

一次消解-原子吸收光谱法连续测定 蒸馏酒中金属元素^①

金 茜^② 王明力^a

(遵义师范学院化学系 贵州省遵义市上海路 830 号 563002)

^a 贵州大学蔡家关校区化学化工学院 贵阳市 550003)

摘 要 以 HNO_3 与盐酸消解酒样品, 原子吸收光谱法连续测定酒样中微量金属元素 Cu、Zn、Fe、Mn、Pb、Cd 的含量。方法线性好, 灵敏度高, 检出限低, 干扰小, 样品加标回收率为 93.5%—103.6%, 相对标准偏差小于 5.0%, 结果令人满意。方法简便、快速, 准确度和灵敏度均满足实验要求, 在企业中间产品检验中能快速提供监测结果。

关键词 蒸馏酒; 金属元素; 原子吸收光谱法

中图分类号: O657.31

文献标识码: B

文章编号: 1004-8138(2011)01-0098-03

1 引言

蒸馏酒中金属元素主要来源于粮食作物以及粮食上沾的泥土或灰尘, 来源于酿酒用具及不恰当的包装用品等。白酒中含有的微量、痕量金属元素对酒质起着不可忽视的作用。首先, 白酒中金属元素的种类和多少直接影响人体健康, 有毒有害元素必须控制在一定含量以下; 其次, 金属元素直接影响酒的感官及品质, 当 Cu、Fe 离子进入酒后将引起 Cu、Fe 破败病, 使酒产生混浊或沉淀等^[1]; 锌有毒并有恶臭; Mn^{2+} 对酒有催化氧化作用, 使酒质变差; 当 Cd、Pb 等重金属离子进入酒后, 使酒的质量大大降低, 甚至不能食用等。酒在存放过程中也会发生多种化学反应, 控制不好会加速不利于酒质的反应, 使酒质变差。有关葡萄酒、白兰地及黄酒中 Cu、Fe 的测定有报道^[2,3]; 锰的测定在食品卫生检验中常用过碘酸钾分光光度法(简称 GB 方法)^[4], 其操作繁琐、灵敏度低等。本文采用一次消解-原子吸收光谱法连续测定蒸馏酒中 6 种金属元素, 方法灵敏度高, 检出限低, 干扰小, 简便快速, 提高了工作效率, 且结果令人满意。

2 实验部分

2.1 主要仪器与试剂

1000 $\mu\text{g/mL}$ Cu、Zn、Pb、Fe、Mn、Cd 标准溶液(国家标准物质研究中心), 使用时逐级稀释; 盐酸 (GR); 硝酸 (GR)。

TAS-986 型原子吸收分光光度计(北京普析通用仪器有限公司)。仪器工作条件见表 1。

① 贵州省教育厅教改资助项目; 遵义市科技厅资助项目(遵市科合社字【2009】15 号); 遵义师范学院资助项目(09-07)

② 联系人, 电话: (0852) 8186042; E-mail: jinqian6472@163.com

作者简介: 金茜(1964—), 女, 贵州省遵义市人, 高级实验师, 主要从事教学及理化分析工作。

收稿日期: 2010-03-08; 接受日期: 2010-05-17

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	光谱通带 (nm)	灯电流 (mA)	负高压 (V)	燃烧器高度 (mm)	燃气流量 (mL/min)
Cu	324.7	0.40	3.0	323.50	6.0	2000
Zn	213.9	0.40	3.0	322.00	6.0	1300
Fe	248.3	0.20	4.0	458.00	8.0	1700
Mn	279.5	0.20	2.0	444.50	6.0	1700
Pb	283.3	0.40	2.0	386.50	5.0	1500
Cd	383.2	0.40	3.0	300.00	5.0	1300

2.2 样品消解

准确移取酒样 25mL 于 100mL 三角瓶中,放上短颈漏斗,在 110℃调温电热板上加热,待乙醇挥发完,加入 5mL 浓 HNO₃ 及几滴浓 HCl,加热消解至 HNO₃ 挥发完毕,冷却后用 1% HNO₃ 定容至 25mL 待测。

2.3 标准溶液的配制

取适量 Cu、Zn、Fe、Mn、Pb、Cd 标准溶液,用 1% HNO₃ 溶液配成标准混合溶液,使 Cu、Zn、Fe、Mn、Pb、Cd 浓度分别为 0.00、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50μg/mL;在仪器工作条件下,测定各标准溶液的吸光度及样品溶液的吸光度。

3 结果与讨论

3.1 方法灵敏度及检出限

根据实验要求,在选定工作条件下测定各标准溶液及样品溶液的吸光度,绘制各元素校准曲线。对各元素的空白溶液进行 11 次测定,计算相对标准偏差及各元素检出限,结果见表 2。由表 2 可知校准曲线线性好,方法灵敏度高,检出限低,且 RSD 小于 5%。

表 2 各元素线性范围、特征浓度与检出限

元素	回归方程	r^2	特征浓度 (μg/mL/1%)	检出限 (μg/mL)	RSD (%)
Cu	$y = 8.3074x - 0.0280$	0.9996	0.027	0.0019	2.88
Zn	$y = 4.4196x - 0.1039$	0.9922	0.007	0.00024	0.53
Fe	$y = 15.9044x - 0.0595$	0.9989	0.051	0.0070	2.32
Mn	$y = 0.0833x + 0.0046$	0.9992	0.022	0.0022	3.89
Pb	$y = 18.7659x - 0.0042$	0.9992	0.088	0.018	1.09
Cd	$y = 0.0709x + 0.0035$	0.9956	0.012	0.004	0.12

3.2 精密度与准确度

用本法对酒样品进行加标回收实验,结果见表 3。实验结果表明,各元素的回收率、相对标准偏差均符合检测要求,表明本方法精密度高,准确度高。

表 3 加标回收结果 (n= 6)

元素	样品含量 (μg)	加标量 (μg)	加标后测定值 (μg)	回收率 (%)	RSD (%)
Cu	2.00	5.00	7.05	101.0	1.23
Zn	4.50	5.00	9.62	102.4	0.53
Fe	7.75	10.00	17.80	100.5	1.18
Mn	2.05	5.00	7.23	103.6	0.38
Pb	2.00	5.00	7.18	103.6	1.09
Cd	0.075	1.00	1.01	93.5	1.92

3. 3 样品中各元素的测定

在市场上购得不同价格的蒸馏酒样品, 蒸馏酒价格分别为 2、3、4、6、18 元, 样品编号为 1—5。按蒸馏酒样品处理方法进行处理, 并按标准溶液测定方法, 在相同的实验条件下测定样品中各元素含量, 实验结果见表 4。

表 4 蒸馏酒样品中各元素含量 (mg/L, n= 3)					
元素	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5
Cu	0. 08	0. 03	0. 45	0. 02	0. 05
Zn	0. 18	0. 15	0. 07	0. 18	0. 19
Fe	0. 31	1. 07	0. 54	0. 40	0. 40
Mn	0. 09	0. 19	0. 05	—	—
Pb	0. 08	0. 06	0. 09	0. 09	0. 10
Cd	0. 003	—	—	—	—

注: — 表示未检出。

表 5 酒中金属元素最低允许限量 ^[1] (mg/L)						
项目	Cu	Zn	Fe	Mn	Pb	Cd
最低限量	≤0. 5	≤1. 0	≤2	≤2. 0	≤1. 0	≤0. 05

由表 4 可知, 不同价格的蒸馏酒样品中金属元素含量不同, 同一价格的酒样中金属元素的含量也不同, 且有害重金属元素 Pb 含量很低, 而 Cd 几乎未检出; Cu、Zn、Fe、Mn 含量也较低, 低于限量标准(见表 5)。

4 结论

- (1) 硝酸-盐酸一次消解-原子吸收光谱法连续测定蒸馏酒中金属元素的含量, 相对标准偏均小于 5. 0%, 方法线性好、灵敏度高、检出限低, 结果准确、可靠, 简便、快速。
- (2) 以硝酸-盐酸消解酒样, 原子吸收光谱法测定样品中 Cu、Zn、Fe、Mn、Pb、Cd 含量, 省时、方便, 适合大批量样品中多种元素的测定, 在企业中间产品检验中能快速提供监测结果, 保证产品质量, 提高经济效益。
- (3) 不同价格或同一价格蒸馏酒样品中金属元素含量不同, 且被抽检酒样品中金属元素含量低于国家限量标准。

参考文献

[1] 孙东方. 金属元素对葡萄酒稳定性的影响[J]. 酿酒科技, 2005, 130(4): 75—77.

[2] 姜忠军, 王永杰. 原子吸收分光光度计测定葡萄酒中铁含量的两种方法比较[J]. 酿酒科技, 2004, 22(2): 89—90.

[3] 王咏梅. 白酒含铁量检测方法探讨[J]. 酿酒科技, 2000, 102(6): 79—81.

[4] 高鹤娟. 食品卫生检验方法理化部分注解[M]. 北京: 卫生部食品卫生监督检验所, 1987. 471—473.

Rapid Determination for Metal Elements in the Distilled Liquor
by AAS with One Time Digestion

JIN Qian WANG Ming-Li^a

(Department of Chemistry, Zunyi Normal College, Zunyi, Guizhou 563002, P. R. China)
^a(College of Chemistry and Chemical Engineering, Guizhou University, Guiyang 550003, P. R. China)

Abstract The wine sample was digested by hydrochloric acid and HNO₃. The metals as Cu, Zn, Fe, Mn, Pb and Cd were determinated by atomic absorption spectrometry continuously. Good linear, high sensitivity, low detection limit, were obtained with less interference. The method recovery was 93. 5% —103. 6%. The relative standard deviation was less than 5. 0%, with satisfactory results. The method is rapid, simple and its sensitivity and accuracy can meet requirement of intermediate products in the enterprise.

Key words Distilled Liquor; Metal Elements; AAS