

上海乐枫生物科技有限公司

地址:上海市闵行区双柏路888号6号楼6楼

电话: +86-21-24284200 传真: +86-21-34634005 **Email:** info@rephile.com

葡萄酒中重金属元素的检测(上)

摘要:上海乐枫市场部在本文中阐述了中华人民共和国葡萄酒国家标准的理化要求检测要求,并 根据标准为用户提供了金属元素铁、铜的检测方法的基本步骤以及相关应用方案。

"葡萄美酒夜光杯,欲饮琵琶马上催。"汉武帝时,张骞通西域,开拓丝绸之路。葡萄和葡萄酒随之引入了中国。此后无论汉晋唐宋,葡萄酒都是国人喜闻乐见的佳酿。从 2013 年到 2018 年,中国国内葡萄酒年消费量均保持在 150 万升以上,超过全球总消费量的 10%。随着一带一路建设的持续推进,中国与中亚、欧洲等葡萄酒产销大国也越来越紧密。可以预见的是,未来中国葡萄酒的消费量将继续保持增长。



国际葡萄与葡萄酒组织(OIV)是一个由符合一定标准的葡萄及葡萄酒生产国组成的政府间的国际组织。OIV开展协调各成员国之间的葡萄酒贸易、讨论科研成果、制定符合国际葡萄酒发展潮流的技术标准等一系列工作。目前国际上通用的是 2003 年 OIV 颁布的《国际葡萄与葡萄酒组织(OIV)的全套酿酒法规以及检验标准》。该法规对葡萄酒的物理、化学、微生物等要求均给出了限值和检测

方法。其中化学要求包含有机物和无机物两个大类,有机物包括糖类、醇类、有机酸、气体和其他有机物,无机物分为阴离子、阳离子和非金属。



中国在 2006 年参考上述 OIV 标准推出了《中华人民共和国葡萄酒国家标准》(GB/T 15037-2006)。该标准规定了葡萄酒的定义、分类、要求和分析方法等内容。在要求中的"理化要求"中,标准对表 1 所述的项目提出了限制:

表 1 中华人民共和国葡萄酒国家标准理化要求

项目	要求	检测方法
酒精度(20℃)(体积分	≥ 7.0	密度瓶法
数)/(%)		气相色谱法
		酒精计法
总糖(以葡萄糖计)/	平静葡萄酒 根据分类不同从≤	直接滴定法
(g/L)	4.0 到≥ 45.1	
	高泡葡萄酒 根据分类不同从≤	
	12.0 到≥ 50.1	
干浸出物/(g/L)	白葡萄酒 ≥ 16.0	密度瓶法
	桃红葡萄酒 ≥ 17.0	
	红葡萄酒 ≥ 18.0	
挥发酸/ (g/L)	≤ 1.2	滴定法
柠檬酸/ (g/L)	干、半干、半甜葡萄酒 ≤ 1.0	高效液相色谱法
	甜葡萄酒 ≤ 2.0	
二氧化碳(20℃)/MPa	低泡葡萄酒	压力表
	0.05 - 0.29(< 250 mL/瓶)	
	0.05 - 0.34(≥ 250 mL/瓶)	
	高泡葡萄酒	

		,
	≥ 0.30(< 250 mL/瓶)	
	≥ 0.35(≥ 250 mL/瓶)	
铁/(mg/L)	≤ 8.0	原子吸收分光光度法
		邻菲罗啉比色法
		磺基水杨酸比色法
铜/(mg/L)	≤ 1.0	原子吸收分光光度法
		二乙基二硫代氨基甲酸钠
		(DDTC)比色法
甲醇/(mg/L)	白、桃红葡萄酒 ≤ 250	气相色谱法
	红葡萄酒 ≤ 400	比色法
苯甲酸或苯甲酸钠/	≤ 50	气相色谱法
(mg/L)		高效液相色谱法
		薄层色谱法
山梨酸或山梨酸钠/	≤ 200	同苯甲酸(或苯甲酸钠)
(mg/L)		

随着国内葡萄酒消耗量的不断增长以及国人对于食品安全认知度的提升,葡萄酒的安全检测成为一项常规的要求,很多地区都成立了专业的葡萄酒检测实验室,对国内外不同葡萄酒品牌进行检测分析,为饮用者提供符合我国安全卫生规定的专业保障。这些实验室,除了做常规检测,通常都会配备国内领先的实验室纯水设备,HPLC,GC以及原子吸收光谱仪(AAS)等检测设备,来针对性地检测葡萄酒中的添加剂、药物残留以及铅、铁、铜等多种重金属和致病微生物。

在此,上海乐枫(RephiLe)为大家提供葡萄酒中重金属元素(铁、铜)的检测方法及实验方案:

一、实验方法

原子吸收分光光度法 (AAS)

二、仪器和试剂

原子吸收分光光度计(带铁空心阴极灯,铜空心阴极灯), $Genie\ G\$ 超纯水系统硝酸溶液(0.5%),铁标准溶液($100\ \mu g/mL$),铜标准溶液($100\ \mu g/mL$)

三、试验方法

铁含量检测

1、样品溶液制备

用硝酸溶液将样品稀释10倍,摇匀,备用。

2、铁标准系列溶液配制

分别吸取0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,5.00 mL铁标准液于5个100 mL的容量瓶中,用硝酸溶液定容,制得0.0 μ g,10.0 μ g,20.0 μ g,40.0 μ g,50.0 μ g的铁标准系列溶液。

3、标准曲线

原子吸收分光光度计配置铁空心阴极灯,调整波长至**248.3nm**,分别测定铁标准系列溶液吸光度,建立回归方程。

4、样品测定

将制备好的样品溶液进样,测量吸光度,然后根据回归方程算出铁含量 A。

5、结果计算

样品中的铁含量按照下述公式计算:

$X = A \times F$

式中:

X=葡萄酒样品中的铁含量,单位为 mg/L;

A=根据回归方程计算的铁含量,单位为 mg/L;

F=稀释倍数,在乐枫的方法中取值为10。

6、精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

铜含量检测

铜含量检测使用配置铜空心阴极灯的原子吸收分光光度计,检测波长 324.07 nm。其余步骤同铁含量检测。

在上述原子吸收分光光度检测实验中,用来制备标准溶液,稀释样品溶液以及清洗的纯水水质很重要,其中的杂质会对分析检测的仪器及分析结果带来危害:

- 1. 纯水中的颗粒杂质会损坏进样器,并且会对光线形成散射;
- 2. 有机物可以改变 pH 值,影响空白溶液;还会与铁、铜离子络合后改变挥发速率;
- 3. 离子会对吸光度造成严重影响,影响回归方程或标准曲线的计算;
- 4. 微生物代谢产物会增加离子,颗粒等污染物;
- 5. 气体容易形成气泡,影响检测的稳定性。

如果使用不合格的纯水,不但检测结果的准确性不能得到保证,还容易损伤原子吸收分光光度计,缩短其使寿命。原子吸收分光光度计至少应该使用符合国标 GB/T 6682-2008《分析实验室用水规格和试验方法》(参考链接 http://rephile.com.cn/web/news-1686465.html)二级纯水——电导率<1 μS/cm(25 $^{\circ}$ C)。最好使用电阻率 18.2M Ω ·cm 的超纯水。

葡萄酒检测实验室中,配备的气相色谱仪、高效液相色谱仪等分析检测仪器,对于用水的要求也都很高,需要满足 GB/T 6682-2008 要求的一级纯水标准。乐枫新一代 Genie G 智能型一体化超纯水系统一机两水,可以同时制备 EDI 纯水和超纯水。Genie G 生产的 EDI 纯水水质超过 GB/T 6682-2008 要求的二级纯水标准;超纯水超过 GB/T 6682-2008 要求的一级纯水标准,同时满足 GB/T 33087-2016 《仪器分析用高纯水规格和试验方法》的高纯水标准。Genie G 可以全方位满足葡萄酒检测实验室的全部要求。乐枫还提供中英文的 3Q 验证服务,可帮助实验室顺利通过美国或者欧盟的相关认证。Genie G,采用最前沿的无线通讯工具,性能齐全,功能强大,自由灵活,可以充分满足高端检测实验室整体用水的需求,质量不输进口设备,用户使用起来,完全可以"用水无忧"。

(添加官网 Genie 产品介绍的链接)



关键词: 纯水, 葡萄酒, 原子吸收, OIV, 上海乐枫, RephiLe, Genie 纯水机, Super-Genie 纯水机