

# FAAS 法测定酒糟中的金属元素

张世仙,金茜,曾启华,李丽

(遵义师范学院化学系,贵州 遵义 563002)

**摘要:** 以茅台酒厂 2010 年生产酒糟为样品,利用干法灰化进行前处理,采用原子吸收分光光度法测定样品中 Mn、Cu、Fe、Pb 的含量。结果表明,该方法简单易行,方便快捷,结果准确。样品中 Mn、Cu、Fe、Pb 的平均含量分别为 43.03 mg/kg、8.35 mg/kg、373.70 mg/kg 和 5.63 mg/kg。酒糟,该方法的加标回收率为 101.0%~107.8%,相对标准偏差小于 2.00%。

**关键词:** 火焰原子吸收分光光度法(FAAS); 干法灰化; 酒糟; 金属元素

中图分类号:TS262.3;TS261.4;O657.31 文献标识码:B 文章编号:1001-9286(2011)07-0112-02

## Determination of Metal Elements in Distiller's Grains by FAAS

ZHANG Shixian, JIN Qian, ZENG Qihua and LI Li

(Chemistry Department of Zunyi Normal College, Zunyi, Guizhou 563002, China)

**Abstract:** Distiller's grains produced in Maotai Distillery in 2010 underwent dry ashing and then the content of Mn, Cu, Fe, Pb in the samples were determined by FAAS. The results showed that such method was simple and rapid to operate and could achieve accurate measurement results. The average content of Mn, Cu, Fe, Pb in per kg distiller's grains were 43.03 mg/kg, 8.35 mg/kg, 373.70 mg/kg and 5.63 mg/kg respectively. The recovery of such method was 101.0%~107.8% and the RSD was less than 2.00%. (Tran. by YUE Yang)

**Key words:** FAAS; dry ashing; distiller's grains; metal elements

酒糟是白酒企业的主要副产物,其中含有未被利用的淀粉、蛋白质、微生物代谢产物、微生物残体等营养物质<sup>[1-3]</sup>。酒糟中金属元素含量的分析可以为酒糟资源的综合开发利用提供一定的理论依据。

分析过程样品的前处理可用干法消解、湿法消解、微波消解。不同的处理方法各具优缺点。干法处理,酒糟灰化后,大量的有机物已经挥发,有机成分对仪器的干扰大大减少,适于仪器测定。该方法可以对大批量样品同时进行处理,有利于生产和市场大批量的应急检测的需要,但是如果灰化温度和灰化时间没有控制好,金属元素会有损失,造成结果偏低;湿法处理,不易损失,但消解时间较长,消解过程中加入高氯酸,如果加热温度过高,样品不但容易烧焦,甚至爆炸,给实验带来一定的危险性,可能因所加的硝酸、高氯酸引进杂质,导致测定空白值偏高;微波消解法所用仪器价格较贵,不易普及,消化罐冷却和赶酸也需要较长时间,而且只能消解很小的样品量。本文基于上述因素及实验条件,采用干法灰化前处理酒糟样品,利用火焰原子吸收光谱法测定,结果令人满意。

### 1 材料与方 法

#### 1.1 材料与试剂

基金项目 遵义市科技局(遵市科合社字[2010]12号)和遵义师范学院区域经济中心(ZE201022)资助。

收稿日期:2011-02-08

作者简介 张世仙(1965-),女,教授,主要从事食品化学研究。

酒糟(2010年茅台酒厂生产酒糟),6个样品;硝酸(GR);过氧化氢、高氯酸(AR);试验用水均为二次去离子水;1000 μg/mL Mn、Cu、Fe、Pb 标准溶液,购自国家标准物质研究中心,使用时逐级稀释。

#### 1.2 仪器及工作条件

TAS-986 原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器公司);空心阴极灯(Mn、Cu、Fe、Pb);AUX220 电子天平(岛津公司);BSK-16 箱式高温马弗炉(洛阳贝斯克电子材料有限公司);艾柯实验室专用超纯水机(成都康宁实验专用纯水设备厂)。TAS-986 原子吸收光谱法测定的工作条件见表 1。

表 1 TAS-986 原子吸收分光光度计测定金属元素的工作参数

项目	Mn	Cu	Fe	Pb
波长(nm)	279.5	324.7	248.3	283.3
灯电流(mA)	2.0	3.0	4.0	2.0
负高压(V)	444.5	327.0	458.0	388.5
光谱带宽(nm)	0.2	0.4	0.2	0.4
燃烧器高度(mm)	6.0	6.0	8.0	6.0
燃气流量(mL/min)	1700	2000	1700	1500

#### 1.3 方法

##### 1.3.1 系列标准和回归方程

表2 各元素标准系列、回归方程和相关系数

元 素	标准溶液浓度(μg/mL)						回归方程	相关系数 (R <sup>2</sup> )
	标液1	标液2	标液3	标液4	标液5	标液6		
Mn	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	y=0.1635x+0.0053	0.9988
Cu	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	y=0.1936x+0.0065	0.9989
Fe	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	y=0.1034x+0.0072	0.9959
Pb	0.20	0.40	0.60	1.00	1.50	2.00	y=0.0354x+0.003	0.9986

RSD &lt; 5 %。

## 2.3 准确度试验

在任意1份样中分别加入Mn、Cu、Fe、Pb的标准溶液,在选定工作条件下,进行回收试验,结果见表5。

由表5可知,该方法加标回收率为101.0%~107.8%,RSD小于2.00%,因此结果准确度高。

表4 样品特征浓度及检出限

元素	样品浓度 (μg/mL)	特征浓度 (μg/mL/1%)	检出限 (μg/mL)	RSD (%)
Mn	0.91	0.027	0.0353	1.27
Cu	0.17	0.019	0.0248	0.35
Fe	6.52	0.042	0.0556	0.44
Pb	0.11	0.081	0.0385	4.02

表5 加标回收实验(n=6)

元素	样品含量 (μg)	加标量 (μg)	加标后测定值 (μg)	回收率 (%)	RSD (%)
Mn	2.70	5.00	8.09	107.8	0.76
Cu	2.00	5.00	7.05	101.0	1.67
Fe	6.63	10.0	16.78	101.5	0.44
Pb	1.10	3.00	4.21	103.7	1.09

分别吸取适量的1000 μg/mL标准溶液,用二次蒸馏水配制成不同浓度的Mn、Cu、Fe、Pb离子混合标准溶液,见表2。按表1仪器工作条件,分别测定酒糟中的4种金属元素的混合标准液,由微机绘出校准曲线,计算出回归方程和相关系数,结果见表2。由表2可看出,在本工作范围内,各元素标准溶液的线性关系良好。

## 1.3.2 样品消化

干法灰化:准确称取58℃烘箱中烘干至恒重并磨细的每个样品各1.000 g于坩埚中,电热板上低温炭化至无烟,移入马弗炉(500±25℃)灼烧至白色,取出冷却,加入1% HNO<sub>3</sub>溶解白灰并定容于50 mL容量瓶中(必要时过滤),摇匀待测,每个样品做3个平行实验,同时做空白样。

## 1.3.3 元素测定

按表1条件,以各元素系列标准溶液绘出校准曲线后,再以空白调零,然后用火焰原子吸收法直接测定各个样品中的元素离子浓度,进而计算样品中各种元素的含量。

## 2 结果与讨论

## 2.1 样品测定结果

对消解好的每个样品分别连续测定3次,得到各样品中的4种元素的含量,结果见表3(平均值)。

表3 酒糟中金属元素的含量 (mg/kg酒糟)

元素	样品1	样品2	样品3	样品4	样品5	样品6	平均值
Mn	46.76	31.74	49.50	42.05	43.77	44.37	43.03
Cu	8.41	6.76	9.25	8.18	8.17	9.34	8.35
Fe	388.29	299.17	381.31	387.22	405.58	380.62	373.70
Pb	3.68	3.64	5.44	7.00	6.42	7.59	5.63

由表3可知,酒糟样品中Fe、Mn、Cu、Pb的平均含量分别为373.7 mg/kg、43.03 mg/kg、8.35 mg/kg和5.63 mg/kg,其中Fe、Mn含量较高,而Pb较低。

## 2.2 灵敏度、特征浓度及检出限

在火焰原子化法中常用特征浓度来表征灵敏度。元素特征浓度计算式为:(c÷A)×0.0044,检出限为:(c÷A)×3σ(式中c为待测液的浓度;A为多次待测试液吸光度的平均值;σ为噪声的标准偏差,是对空白样或接近空白的标准样进行至少10次的连续测定,由所得的吸光度值求其标准偏差而得)。样品的特征浓度及检出限结果见表4。

由表4可知,该方法灵敏度高,检出限低,且

## 3 结论

将样品进行干法灰化法消解,采用火焰原子吸收分光光度法测定茅台酒酒糟中的Mn、Cu、Fe、Pb元素含量。结果表明,该方法具有测定速度快、准确度高、选择性好以及多元素同时测定无干扰等特点。该方法加标回收率在101.0%~107.8%之间。相对标准偏差小于2.00%。方法简便易行,是快速测定酒糟中金属元素含量的有效方法。

## 参考文献:

- [1] 吴忠会,刘清波,刘正安.白酒丢糟“零排放”的研究[J].食品科学,2008,29(8):201-204.
- [2] 王肇颖,肖敏.白酒酒糟的综合利用及其发展前景[J].酿酒科技,2004(1):65-67.
- [3] 李政一.白酒糟综合利用研究[J].北京工商大学学报,2003,21(1):9-13.
- [4] 张世仙,金茜,王修俊,等.ICP-AES测定自制风味红枣豆浆的营养元素[J].光谱实验室,2010(3):1081-1084.
- [5] 张世仙,金茜,胥思多.自制豆豉中营养元素钙、镁、铜的测定[J].中国调味品,2010,12(35):107-112.
- [6] 金茜,黎艳明,张世仙.锰铁矿周围土壤及蔬菜中汞含量的调查[J].环境与健康杂志,2009,26(6):544-545.
- [7] 金茜,刘瑞波,穆浩林,等.超市蔬菜中重金属含量的测定[J].遵义师范学院学报,2008,10(5):71-73.
- [8] 汪地强,赵振宇,杨红霞,等.ICP-MS测定茅台酒中32种金属元素[J].酿酒科技,2008(12):104-105.
- [9] 蒋滢,黄美英.从酒糟中提取复合氨基酸及金属元素[J].食品工业科学,1991(6):14-16.