

白酒中甲醇快速测定法(变色酸法)

任静波 潘 锋 曹 君 葫芦岛市疾病预防控制中心 辽宁 葫芦岛市 125000

摘 要 本文叙述为了寻找简易、快速的检查食用酒中甲醇是否超标的方法,以控制不合格酒流入市场。我们采用变色酸法,对测定方法进行改进,可以达到要求,反应灵敏度达到 0.01%。本法适合大批量酒类限量甲醇测定普查。

关键词 变色酸 甲醇 乙醇

1 原理

甲醇在酸性条件下,被高锰酸钾化成甲醛,甲醛在硫酸溶液中与变色酸作用呈紫色反应。

2 试剂

2.1 5% 磷酸溶液 取 5mL 磷酸加水至 100mL。

2.2 5% 高锰酸钾溶液 取 5g 高锰酸钾加水溶解至 100mL。

2.3 20% 亚硫酸氢钠溶液 取 20g 亚硫酸氢钠加水溶解至 100mL

2.4 72% 硫酸溶液 取 72mL 浓硫酸加到 28mL 水中。

2.5 10% 变色酸溶液 取 10g 变色酸钠加水溶解至 100mL。

2.6 甲醇标准溶液 准确称取 1.00g 甲醇,用水稀释移入 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀即得,每毫升相当 10mg 甲醇(冰箱保存)。

2.7 甲醇标准使用液

2.7.1 准确吸取甲醇标准溶液 0.1mL,加 0.1mL 无甲醇的乙醇,加至 10mL, @mL 相当 0.1mg 甲醇。

2.7.2 准确吸取甲醇标准溶液 0.5mL,加 0.1mL 无甲醇的乙醇,加水至 10mL, @mL 相当 0.5mg 甲醇。

2.7.3 准确吸取甲醇标准溶液 1.0mL,加 0.1mL 无甲醇的乙醇,加水至 10mL, @mL 相当 1.0mg 甲醇。

2.8 无甲醇的乙醇。

3 样品处理 将样品加水稀释 10 倍后测定。

4 操作

4.1 取 10mL 具塞比色管,将样品稀释液和 3 种标准使用液各 2 滴分别加于试管中,立即加 5% 磷酸 3 滴,5% 高锰酸钾 2 滴,摇匀,放置 2min,加

20% 亚硫酸氢钠 1~2 滴褪色,加 72% 硫酸 4mL,10% 变色酸钠溶液 5 滴,摇匀,同时放沸水浴中 10min,取出比较。

4.2 结果比较

2.7.1 标准管呈浅紫红; 2.7.2 标准管呈紫红; 2.7.3 标准管呈深紫红。

4.3 样品管和标准管比较

如果和 2.7.1 相当,即每 100mL 酒中约含甲醇 10mg。

如果和 2.7.2 相当,即每 100mL 酒中约含甲醇 50mg。

如果和 2.7.3 相当,即每 100mL 酒中约含甲醇 100mg。

5 讨论

5.1 在行之有效当量乙醇存在可以促进甲醛的反应。如果乙醇量过高时,反应颜色变浅,乙醇量低时,反应颜色较深。

5.2 根据市场上食用酒浓度最高约 60%,为此,我们以无甲醇乙醇配制成 0, 10%, 20%, 30%, 40%, 50%, 60% 不同浓度的酒,加入相同量甲醇(每种浓度酒都配成 $10\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, $50\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$, $100\text{mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 三种甲醇浓度)进行试验,结果发现,酒精度对反应干扰很大。虽然甲醇含量相同,但低度酒色深,高度酒色浅,而且深浅之间差距很大。实验中还发现,在此条件下,各管均显混浊,放置后有的还产生沉淀,无法比较判断。如果将各份样品均稀释 10 倍,配制适当浓度标准液再进行比较,基本上消除了酒精度干扰,色液澄清,相同浓度甲醇各管基本一致,不同浓度甲醇区别明显,便于比较和判断。

5.3 标准管用纯水配,显色比相应样品管低,改加适量乙醇调整。

5.4 3 种浓度甲醇标准使用液即不超标、约超 5 倍和约超 10 倍。

5.5 本试验取用量很小,而且甲醇、乙醇易挥发,故加样后应立即加磷酸和高锰酸钾反应。

5.6 忌用直火加热 因硫酸量较多、浓度又高、试管小、直火加热难控制温度,不小心容易溅出伤人,不安全。另外,加热温度过高,部分炭化,紫红色中显出明显的褐色,影响色泽观察。

5.7 本试验操作方便,设备简单,作为普查时限量

测定,可使不含有甲醇和明显不超标的食用酒确定下来,也可使甲醇明显超标酒立即得到判断结果,如需准确定量时,再按国标进一步确定。

参考文献

- 1 中华人民共和国国家标准 .GB/T5009·1996 48-
- 2 分析化学·华东工学院分析化学教研组·1997,3

收稿日期:2003-01-16

运用 AFS-2202 双道原子荧光光度计测定甲鱼的汞

张永志 浙江省农业科学院农产品质量标准研究所 杭州 310021

摘要 本文研究了采用 AFS-2202 双道原子荧光光度计测定甲鱼中的汞,得出:1.5%硼氢化钾的 0.5% KOH 溶液,原子化器高度为 8mm,介质酸度为 10%,载气流速 $300\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$,等最佳的测定条件。该方法的线性范围为: $0 \sim 20\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$,检出限为 $0.08\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$,加标样测定回收率在 95%~105%之间。

关键词 AFS-2202 双道原子荧光光度计 Hg 甲鱼

汞是构成地球的元素之一,在自然界中主要以硫化汞的形式存在,在常温下,单质汞呈液态,比重为 13.6,熔点 -38.3°C ,沸点 356.6°C 。就现在所知,汞对于生物是一种剧毒的非必需元素^[1]。汞在工农业生产中有着广泛的用途,环境中的大气、水体、底泥、土壤和生物等都受到不同程度的污染。研究表明:水体受汞污染后经食物链能产生惊人的富集作用,如天然水中汞含量为 $0.01\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$ 时,经食物链,大鱼体内汞含量可高达 $1 \sim 10\text{mg} \cdot \text{Kg}^{-1}$,生物浓缩因素为 $10 \sim 100$ 万倍^[2]。上个世纪 80 年代末,科学家们发现,在北欧和北美这两上世界上最大的酸沉降区的一些偏远地区的湖泊中某些鱼种鱼体内的汞含量高得惊人,竟超过世界卫生组织建议的食用水产品汞含量标准^[3]。因此汞在水产品中含量的测定就显得意义重大。

目前,汞的测定方法主要有:比色法、分光光度法、原子吸收法、以及氢化物发生原子荧光法等。比色法操作复杂、灵敏度低;原子吸收法干扰大,对痕量汞的测定结果不太理想;而氢化物发生原子荧光法操作简便、快速,结果的准确度、精密度以及回收率都较为理想^[4],而且国产的 AFS-2202 双道原子荧光仪一般都能满足测定的要求。本文对应用 AFS-2202 双道原子荧光仪测定甲鱼体内的总汞

含量的方法进行研究,取得满意的结果。

1 实验部分

1.1 主要仪器和试剂

AFS-2202 双道原子荧光光度计(北京海光仪器公司),Hg 空心阴极灯(北京有色金属研究总院),蛇型冷凝管,磨口平底烧瓶(250mL),可调温电炉。

硝酸(优级纯),高氯酸(优级纯)。

0.5%氢氧化钾溶液:称取 5.00g 氢氧化钾(分析纯)溶于 300mL 容量瓶中用去离子水定容到刻度线。1.5%硼氢化钾溶液:称取 1.5g 的氢氧化钾(分析纯)溶于 100mL 0.5%的氢氧化钾溶液中,现用现配。

Hg 贮备液(国家标准物质研究中心) $1000\mu\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$,在绘制校准曲线时在按照要求逐级稀释到相应的浓度,最好现用现配。

1.2 样品的处理

先将甲鱼宰杀后,用不锈钢刀将甲鱼肉切碎,称取 5.000g 左右的样品于 250mL 的烧瓶中,加入 10mL 硝酸、2.5mL 高氯酸,放置过夜,在烧瓶上接冷凝管,放在可调温电炉上先低温(150°C 左右)清煮 30min,这时会有大量的棕色气体,待剧烈反应过后,提高温度在 250°C 再清煮 1h,停止加热,待冷却