min ⁻¹
Mn	279. 5	0. 2	10. 0	7. 0	8. 30	1.90

表 2 测定的线性范围及回归方程

浓度/ $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	0.00	0. 20	0. 50	1. 00	2. 00	3. 00
吸光度(A)	0. 000	0. 027	0. 067	0. 136	0. 259	0. 399
相关系数	R=0. 9998					
直线回归方程	$y=0. 1318x+0. 0007$					

1.5 样品的前处理及上机测定

准确量取白酒 100 mL(精确至 0. 1 mL)转入 250 mL 三角瓶中,先在控温电热板上敞口低温加热蒸发,至样液 1~3 mL 时,此时样品已近干,颜色呈现深或黑色,取下冷却,加入混合消化液(硝酸+高氯酸=5+1)15 mL,加盖小漏斗^[4]。置于电热板上加热消化,直至白烟逐渐减少、样液呈无色透明状

表 3 精密度测定结果

样品号	测定结果				平均值	RSD/ %
1	0. 448	0. 457	0. 455	0. 452	0. 448	0. 90
2	0. 295	0. 303	0. 307	0. 304	0. 300	1. 51
3	0. 526	0. 528	0. 527	0. 525	0. 531	0. 44
4	0. 289	0. 288	0. 295	0. 281	0. 293	1. 87

2.2 加标回收率试验

为验证样品测定结果的准确性,对试样进行加标回收率试验。在白酒试样中分别加入一定量的 Mn 标准溶液,同样按照上述的样品前处理和上机测定方法进行操作,根据加标测定值和加到试样中的标液量来计算该方法的回收率(见表 4)。结果表明回收率在 98. 5%~102. 4%,说明这种试验方法是可靠的。

表 4 加标回收实验 $\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$

样品含量	加入量	加标后测定量	回收率/ %
0. 358	0. 50	0. 866	101. 6
	0. 25	0. 604	98. 5
0. 505	0. 50	1. 009	100. 8
	0. 25	0. 761	102. 4

2.3 方法检出限

方法检出限公式为: $L=Ks/b$,

其中 s 为试剂空白测定值的标准偏差, K 为所需置信度选定的系数, K 值一般为 3。

本方法研究对试样前处理所需的试剂进行了 21 个空白的平行前处理,得到的样品空白进行了 21 次测定,最终确立了本研究方法的检出限为 $0. 052 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 。

态,消化液接近 2~3 mL 时为止,取下冷却。用去离子水转移并定容至 50 mL 容量瓶中^[5]。同时做试剂空白试验。

按照上述给定的仪器工作条件,调试好仪器,依次进行标准空白、标准系列工作液、试剂空白和样品消化液的上机测定。

2 结果与讨论

2.1 精密度试验

取 4 种白酒,按照样品测定方法进行前处理和上机测定,对同一样品进行 5 次平行测定,分别计算其平均值。得到的相对标准偏差(RSD)均在 0. 44%~1. 87%(见表 3)。

3 讨论

利用火焰原子吸收光谱法测定白酒中的金属元素 Mn 的含量,样品前处理方法简单,实用性强,操作简便,灵敏度高,稳定性好,可替代操作复杂的、价格成本较高的石墨炉方法测定白酒中的 Mn,样品试验的相对标准偏差均小于 2. 0%,其回收率在 98. 5%~102. 4%,方法的检出限低达 $0. 052 \mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ ^[6]。

可见此研究方法有效性高、可行性强,是测定白酒中金属元素 Mn 的有效方法。

参考文献:

[1] 陈新焕,王正良,熊芳.微波消解—火焰原子吸收光谱法测定饲料中铁铜锰锌[J].理化检验—化学分册,2006(12): 1050-1051.

[2] 商军,沈富林,王蓓.微波消解 火焰原子吸收光谱法测定饲料中铜铁锌锰含量[J].中国饲料,2003(13): 21-22.

[3] GB/T 5009. 90-2003. 食品中铁、镁、锰的测定[S].

[4] 胡秋芬,张艳宏,王森.微波消化-原子吸收法测定卷烟中的钾、钠、钙、镁、铜、铁、锌、铅的研究[J].玉溪师范学院学报,2007(3): 48-52.

[5] 李贞霞,荆瑞俊.原子吸收光谱法测定南瓜吸收镉的研究[J].光谱学与光谱分析,2006(8): 1557-1559.

[6] 张洪利,王宇杰,王哲.硝酸铝对石墨炉原子吸收法测定饮用水中铍的改进[J].现代仪器,2006(3): 55-56.