

使用Optima ICP-OES 进行啤酒中多元素分析

Authors:

Randy Hergenreder

Cynthia P. Bosnak

Perkin Elmer Life and Analytical Sciences

710 Bridgeport Avenue

Shelton, CT 06484



前言

作为一种具有悠久历史的饮料，啤酒的出现可追溯至公元前6000年。啤酒中元素的分析是决定啤酒质量的重要参数指标，而由于啤酒中存在的乙醇，溶解性固体以及二氧化碳使得元素的分析变得更加的复杂。对于一些影响到啤酒口味的元素包括铁和铜，其浓度通常都是非常低的，所以对检测仪器的检测限提出了更高的要求；而一些已知的高浓度元素，比如钾，含量通常可达几百个毫克/升。

由于电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）具有多元素分析的能力，同时具有很宽的动态线性范围，还具有低的检出限（轴向观测模式具有更低的检测限），使得它成为了啤酒中元素分析仪器的最理想选择。

ICP-OES的宽范围线性可以使得不需要进一步的稀释便可完成啤酒样品中高低含量元素的分析检测。

对于啤酒的ICP-OES分析而言，直接进样将是具有挑战性的。首先，在标准溶液中需要对样品所含的乙醇浓度进行匹配，其次，仪器的进样系统需要专门对挥发性有机物进行优化，还有由于样品中的较高水平的溶解性固体，雾化器和喷射管都必须能满足样品的分析而不造成堵塞；啤酒样品中的二氧化碳必须去除，以避免在雾化过程中释放出气体以及造成较差的检测重复性。

美国酿酒业者协会（ASBC）针对如何使用ICP-OES进行啤酒分析研究开发了一系列的检测方法，在本次分析中使用了許多最新研究开发的参数，并使用PerkinElmer公司提供的Optima™ 系列ICP-OES进行了四份样品的分析检测，而这些样品来源于不同的商标和不同的类型，并分开在两个实验室中进行检测。

实验部分

使用仪器及参数

分析工作采用了PerkinElmer 公司提供的两款电感耦合等离子体发生光谱仪器（ICP-OES）：Optima 5300DV和Optima 2100DV，Optima 5300DV系统采用了中阶梯光栅和专利的分段式CCD检测器（SCD），可同时检测背景信号与分析物元素的发生谱线，以对瞬时起伏变化的背景信号进行准确的校正；Optima 2100DV系统采用双单色仪以及背投式CCD检测器，具有高分辨率，高检测速度的能力，专利的动态波长校正技术确保了检测波长的准确度与可靠性。

为了降低样品中存在的乙醇等挥发性有机物以及高溶解性固体的影响，分析中采用了配置Burgener Mira Mist® 雾化器的带隔板漩流雾化室以及1.2mm口径的石英喷射管（见图1和图2），所使用的硬件和仪器参数分别详细列于表1和表2.

表 1. 硬件

雾化器	Burgener Mira Mist®
雾化室	玻璃漩流雾化室，带隔板
喷射管	1.2 mm口径，石英
喷射管接头	1.2 mm 口径
矩管	石英，单缝矩管



图1：仪器进行系统



图2：快速更换矩管支架

表 2.仪器操作参数

功率	1400 W
等离子气体	17 L/min
辅助气体	1.0 L/min
雾化气体	0.5 L/min
蠕动泵泵速	2.0 ml/min
矩管安装位置	-3.0 mm
重复次数	3
积分时间	5 min. 20 max.
径向观测位置	15 mm

由于不同的样品之间存在粘度和乙醇浓度的不同，所以在分析过程中采用内标进行校正。对径向观测和轴向观测分别采用镓和钇作为内标元素，在所有的检测溶液中都加入相同浓度的镓和钇，在最终溶液中的浓度分别为 100 mg/L 和 20 mg/L.

表3中列举出了所有检测元素的波长，观测模式以及相对应内标元素

表 3.仪器检测参数

元素	波长 nm	观测模式	内标元素
K	766.490	径向	Ga 径向
Na	589.592	径向	Ga 径向
Mg	279.077	径向	Y 径向
Ca	317.933	径向	Y 径向
Fe	238.204	轴向	Y 轴向
Cu	324.752	轴向	Ga 轴向
Zn	213.857	轴向	Ga 轴向
Y	371.031	径向&轴向	---
Ga	417.206	径向&轴向	---

样品制备

分取部分样品，并将其放置于低温震荡箱（器）中温和震荡几分钟以去除多数的二氧化碳，之后使用超声波进行15分钟的脱气处理。将处理后的啤酒样品中加入一定浓度的内标元素溶液，并用高纯度低痕量金属元素等级硝酸将样品进行酸化，最后酸度控制为7%（体积比，7mlHNO₃ / 100ml）。所有的标准溶液以及空白溶液中都加入5%的乙醇和7%的硝酸进行样品基体匹配。

结果

结果见表4中所列举。在啤酒中钾的浓度可以达到很高的级别，而铁和铜的含量都处于很低的水平。由于ICP-OES具有很宽的动态线性范围，所有钾的标准溶液浓度可以高达至1000mg/L，这样使得不需要进一步的稀释和进行第二次样品的分析过程便能检测高含量的钾。（图3）

表 4. 样品中各元素浓度，Mg/L

元素	啤酒 A	啤酒B	啤酒C	啤酒D
K	590	203	273	212
Na	42.6	15.8	58.9	13.6
Mg	106	48.5	60.1	52.1
Ca	47.1	29.6	34.0	49.7
Fe	0.053	0.032	0.025	0.044
Cu	0.044	0.002	0.014	0.013
Zn	<0.002	0.152	<0.002	<0.002

在分析中使用了不同的谱线进行检测以检查潜在的可能光谱干扰，对于主要含量的元素，检测结果之间的RSD优于4%，对于元素含量大于0.05Mg/L的RSD典型值小于10%，四份独立样品的主要含量元素检测RSD都优于5%。而一些变异系数偏高的主要是由于像Cu 和 Zn这样的元素在一些样品中浓度接近检出限，并可能存在潜在的污染。

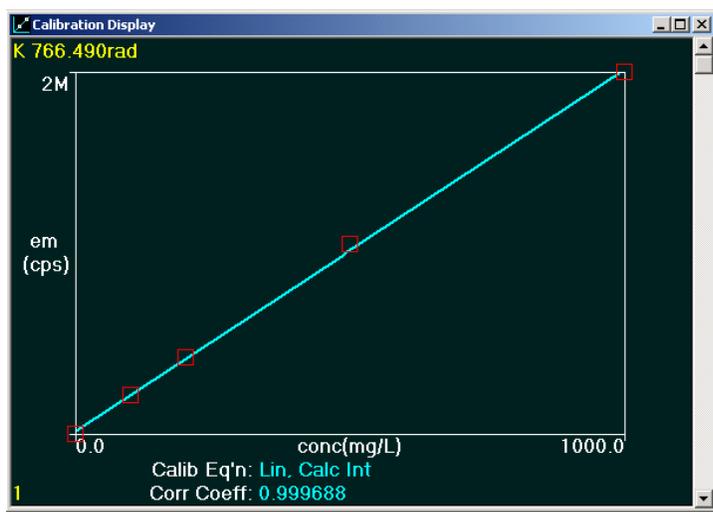


图3: 钾的标准曲线

结论

对于啤酒样品来说，准确和精密的分析要求给检测工作带来了挑战。而使用了双向观测光路设计，采用优化了的进样系统以及仔细对样品及标准溶液进行前处理的ICP-OES能适应于此挑战，在所选择的元素谱线上没有发现光谱干扰。同时内标元素的采用让检测结果得到更好的准确性和精密度，可见对于啤酒样品的分析此方法和程序具有较强的实用性。

参考文献

1. American Society of Brewing Chemist, Inc. Report of sub committee, Elemental Analysis of Beer and Wort by Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectroscopy. D. Sedin Chairman, Journal 62:190, 2004

PerkinElmer Life and Analytical Sciences
710 Bridgeport Avenue
Shelton, CT 06484-4794 USA
Phone: (800) 762-4000 or
(+1) 203-925-4602
www.perkinelmer.com



For a complete listing of our global offices, visit www.perkinelmer.com/lasoffices

©2006 PerkinElmer, Inc. All rights reserved. The PerkinElmer logo and design are registered trademarks of PerkinElmer, Inc. Optima is a trademark of PerkinElmer, Inc. or its subsidiaries, in the United States and other countries. Mira Mist is a registered trademark of Burgener Research Inc. All other trademarks not owned by PerkinElmer, Inc. or its subsidiaries that are depicted herein are the property of their respective owners. PerkinElmer reserves the right to change this document at any time without notice and disclaims liability for editorial, pictorial or typographical errors.

The data presented in this Field Application Report are not guaranteed. Actual performance and results are dependent upon the exact methodology used and laboratory conditions. This data should only be used to demonstrate the applicability of an instrument for a particular analysis and is not intended to serve as a guarantee of performance.