

Atomic Absorption

作者:

Nick Spivey

Petrina Thompson

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

Andrew Kavan

Elemental Scientific Inc.



火焰原子吸收光谱法 快速分析葡萄酒中的 铜、铁和锰

前言

随着葡萄酒在中国消费量的日益增加,葡萄酒的安全和质量法规正在逐步完善。目前进口葡萄酒到达中国后,应在到达地接受质量检测,结果必须

符合国家规定的基本限值。如果有任何葡萄酒不符合表1中所列的规格,必须服从销毁或遣回原地。

由于酿酒所用的葡萄中本身就含有这些元素,所以葡萄酒中自然也存在。在酿酒的过程中,由于葡萄树生长的土壤营养成分和藤蔓自身吸收养分程度的差异,这些元素的浓度会随着地区和品种不同而改变。因此没有一种方式可以保证葡萄酒不经过分析测试就可以满足进口的指标。由于葡萄酒在抵达中国后

可能被退运而带来财务损失,葡萄酒生产商和出口商对能简单而准确的测定葡萄酒中相关元素浓度的方法特别感兴趣。

表1. 进口中国葡萄酒中的三种元素限值

| 元素 | 限值 (mg/L) |
|-------|-----------|
| 铜(Cu) | 1 |
| 铁(Fe) | 8 |
| 锰(Mn) | 2 |

实验部分

采用表3所列仪器参数条件分析了表2中九种不同来源地的葡萄酒中的铜、铁、锰含量。所有分析使用PerkinElmer PinAAcle™ 900T火焰原子吸收光谱仪。仪器配备了由标准雾室和10cm全钛燃烧头构成的高灵敏度雾化器。只需用2% HNO₃溶液/超纯水配制一个标准储备液，然后PerkinElmer FAST Flame 2在线自动稀释做出标准曲线。同时每个元素的最高标准点浓度应超过最高的法规限值以确保有个较宽的测定范围。除了烈酒，所有葡萄酒样品可不经前处理直接用PerkinElmer FAST Flame 2自动稀释测定。

FAST Flame 2是由快速自动进样器、蠕动泵和切换阀组成，它可以快速进样并进行快速冲洗，在很短的时间内能够确保信号稳定且没有记忆效应。FAST Flame 2当样品通过真空充满样品环后，由切换阀进行切换进样，而进样针快速移动到下一个样品进行注入动作，这样既节省了自吸或蠕动泵的等待时间，而且也节省了自动进样针移动和冲洗的时间，使样品与下一样品之间的进样时间缩短了15秒。

表2: 待分析的九类葡萄酒

| 种类 | 产地 | Identifier |
|---------------|------|-------------|
| Cabernet | 阿根廷 | AR Cab |
| Cabernet | 澳大利亚 | AU Cab |
| Cabernet | 美国 | USA Cab A |
| Cabernet | 美国 | USA Cab B |
| Chardonnay | 阿根廷 | AR Chard |
| Chardonnay | 澳大利亚 | AU Chard |
| Chardonnay | 美国 | USA Chard A |
| Chardonnay | 美国 | USA Chard B |
| Red Zinfandel | 美国 | USA Zin |

表3. PinAAcle 900T 仪器参数和分析条件

| 参数 | Copper (Cu) | Iron (Fe) | Manganese (Mn) |
|------------------|-------------|-----------|----------------|
| 波长 (nm) | 324.75 | 248.33 | 279.48 |
| 狭缝 (nm) | 0.7 | 0.2 | 0.2 |
| 空气流量 (L/min) | 2.5 | 2.5 | 2.5 |
| 乙炔流量 (L/min) | 10 | 10 | 10 |
| 读数时间 (sec) | 3 | 3 | 3 |
| 重复次数 | 3 | 3 | 3 |
| 样品流速 (mL/min) | 6 | 6 | 6 |
| 储备标准液 | 20 | 40 | 20 |
| 自动稀释曲线标准点 (mg/L) | 0.5, 2, 5 | 1, 4, 10 | 0.5, 2, 5 |
| 标准曲线类型 | 非线性过零点 | 非线性过零点 | 非线性过零点 |

使用FAST Flame 2的机械泵进样时，可进行雾化效率及火焰条件的优化，进而消除了样品粘性、固体溶解性和管道长度等因素带来的变化，而且提供了样品流动的长期稳定性。分析者建立一个储备标准液，然后FAST Flame2在线稀释功能自动生成所有要求的线性校准标准点。此外，该仪器可设置识别超出质控范围的样品，然后利用在线稀释功能自动重新运行超出校准曲线范围外的样品，并且把信号值通过稀释因子来进行校正，提供一个在质控范围内的准确测量值。

每个葡萄酒样中通过加入低限和高限两种浓度来确保其准确性。在这种情况下仪器软件会识别出超出校准范围的最高峰值，然后利用FAST Flame2的在线稀释功能自动稀释样品。这表明PinAAcle 900 原子吸收光谱仪和FAST Flame2的联用技术在无需使用者的干预下，可以在一个较宽的浓度范围内准确快速的评估样品。

结果和讨论

利用FAST Flame2 在线稀释功能建立校准曲线，该曲线结果见表4。校准曲线良好的相关性表明可采用FAST Flame2 在线稀释功能对样品和标准进行自动稀释。自主标定的回收率确保了线性的有效性以及通过在线稀释系统建立的标准点的准确性。

表4 校准曲线结果

| 元素 | 相关系数 | ICV 浓度 (mg/L) | ICV (% 回收率) |
|--------|---------|---------------|-------------|
| 铜 (Cu) | 0.99999 | 2 | 101 |
| 铁 (Fe) | 0.99999 | 4 | 99.4 |
| 锰 (Mn) | 0.99983 | 2 | 102 |

表5-7分别表明了铜、铁和锰的分析结果。结果表明，除了澳大利亚chardonnay超出锰的限值，其余葡萄酒都在法规限值以下。从有限的分析样品来看，2 mg/L锰是进口中国的葡萄酒的一个关键合格参数值。即使在加标低于限值一半时，所有元素的加标回收率都在加标值的10%以内，这表明FAST Flame2的在线稀释功能具有良好的准确性并能够确保样品准确分析。

FAST Flame2的联用使原本配制多个标准点减少到只需配制一个储备标准溶液即可，这样可以减少建立多个标准点时的人为误差。FAST Flame2也可对超出范围的加标作出响应，并且在无需分析者的干预下准确和连续地自动稀释样品，不仅节省了时间，同时也消除额外样品的制备和重新处理。

结果表明，PinAAcle 900 原子吸收光谱仪和FAST Flame2 的联用技术提高了分析的准确性、快速性和生产率。

表5. 葡萄酒样中的铜 (法规限值 = 1 mg/L).

| Wine | Measured Conc. (mg/L) | Measured Spikes | | | Spike Recoveries % | | |
|------------------------|-----------------------|-----------------|----------|-------------|--------------------|----------|-------------|
| | | 0.5 mg/L | 1.0 mg/L | 10.0 mg/L * | 0.5 mg/L | 1.0 mg/L | 10.0 mg/L * |
| AR Cab | 0.046 | 0.558 | 1.08 | 10.4 | 103 | 104 | 104 |
| AU Cab | 0.603 | 1.11 | 1.61 | 10.8 | 100 | 101 | 102 |
| USA Cab A | 0.088 | 0.579 | 1.11 | 10.3 | 98.3 | 102 | 102 |
| USA Cab B | 0.088 | 0.611 | 1.12 | 10.8 | 105 | 103 | 107 |
| AR Chard | 0.013 | 0.527 | 1.03 | 10.5 | 103 | 101 | 105 |
| AU Chard | 0.478 | 0.969 | 1.38 | 10.3 | 98.2 | 90.3 | 98.6 |
| USA Chard A | 0.120 | 0.637 | 1.15 | 10.7 | 104 | 103 | 106 |
| USA Chard B | 0.099 | 0.609 | 1.13 | 10.8 | 102 | 103 | 1076 |
| USA Zin | 0.256 | 0.746 | 1.20 | 10.1 | 98.0 | 94.2 | 98.6 |
| * = 5X Online Dilution | | | | | | | |

表6. 葡萄酒样中的铁 (法规限值 = 8 mg/L).

| Wine | Measured Conc. (mg/L) | Measured Spikes | | | Spike Recoveries % | | |
|------------------------|-----------------------|-----------------|----------|-------------|--------------------|----------|-------------|
| | | 1.0 mg/L | 5.0 mg/L | 20.0 mg/L * | 1.0 mg/L | 5.0 mg/L | 20.0 mg/L * |
| AR Cab | 1.80 | 2.72 | 6.78 | 21.4 | 92.1 | 99.5 | 97.9 |
| AU Cab | 2.18 | 3.20 | 7.35 | 22.8 | 103 | 104 | 103 |
| USA Cab A | 2.32 | 3.24 | 7.69 | 21.9 | 92.7 | 1085 | 98.1 |
| USA Cab B | 2.31 | 3.25 | 7.42 | 22.1 | 93.9 | 102 | 98.8 |
| AR Chard | 1.65 | 2.61 | 6.69 | 21.0 | 95.5 | 101 | 96.7 |
| AU Chard | 2.92 | 3.91 | 7.86 | 23.6 | 99.2 | 98.8 | 103 |
| USA Chard A | 1.68 | 2.67 | 6.62 | 21.3 | 98.7 | 98.8 | 98.1 |
| USA Chard B | 1.16 | 2.15 | 6.17 | 21.0 | 99.5 | 100 | 99.3 |
| USA Zin | 2.80 | 3.77 | 7.70 | 23.7 | 97.6 | 98.1 | 104 |
| * = 5X Online Dilution | | | | | | | |

表7. 葡萄酒样中的锰 (法规限值 = 2 mg/L).

| Wine | Measured Conc. (mg/L) | Measured Spikes | | | Spike Recoveries % | | |
|------------------------|-----------------------|-----------------|----------|-------------|--------------------|----------|-------------|
| | | 1.0 mg/L | 4.0 mg/L | 10.0 mg/L * | 1.0 mg/L | 4.0 mg/L | 10.0 mg/L * |
| AR Cab | 1.36 | 2.31 | 5.20 | 11.0 | 95.0 | 95.9 | 96.0 |
| AU Cab | 1.93 | 2.90 | 6.07 | 12.3 | 97.1 | 104 | 104 |
| USA Cab A | 1.51 | 2.45 | 5.41 | 11.0 | 94.3 | 97.6 | 94.7 |
| USA Cab B | 1.50 | 2.45 | 5.45 | 10.9 | 94.5 | 98.8 | 93.9 |
| AR Chard | 1.01 | 1.98 | 5.03 | 10.5 | 97.2 | 101 | 94.4 |
| AU Chard | 2.09 | 3.07 | 6.29 | 12.4 | 97.2 | 105 | 103 |
| USA Chard A | 1.07 | 2.04 | 5.05 | 10.6 | 97.2 | 99.6 | 95.6 |
| USA Chard B | 0.968 | 1.94 | 4.96 | 10.8 | 97.1 | 99.8 | 97.8 |
| USA Zin | 1.67 | 2.66 | 5.85 | 11.9 | 98.6 | 105 | 102 |
| * = 5X Online Dilution | | | | | | | |

结论

这一实验完美体现了PinAAcle900原子吸收光谱仪依据中国法规对各种进口葡萄酒中Cu, Fe和Mn含量检测的优异能力以及快精准的水平。使用FAST Flame 2附件最大限度的减少了用户在稀释和建立标准时的人为错误, 并提高了样品检测量。如果实验室需要低成本的检测能力, 可不选配FAST Flame 2附件。

参考

1. Neubauer K., Lim S., "The Analysis of Copper, Iron, and Manganese in Wine with the PinAAcle 500", PerkinElmer Application Note.

消耗品

| Component | Part Number |
|------------------------------------|--|
| Red/Red PVC Pump Tubing | N8145158 |
| Black/Black PVC Pump Tubing | N8145153 (unflared) N8145202 (flared) |
| Autosampler Tubes | B0193233 (15 mL) B0193234 (50 mL) |
| Cu Hollow Cathode Lamp | N3050121 |
| Fe Hollow Cathode Lamp | N3050126 |
| Mn Hollow Cathode Lamp | N3050145 |
| Pure-Grade Cu Standard (1000 mg/L) | N9300183 (125 mL) N9300114 (500 mL) |
| Pure-Grade Fe Standard (1000 mg/L) | N9303771 (125 mL) N9300126 (500 mL) |
| Pure-Grade Mn Standard (1000 mg/L) | N9303783 (125 mL) N9300132 (500 mL) |

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。