

石墨炉原子吸收光谱法测定白酒中的铅和锰

AAS-019

摘要：本文使用湿法消解处理白酒样品，以磷酸二氢铵作为测定铅的基体改进剂，采用石墨炉原子吸收光谱法检测白酒中铅和锰的含量。实验结果表明：在一定的浓度范围内，铅和锰测得的吸光度与浓度线性关系良好，其线性相关系数分别为 0.9994 和 0.9999，检出限分别为 0.38 ng/mL 与 0.74 ng/mL，回收率分别在 90.33~94.54% 和 91.81~101.75% 之间。

关键词：石墨炉原子吸收光谱 白酒 铅 锰

白酒中的铅和锰含量是受到国家保准严格控制的，GB2571-81 中规定白酒中铅的含量不得超过 1 mg/L（以 Pb 计），而锰的含量则必须低于 2 mg/L（以 Mn 计）。过量的铅会损害神经、造血和生殖系统，影响儿童的生长发育和智力发展；而过量的锰亦会对人体的神经系统造成损害。本文采用湿法消解对白酒样品前处理后，用石墨炉原子吸收光谱法对白酒中的铅和锰的含量进行了测定。

1.3 实验条件

1.3.1 铅

灯电流 (mA) 10

波长 (nm) 283.3

狭缝宽 (nm) 0.7

点灯方式 BGC-D2

进样体积 (μL) 20

基体改进剂 5 μL 1 mg/mL 磷酸二氢铵溶液

升温程序：

实验部分

1.1 仪器配置

岛津 AA6300C 原子吸收分光光度计

ASC6100 自动进样器

GFA-EX7i 石墨炉原子化器

铅空心阴极灯

锰空心阴极灯

热解涂层石墨管

1.2 试剂

1000 mg/L 铅标准溶液

1000 mg/L 锰标准溶液

硝酸, GR 试剂

高氯酸, GR 试剂

磷酸二氢铵, 分析纯

超纯水

No.	温度 (°C)	时间 (s)	流量 (L/min)
1	150	20	0.1
2	150	10	0.1
3	800	10	1.0
4	800	10	1.0
5	800	3	0
6	1800	2	0
7	2500	2	1.0

1.3.2 锰

灯电流 (mA) 10
 波长 (nm) 279.5
 狭缝宽 (nm) 2
 点灯方式 BGC-D2
 进样体积 (μL) 20
 升温程序:

No.	温度 (°C)	时间 (s)	流量 (L/min)
1	150	20	0.1
2	250	10	0.1
3	800	10	1.0
4	800	10	1.0
5	800	3	0
6	2200	2	0
7	2500	2	1.0

1.4 样品前处理

用量筒量取 25 mL 白酒于烧杯中, 在加热板上蒸发至近干, 取下烧杯, 放凉后加入 5 mL 硝酸, 加热至棕色气体消失并冒白烟时, 取下烧杯, 放凉后加入 1 mL 高氯酸继续加热至近干, 以水定容至 50 mL 容量瓶中, 摇匀, 待测, 同时做试剂空白。

结果讨论

2.1 标准曲线

以 1% 硝酸逐级稀释铅和锰的标准溶液 (均为 1000 mg/L), 分别配置浓度为 0, 5, 10, 15, 20 ng/mL 的铅标准溶液, 以及浓度为 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0 ng/mL 的锰标准溶液, 按照设定好的实验条件测定吸光度值, 以吸光度值为纵坐标, 浓度为横坐标作图, 可分别得到铅和锰的标

准曲线 (如图 1 和图 2 所示)。结果表明, 在一定的浓度范围内, 铅和锰标准曲线均线性良好, 其线性相关系数分别为 0.9994 和 0.9999。

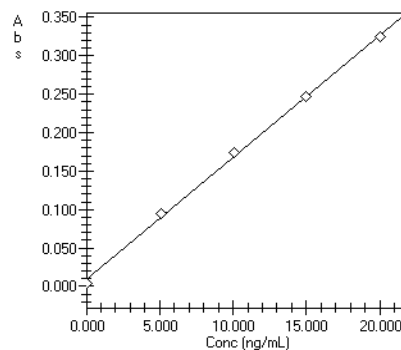


图 1 Pb 的标准曲线

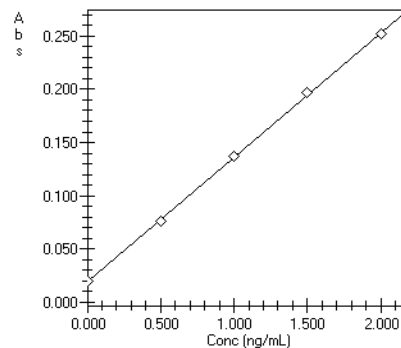


图 2 Mn 的标准曲线

2.2 检出限

用 11 次空白测定标准偏差的 3 倍除以校准曲线的斜率可以得到铅和锰的检出限, 其分别为 0.38 ng/mL 与 0.74 ng/mL。

2.3 加标回收率

实际样品中分别加入一定浓度铅和锰的标准溶液, 测定后计算其回收率如下表所示 (浓度单位: ng/mL):

表 1 白酒中铅和锰的加标回收实验结果

元素	样品含量 (µg/L)	加标量 (µg/L)	检测结果 (µg/L)	回收率 (%)
Pb	1.17	10.00	10.38	92.93
			10.56	94.54
			10.09	90.33
Mn	0.71	1.00	1.57	91.81
			1.74	101.75
			1.60	93.57

■ 结论

本文采用湿法消解处理白酒样品，以磷酸二氢铵作为测定铅的基体改进剂，使用石墨炉原子吸收光谱法测定白酒中铅和锰的含量，使用石墨炉原子吸收光谱法检测白酒中铅和锰的含量，检测结果表明：在一定的浓度范围内，铅和锰测得的吸光度与浓度线性关系良好，其线性相关系数分别为0.9994和0.9999。检出限分别为0.38 ng/mL 与 0.74 ng/mL, 方法回收率分别在 90.33-94.54% 和 91.81-101.75% 之间。