

# ICP-AES 法测定白酒中的锰和铅含量

ICP-084

**摘要：**本文参考《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》和《GB 2762-2012 食品中污染物限量》标准，采用 ICP-AES 法测定了白酒中的锰和铅含量。实验结果表明，锰和铅元素线性关系及重现性良好，该方法测定快速、定量准确，加标回收率高，方法检出限低，完全可以满足大批量白酒中锰和铅元素限量值的测定要求。

**关键词：**食品安全 白酒 锰 铅 ICP-AES

锰元素是人体必需的微量元素之一，但如果锰摄入量过多，会造成中毒，狂躁、幻觉、头痛、头晕、失眠、记忆力衰退等严重后果。在白酒酿造过程中，使用高锰酸钾可以处理酒中杂色及异味，如果使用量过大，就会有锰的残留。铅元素作为神经毒性的重金属元素，对人体的危害更大。白酒中的铅主要来自酿酒设备、盛酒容器、销售酒具。《GB/T 23545-2009 白酒中锰的测定》把锰元素列为限定元素，规定白酒中的锰含量低于 2.0

mg/L。2012 年 11 月 13 日发布的《GB 2762-2012 食品中污染物限量》国家标准把铅元素列为食物污染元素，白酒中铅的限量要求为 0.5 mg/L。本文综合参考了《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》和《GB 2762-2012 食品中污染物限量》国家标准，建立了 ICP-AES 快速测定白酒中锰和铅含量的分析方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO<sub>3</sub>、HClO<sub>4</sub> 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品的前处理

使用移液管准确移取 25 mL 白酒样品置于烧杯内，加入 18 mL（5：1）硝酸高氯酸混酸，低温加热消解，赶酸至近干，加入 4 mL(1+1) 硝酸，去离子水定容至 25 mL，得白酒样品溶液，待测。同法制备样品空白溶液和样品加标溶液。

## 结果讨论

### 2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

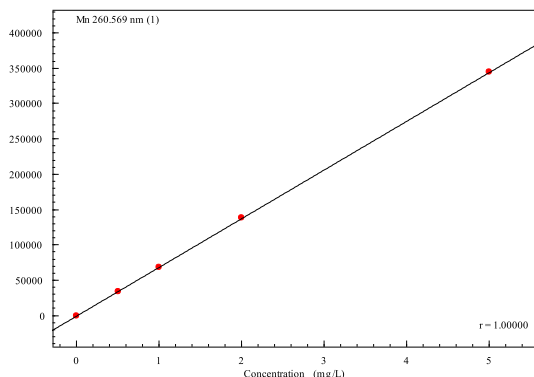
观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	10	0.6	0.7	27.12	1.2

### 2.2 标准曲线

配制锰和铅混合标准溶液，标准溶液浓度见表 2，标准曲线见图 1 和图 2。

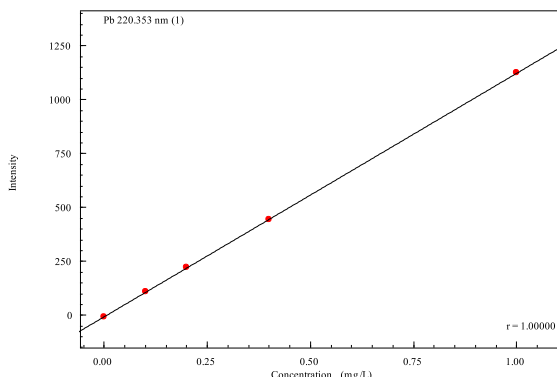
表 2 元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度(mg/L)				
Mn	0.00	0.50	1.00	2.00	5.00
Pb	0.00	0.10	0.20	0.40	1.00



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 1.451173e-005 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = 0.0012329 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 2.676995e-004 定量下限(10σ) = 8.923315e-004

图 1 锰元素的标准曲线



计算公式:  $Conc. = a * I^3 + b * I^2 + c * I + d$   
 系数: a = 0.0000000 c = 8.848871e-004 权重: 无  
 b = 0.0000000 d = 0.0045053 零截距: 无  
 检出限(3σ) = 0.0021100 定量下限(10σ) = 0.0070333

图 2 铅元素的标准曲线

标准曲线浓度范围内, 锰和铅元素的标准曲线相关系数  $r > 0.9999$ 。

### 2.3 谱线轮廓图

锰元素和铅元素的谱线轮廓图, 请见图 2、3。

Mn 260.569 Best  
条件1

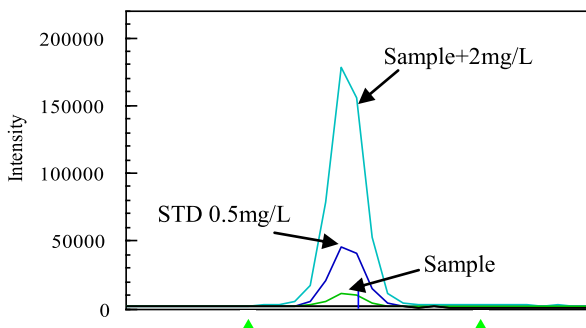


图 2 锰元素的谱峰轮廓

Pb 220.353 Best  
条件1

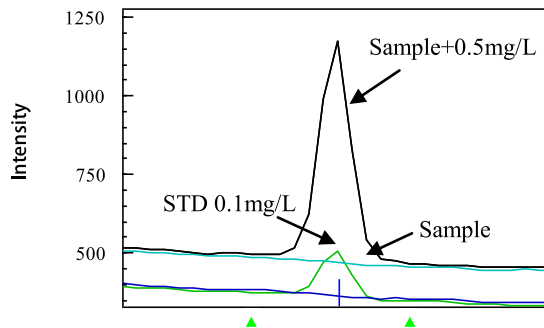


图 3 铅元素的谱峰轮廓

### 2.4 测定结果及方法检出限

按照实验方法, 测量白酒样品溶液, 并对空白溶液重复测定 10 次, 取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得该方法的检出限, 见表 3。

表 3 白酒测量结果及锰和铅的检出限

测定元素	测定波长 (nm)	测定结果 (mg/L)	样品含量 (mg/L)	方法检出限 (μg/L)	白酒限值 (mg/L)	RSD (%)
Mn	260.569	0.102	0.102	0.27	≤2.0	0.43
Pb	220.353	N.D*	N.D*	2.11	≤0.5	13.60

\*注: N.D 为未检出。

实验结果表明, 该方法检出限完全可以满足《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》和《GB 2762-2012 食品中污染物限量》对白酒中锰 2.0 mg/L 和铅 0.5 mg/L 的限量要求。

## 2.5 加标回收结果

测定白酒样品及样品加标溶液，其结果见表 4。

表 4 白酒加标回收结果

测定元素	加标前 (mg/L)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率 (%)
Mn	0.102	2.00	1.96	92.9
Pb	N.D*	0.50	0.46	92.0

## ■ 结论

本文参考《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》和《GB 2762-2012 食品中污染物限量》国家标准，采用 ICP-AES 法测定了白酒中的锰和铅含量。实验结果表明，锰和铅元素线性关系及重现性良好，该方法测定快速、定量准确，在 90~100 % 之间，锰和铅元素方法检出限分别为 0.27~ 和 2.11  $\mu\text{g/L}$ ，完全可以满足大批量白酒中锰和铅元素限量值的测定要求。