

葡萄酒中铁含量测试结果的不确定度评定

朱克卫^{1,2}, 阮雄杰^{1,2}, 武玉艳^{1,2}

(1. 黄埔出入境检验检疫局, 广东广州 510730;

2. 国家酒类检测重点实验室(广东), 广东广州 510730)

摘要:按照国家标准 GB/T 15038-2006《葡萄酒、果酒通用分析方法》对 2 支葡萄酒样品中的铁含量进行了测定, 对整个测量过程的不确定度来源进行了分析, 并对不确定度各个分量进行了评定和合成。结果显示, 火焰原子吸收光谱法测定葡萄酒中铁含量的不确定度来源主要为标准溶液配制引入的不确定度和工作曲线拟合引入的不确定度。采用本方法测定的两支葡萄酒样品中铁含量的扩展不确定度分别为 0.14、0.15mg/L。

关键词:葡萄酒, 不确定度, 评定, 火焰原子吸收光谱法, 铁

Evaluation of the uncertainty for determination results of iron in grape wine

ZHU Ke-wei^{1,2}, RUAN Xiong-jie^{1,2}, WU Yu-yan^{1,2}

(1. Huangpu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Guangzhou 510730, China;

2. State Key Testing Laboratory of Wine and Alcohol Beverage (Guangong), Guangzhou 510730, China)

Abstract: The content of iron in two wine samples was measured according to national standards GB/T 15038-2006 Common Analytic Methods for Grape Wine & Fruit Wine. The uncertainty source in the whole measuring process was analyzed and each uncertainty component was evaluated and composed. The results revealed that the major source of uncertainty was the preparing of standard solution and the curve fitting and measurement. According to this method, the expanded uncertainty of iron content in two wine samples were 0.14mg/L and 0.15mg/L.

Key words: grape wine; uncertainty; evaluation; FAAS; iron

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2013)21-0297-04

葡萄酒中金属元素含量适中, 对人体是有好处的, 但含量过多易与酒中的某些物质结合, 引发金属破败病^[1]。葡萄酒中的铁一般以还原状态存在, 但对葡萄酒通气以后(如转罐、过滤等), 亚铁(Fe^{2+})可被氧化为正铁(Fe^{3+})。如果 Fe^{3+} 与磷酸结合, 则生成白色沉淀, 使葡萄酒呈乳状浑浊, 成为白色破败; 如果 Fe^{3+} 与单宁结合则引起蓝色破败, 在红葡萄酒中形成蓝色沉淀, 白葡萄酒则变黑, 呈铅色^[2]。我国国家标准中明确规定了葡萄酒中铁的含量小于或等于 8.0mg/L^[3], 现有方法主要是利用火焰原子吸收光谱法测定葡萄酒中铁的含量, 然而相应的不确定度的评定方法尚未有报导。本文针对这一问题对葡萄酒中的铁含量进行了测定^[4], 并依据 JJF1059-1999《测量不确定度评定与表达》^[5-6]建立了火焰原子吸收光谱法测定葡萄酒中铁含量的不确定度评定方法, 为今后科研及检测工作正确评价和使用检测结果提供了科学依据。

1 材料与方法

收稿日期: 2013-03-06

作者简介: 朱克卫(1980-), 男, 硕士研究生, 工程师, 研究方向: 食品检验。

基金项目: 广东检验检疫局科技计划项目(2012GDK63)。

1.1 材料与仪器

样品 编号分别为 176、462 的葡萄酒两支, 实验室现有样品; 硝酸(GR) 65%, 德国默克; 铁标准溶液 1000mg/L, 国家有色金属及电子材料分析测试中心。

AA-7000 型原子吸收光谱仪 配备铁空心阴极灯, 岛津企业管理(中国)有限公司。

1.2 标准溶液的配制

0.5% 硝酸溶液: 吸取硝酸(GR) 8mL 至 1000mL 容量瓶中, 用一级水定容至刻度; 铁标准贮备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 吸取铁标准溶液 10mL 于 100mL 容量瓶中, 用 0.5% 的硝酸定容至刻度; 铁标准系列: 吸取铁标准贮备液 0.00、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00mL 于 100mL 容量瓶中, 用 0.5% 的硝酸定容至刻度, 摇匀。

1.3 实验方法

1.3.1 葡萄酒样品中铁含量的检测方法 用 0.5% 的硝酸溶液将葡萄酒样品稀释 5 倍, 再导入原子吸收光谱仪中, 在乙炔-空气火焰中, 样品中的铁被原子化, 基态铁原子分别吸收其特征波长(248.3nm), 吸收量的大小与样品中铁原子浓度成正比, 分别测其吸光度, 通过与标准曲线对照求得样品中铁的含量。

仪器工作条件: 波长 248.3nm, 狭缝 0.2nm, 灯电流 25.0mA, 乙炔流量 2.0L/min, 空气流量 17.0L/min,

积分时间 3s。

1.3.2 不确定度评定方法 参照《测量不确定度要求的实施指南》^[7] 进行操作:a.简述实验方案和实验过程;b.建立数学模型;c.根据数学模型列出各不确定度分量的来源;d.各分量相对标准不确定度的评定;e.计算合成不确定度;f.扩展不确定的确定。

1.4 不确定度分析

1.4.1 建立数学模型 工作曲线回归方程: $Y = bX + a$; 样品浓度: $X = (Y - a)/b$ 。式中:

Y 为仪器测得的铁溶液的吸光度值(Abs); X 为仪器根据吸光度值通过标准曲线计算出来的浓度值(mg/L); a 为回归方程的截距; b 为回归方程的斜率。

葡萄酒中铁含量的计算公式为: $Z = \frac{x}{V_w} \cdot V_d$

Z 为葡萄酒中铁的质量浓度值(mg/L); x 由标准曲线查得铁的含量(mg/L); V_w 为葡萄酒取样体积(L); V_d 为定容体积(L)。

1.4.2 不确定度来源分析 原子吸收分光光度法测定葡萄酒中铁含量的不确定度 u_{crel} 主要有以下来源:

标准溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}(1)}$; 样品的重复测定引入的不确定度 $u_{\text{rel}(2)}$; 工作曲线拟合引入的不确定度 $u_{\text{rel}(3)}$; 仪器引入的不确定度 $u_{\text{rel}(4)}$; 吸光度量化误差引入的不确定度 $u_{\text{rel}(5)}$; 样品制备引入的不确定度 $u_{\text{rel}(6)}$ 。因为 $u_{\text{rel}(1)}$ 、 $u_{\text{rel}(2)}$ 、 $u_{\text{rel}(3)}$ 、 $u_{\text{rel}(4)}$ 、 $u_{\text{rel}(5)}$ 、 $u_{\text{rel}(6)}$ 各自独立, 所以通过以下公式可以计算葡萄酒中铁含量检测结果的相对合成标准不确定度:

$$u_{\text{crel}}^2 = u_{\text{rel}(1)}^2 + u_{\text{rel}(2)}^2 + u_{\text{rel}(3)}^2 + u_{\text{rel}(4)}^2 + u_{\text{rel}(5)}^2$$

2 结果与讨论

2.1 不确定度分量的评定结果

2.1.1 标准溶液配制引入的不确定度 标准溶液配制引入的不确定度是由标准储备液的不确定度 u_{1a} , 1mL 移液管的不确定度 u_{1b} , 100mL 容量瓶的不确定度 u_{1c} 和 10mL 分度吸量管的不确定度 u_{1d} 引入的。

2.1.1.1 标准储备液的不确定度 铁标准储备液由国家有色金属及电子材料分析测试中心出品(唯一标识 10B20), 质量浓度为: 1000mg/L, 标准物质证书给出铁标准储备液的相对扩展不确定度为 0.7% ($K=2$)。故, 标准储备液的相对标准不确定度 u_{1a} 为:

$$u_{1a} = 0.7\% / 2 = 0.35\%$$

2.1.1.2 1mL 移液管引入的不确定度 1mL 移液管引入的不确定度是由示值误差引起的不确定度 u_{1b1} , 温度变化引起的不确定度 u_{1b2} , 读数重复性引起的不确定度 u_{1b3} 引入的。

在实验过程中使用的玻璃器皿均为 A 类, 根据《JJG196-2006 常用玻璃器皿》规定, A 级 1mL 移液管容量允差为 $\pm 0.01\text{mL}$, 属于 B 类不确定度评定, 按三角分布 $K = \sqrt{6}$ 。通常实验室温度控制在 $25 \pm 3^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数是 2.1×10^{-4} , 属于 B 类不确定度评定, 按均匀分布, $K = \sqrt{3}$ 。对 1mL 移液管, 用纯水 10 次吸量至刻度并称量, 得出平均值的标准偏差为 0.0012mL, 故:

$$u_{1b1} = 0.01 \div \sqrt{6} \div 1 = 0.0041\text{mL}。$$

$$u_{1b2} = 2.1 \times 10^{-4} \times 3 \times 1 \div \sqrt{3} \div 1 = 0.00037。$$

$$u_{1b3} = 0.0012 \div 1 = 0.0012。$$

故, 1mL 移液管引入的相对标准不确定度 u_{1b} 为:

$$u_{1b} = \sqrt{u_{1b1}^2 + u_{1b2}^2 + u_{1b3}^2} \\ = \sqrt{0.0041^2 + 0.00037^2 + 0.0012^2} = 0.0043$$

2.1.1.3 100mL 容量瓶引入的不确定度 100mL 容量瓶引入的不确定度是由示值误差引起的不确定度 u_{1c1} , 温度变化引起的不确定度 u_{1c2} , 读数重复性引起的不确定度 u_{1c3} 引入的。

在实验过程中使用的玻璃器皿均为 A 类, 根据《JJG196-2006 常用玻璃器皿》规定, A 级 100mL 容量瓶 20℃ 时容量允差为 $\pm 0.10\text{mL}$, 属于 B 类不确定度评定, 按三角分布 $K = \sqrt{6}$ 。实验室温度控制在 $25 \pm 3^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数是 2.1×10^{-4} , 属于 B 类不确定度评定, 按均匀分布, $K = \sqrt{3}$ 。对 100mL 容量瓶, 用纯水 10 次定容至刻度并称量, 得出平均值的标准偏差为 0.011mL, 故:

$$u_{1c1} = 0.10 \div \sqrt{6} \div 100 = 0.0041。$$

$$u_{1c2} = 2.1 \times 10^{-4} \times 3 \times 100 \div \sqrt{3} \div 100 = 0.00037。$$

$$u_{1c3} = 0.011 \div 100 = 0.00011。$$

故, 100mL 容量瓶引入的相对标准不确定度 u_{1c} 为:

$$u_{1c} = \sqrt{u_{1c1}^2 + u_{1c2}^2 + u_{1c3}^2} \\ = \sqrt{0.00041^2 + 0.00037^2 + 0.00011^2} = 0.00057$$

2.1.1.4 10mL 分度吸量管引入的不确定度 10mL 分度吸量管引入的不确定度是由示值误差引起的不确定度 u_{1d1} , 温度变化引起的不确定度 u_{1d2} , 读数重复性引起的不确定度 u_{1d3} 引入的。

在实验过程中使用的玻璃器皿均为 A 类, 根据《JJG196-2006 常用玻璃器皿》规定, A 级 10mL 分度吸量管容量允差为 $\pm 0.05\text{mL}$, 属于 B 类不确定度评定, 按三角分布 $K = \sqrt{6}$ 。通常实验室温度控制在 $25 \pm 3^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数是 2.1×10^{-4} , 属于 B 类不确定度评定, 按均匀分布, $K = \sqrt{3}$ 。对 10mL 分度吸量管, 用纯水 10 次定容至最大刻度并称量, 得出平均值的标准偏差为 0.005mL, 故:

$$u_{1d1} = 0.05 \div \sqrt{6} \div 10 = 0.0021。$$

$$u_{1d2} = 2.1 \times 10^{-4} \times 3 \times 10 \div \sqrt{3} \div 10 = 0.00037。$$

$$u_{1d3} = 0.005 \div 5 = 0.0010。$$

故, 10mL 分度吸量管引入的相对标准不确定度 u_{1d} 为:

$$u_{1d} = \sqrt{u_{1d1}^2 + u_{1d2}^2 + u_{1d3}^2} \\ = \sqrt{0.0021^2 + 0.00037^2 + 0.0010^2} = 0.0024$$

综上, 标准溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}(1)}$ 为:

$$u_{\text{rel}(1)} = \sqrt{u_{1a}^2 + u_{1b}^2 + u_{1c}^2 + u_{1d}^2} \\ = \sqrt{0.0035^2 + 0.0043^2 + 0.00057^2 + 0.0024^2} \\ = 0.0061$$

2.1.2 样品的重复测定引入的不确定度评定 在相同条件下, 对被测样品进行 11 次重复测定, Fe 的测定结果: 样品编号 176 平均值 $\bar{X}_{176} = 4.0$; 样品编号 462 平均值 $\bar{X}_{462} = 4.2$ 。

单次测量测量结果的标准偏差:

$$S(X) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (X_i - \bar{X})^2}{p-1}}$$

单次测量的标准不确定度: $u(X_{176}) = S(X_{176}) = 0.0009$; $u(X_{462}) = S(X_{462}) = 0.0007$; 平均值的标准偏差: $S(\bar{X}_{176}) = \frac{S(X_{176})}{\sqrt{P_{176}}} = \frac{0.0009}{\sqrt{11}} = 2.8 \times 10^{-4}$; $S(\bar{X}_{462}) = \frac{S(X_{462})}{\sqrt{P_{462}}} = \frac{0.0007}{\sqrt{11}} = 2.2 \times 10^{-4}$; 平均值的标准不确定度: $u(\bar{X}_{176}) = S(\bar{X}_{176}) = 2.8 \times 10^{-4}$; $u(\bar{X}_{462}) = S(\bar{X}_{462}) = 2.2 \times 10^{-4}$; 样品重复测定引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel(2)176} = \frac{u(\bar{X}_{176})}{C_{X_{176}}} = \frac{2.8 \times 10^{-4}}{4.0} = 0.000070;$$

$$u_{rel(2)462} = \frac{u(\bar{X}_{462})}{C_{X_{462}}} = \frac{2.2 \times 10^{-4}}{4.2} = 0.000053。$$

C_X 为样品测定值即

$$C_{X_{176}} = \bar{X}_{176} = 4.0; C_{X_{462}} = \bar{X}_{462} = 4.2。$$

2.1.3 工作曲线拟合引入的不确定度 采用 6 个浓度水平的铁标准溶液, 每个浓度水平用火焰法测定吸光度值 2 次, 结果见表 1。

表 1 工作曲线吸光度测定值
Table 1 Absorbance of standard solution

标准溶液浓度 C_i (mg/L)	吸光度 测定值 Y_i	$Y_i -$ ($bC_i + a$)	$[Y_i -$ ($bC_i + a$)] ²
0.0	0.0000	-0.00273	7.5×10^{-6}
0.2	0.0267	0.00022	4.9×10^{-8}
0.4	0.0503	0.00007	4.9×10^{-9}
0.6	0.0735	-0.00048	2.4×10^{-7}
0.8	0.0976	-0.00013	1.7×10^{-8}
1.0	0.1218	0.00032	1.1×10^{-7}

用最小二乘法进行拟合, 得到回归方程和相关系数。

$$Y = 0.11875X + 0.0027300$$

$$a = 0.0027300, b = 0.11875, r = 1.0000$$

吸光度测量的标准偏差:

$$S(Y) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [Y_i - (bC_i + a)]^2}{n-2}} = 0.0015$$

标准溶液平均浓度:

$$\bar{C} = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} = 0.5$$

标准溶液质量浓度差方和:

$$S_{CC} = \sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2 = 0.7$$

工作曲线拟合引入的相对标准不确定度 $u_{rel(3)}$ 为:

$$u_{rel(3)176} = \frac{S(Y)}{bC_{X_{176}}} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_{X_{176}} - \bar{C})^2}{S_{CC}}} = 0.014;$$

$$u_{rel(3)462} = \frac{S(Y)}{bC_{X_{462}}} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_{X_{462}} - \bar{C})^2}{S_{CC}}} = 0.014;$$

$p = 11$, 为样品测定次数。

$n = 6$, 为标准溶液测定次数。

2.1.4 分析仪器引入的不确定度 由日本岛津 AA-7000 原子吸收光谱仪的校准证书提供: 火焰法扩展不确定度 $U_{AA} = 0.008 \mu\text{g/mL}$ ($k = 2$)。

故, 由分析仪器引入的相对标准不确定度 $u_{rel(4)}$ 为:

$$u_{rel(4)} = \frac{U_{AA}}{k} = \frac{0.008}{2} = 0.004$$

2.1.5 吸光度量化误差引入的不确定度 此类不确定度属 B 类不确定度, 按均匀分布计算, $K = \sqrt{3}$, 日本岛津 AA-7000 原子吸收光谱示值分辨力为 0.0001 A, 区间半宽 $\alpha = \frac{0.0001}{2} = 0.000050$ 。

故, 吸光度量化引入的相对标准不确定度 $u_{rel(5)}$ 为:

$$u_{rel(5)} = \frac{\alpha}{k7} = \frac{0.000050}{\sqrt{3} \times 0.0062} = 0.00047$$

2.1.6 样品制备引入的不确定度 葡萄酒样品制样过程中引入的不确定度是由 5mL 分度吸量管的不确定度 u_{6a} 和 50mL 容量瓶的不确定度 u_{6b} 引入的。

2.1.6.1 5mL 分度吸量管引入的不确定度 5mL 分度吸量管引入的不确定度是由示值误差引起的不确定度 u_{6a1} , 温度变化引起的不确定度 u_{6a2} , 读数重复性引起的不确定度 u_{6a3} 引入的。

在实验过程中使用的玻璃器皿均为 A 类, 根据《JJG196-2006 常用玻璃器皿》规定, A 级 5mL 分度吸量管容量允差为 $\pm 0.025\text{mL}$, 属于 B 类不确定度评定, 按三角分布 $K = \sqrt{6}$ 。通常实验室温度控制在 $25 \pm 3^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数是 2.1×10^{-4} , 属于 B 类不确定度评定, 按均匀分布, $K = \sqrt{3}$ 。对 5mL 分度吸量管, 用纯水 10 次定容至最大刻度并称量, 得出平均值的标准偏差为 0.010mL, 故:

$$u_{6a1} = 0.025 \div \sqrt{6} \div 5 = 0.0021。$$

$$u_{6a2} = 2.1 \times 10^{-4} \times 3 \times 5 \div \sqrt{3} \div 5 = 0.00037。$$

$$u_{6a3} = 0.010 \div 5 = 0.0020。$$

故, 5mL 分度吸量管引入的相对标准不确定度 u_{6a} 为:

$$u_{6a} = \sqrt{u_{6a1}^2 + u_{6a2}^2 + u_{6a3}^2} = \sqrt{0.0021^2 + 0.00037^2 + 0.0020^2} = 0.0030$$

2.1.6.2 50mL 容量瓶引入的不确定度 50mL 容量瓶引入的不确定度是由示值误差引起的不确定度 u_{6b1} , 温度变化引起的不确定度 u_{6b2} , 读数重复性引起的不确定度 u_{6b3} 引入的。

在实验过程中使用的玻璃器皿均为 A 类, 根据《JJG196-2006 常用玻璃器皿》规定, A 级 50mL 容量瓶 20℃ 时容量允差为 $\pm 0.05\text{mL}$, 属于 B 类不确定度评定, 按三角分布 $K = \sqrt{6}$ 。通常实验室温度控制在 $25 \pm 3^\circ\text{C}$, 水的膨胀系数是 2.1×10^{-4} , 属于 B 类不确定度评定, 按均匀分布, $K = \sqrt{3}$ 。对 50mL 容量瓶, 用纯水 10 次定容至刻度并称量, 得出平均值的标准偏差为 0.006mL, 故:

表2 不确定度分量

Table 2 Uncertainty

不确定度分量	来源	相对标准不确定度	
		样品 176	样品 462
$u_{\text{rel}(1)}$	标准溶液配制引入的不确定度		0.0061
$u_{\text{rel}(2)}$	样品的重复测定引入的不确定度	0.000070	0.000053
$u_{\text{rel}(3)}$	工作曲线拟合引入的不确定度	0.014	0.014
$u_{\text{rel}(4)}$	分析仪器引入的不确定度		0.004
$u_{\text{rel}(5)}$	吸光度量化误差引入的不确定度		0.00047
$u_{\text{rel}(6)}$	样品制备引入的不确定度		0.0031

$$u_{6b1} = 0.05 \div \sqrt{6} \div 50 = 0.00041。$$

$$u_{6b2} = 2.1 \times 10^{-4} \times 3 \times 50 \div \sqrt{3} \div 50 = 0.00037。$$

$$u_{6b3} = 0.006 \div 50 = 0.00012。$$

故, 50mL 容量瓶引入的相对标准不确定度 u_{6b} 为:

$$u_{6b} = \sqrt{u_{6b1}^2 + u_{6b2}^2 + u_{6b3}^2} \\ = \sqrt{0.00041^2 + 0.00037^2 + 0.00012^2} = 0.00057$$

综上, 样品制备引入的不确定度 $u_{\text{rel}(6)}$ 为:

$$u_{\text{rel}(6)} = \sqrt{u_{6a}^2 + u_{6b}^2} = \sqrt{0.0030^2 + 0.00057^2} = 0.0031$$

2.1.7 合成标准不确定度 各不确定度分量见表2。故, 葡萄酒中铁含量检测结果的相对合成标准不确定度:

$$u_{\text{crel}(176)} = (u_{\text{rel}(1)}^2 + u_{\text{rel}(2)(176)}^2 + u_{\text{rel}(3)(176)}^2 + u_{\text{rel}(4)}^2 + u_{\text{rel}(5)}^2 + u_{\text{rel}(6)}^2)^{-1} = (0.0061^2 + 0.000070^2 + 0.014^2 + 0.004^2 + 0.00047^2 + 0.0031^2)^{-1} = 0.017$$

$$u_{\text{crel}(462)} = (u_{\text{rel}(1)}^2 + u_{\text{rel}(2)(462)}^2 + u_{\text{rel}(3)(462)}^2 + u_{\text{rel}(4)}^2 + u_{\text{rel}(5)}^2 + u_{\text{rel}(6)}^2)^{-1} = (0.0061^2 + 0.000053^2 + 0.014^2 + 0.004^2 + 0.00047^2 + 0.0031^2)^{-1} = 0.017$$

故, 样品合成标准不确定度:

$$u_{c176} = u_{\text{crel}(176)} \cdot C_{X_{176}} = 0.017 \times 4.0 = 0.068;$$

$$u_{c462} = u_{\text{crel}(462)} \cdot C_{X_{462}} = 0.017 \times 4.2 = 0.072$$

2.1.8 扩展不确定度 当置信概率为 95% 时, 包含因子 $k=2$, 故样品扩展不确定度:

$$u_{176} = k \cdot u_{c176} = 2 \times 0.068 = 0.14;$$

$$u_{462} = k \cdot u_{c462} = 2 \times 0.072 = 0.15$$

2.2 样品检测结果

综上, 火焰原子吸收光谱法测定样品葡萄酒中铁的含量分别为:

样品编号 176: $(4.0 \pm 0.14) \text{ mg/L}$, ($p=95\%$);

样品编号 462: $(4.2 \pm 0.15) \text{ mg/L}$, ($p=95\%$)。

2.3 讨论

综合以上各个不确定度分量的计算评定, 比较各不确定度分量结果(表2)可知, 火焰原子吸收光谱法测定葡萄酒中铁含量的过程中, 不确定度来源主要为标准溶液配制引入的不确定度和工作曲线拟合引入的不确定度。因此在校准曲线绘制过程中, 要使用计量检定合格的移液管、容量瓶等量具, 保证标准溶液的浓度准确无误。此外, 应熟练掌握移取的操作和读数技能, 同时保证移液管及容量瓶清洁, 防止因玷污、溶液挂壁而引起溶液移取体积有误差。

3 结论

实验分析结果表明, 火焰原子吸收光谱法测定葡萄酒中铁含量的不确定度来源主要为标准溶液配制引入的不确定度和工作曲线拟合引入的不确定度。采用本方法测定的两支葡萄酒样品中铁含量的扩展不确定度分别为 0.14 和 0.15 mg/L。

参考文献

- [1] 李湘利, 刘静. 葡萄酒铁破败的发病机理及综合性防治技术[J]. 酿酒, 2007, 34(6): 73-74.
- [2] 李华, 王华, 袁春龙, 等. 葡萄酒工艺学[M]. 北京: 科学出版社, 2007.
- [3] GB15037-2006. 葡萄酒[S].
- [4] GB/T 15038-2006. 葡萄酒、果酒通用分析方法[S].
- [5] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中的不确定度评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.
- [6] 国家质量技术监督局计量司. 测量不确定度评定与表示指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2000.
- [7] 中国实验室认可委员会. CNAS-GL05 测量不确定度要求的实施指南[M]. 北京: 中国质检出版社, 2011.

(上接第 296 页)

6:20-22.

[17] Sivakesava S, Irudayaraj J. Analysis of potato chips using FTIR photoacoustic spectroscopy[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2000, 80(12): 1805-1810.

[18] Fang J M, Fowler P A, Tomkinson J, et al. The preparation and characterization of a series of chemically modified potato starches[J]. Carbohydrate Polymers, 2002, 47(3): 245-252.

[19] Voort F R V D, Sedman J, Ismail L A A. A rapid FTIR quality-control method for determining fat and moisture in high-fat products[J]. Food Chemistry, 1993, 48(2): 213-221.

[20] Wilson R H, Tapp H S. Mid-infrared spectroscopy for food analysis: recent new applications and relevant developments in sample presentation methods[J]. Trends in Analytical Chemistry, 1999, 18(2): 85-93.