

紫外可见分光光度法测蒸馏酒及配制酒中的甲醇

Determination of Methyl Alcohol of Distilled Wines and Mixed Wines with Uv - VIS Spectrophotometer

钟秋娟

(江西省吉安市质量技术监督检测中心,江西吉安 343000)

摘要:甲醇经氧化成甲醛后,与品红亚硫酸作用生成蓝紫色化合物,与标准系列比较定量。

关键词:紫外可见分光光度计;蒸馏酒;配制酒;甲醇

1 实验仪器与试剂

1.1 实验仪器:紫外可见分光光度计

1.2 实验试剂

(1)高锰酸钾-磷酸溶液:称取 3g 高锰酸钾,加入 15ml 磷酸(85%)与 70ml 水的混合液中,溶解后加水至 100ml,贮于棕色瓶内,防止氧化力下降,保存时间不宜过长。

(2)草酸-硫酸溶液:称取 5g 无水草酸($H_2C_2O_4$)或 7g 含 2 分子结晶水的草酸($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$),溶与硫酸(1+1)中至 100ml。

(3)品红-亚硫酸溶液:称取 0.1g 碱性品红研细后,分次加入 60ml 80℃ 的水,边加入水边研磨使其溶解,用滴管吸取上层溶液滤于 100ml 容量瓶中冷却后加 10ml 亚硫酸钠溶液(100/L),1ml 盐酸,再加水至刻度,充分混匀,放置过夜,如溶液有颜色,可加少量活性炭搅拌后过滤,贮于棕色瓶中,置暗处保存,溶液显红色时应弃去重新配制。

(4)甲醇标准溶液:称取 1.000g 甲醇,置于 100ml 容量瓶中,加水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 10.0mg 甲醇,置低温保存。

(5)甲醇标准使用液:吸取 10.0ml 甲醇标准溶液置于 100ml 容量瓶中,加水稀释至刻度,再取 25.0ml 稀释液置于 50ml 容量瓶中,加水至刻度,该溶液每毫升相当于 0.50mg 甲醇。

(6)无甲醇的乙醇溶液:取 0.3ml 按操作方法检查,不应显色,如显色需进行处理,取 300ml 乙醇(95%),加高锰酸钾少许,蒸馏,收集馏出液,在馏出液中加入硝酸银溶液(取 1g 硝酸银溶于少量水中)和氢氧化钠溶液(取 1.5g 氢氧化钠溶于少量水中),摇匀,取上清液蒸馏,弃去最初 50ml 馏出液,收集中间馏出液约 200ml,用酒精比重计测其浓度,然后加水配成无甲醇的乙醇(体积分数为 60%)。

(7)亚硫酸钠溶液(100g/L)。

2 分析与步骤

根据试样中乙醇浓度适当取样(乙醇浓度:30%,取

1.0ml;40%,取 0.80ml;50%,取 0.60ml;60%,取 0.50ml),置于 25ml 具塞比色管中。

着色或浑浊的蒸馏酒和配置酒,应先吸取 100ml 试样于 250ml 或 500ml 全玻璃蒸馏器中,加 50ml 水,再加入玻璃珠数粒,蒸馏,用 100ml 容量瓶收集馏出液 100ml,然后再按上述取样体积取样,吸取 0,0.20,0.40,0.60,0.80,1.00ml 甲醇标准使用液(相当 0,0.10,0.20,0.30,0.40,0.50mg 甲醇)分别置于 25ml 具塞比色管中,并加入 0.5ml 无甲醇的乙醇(体积分数为 60%)。

于试样管及标准管中各加水至 5ml,再依次各加 2ml 高锰酸钾-磷酸溶液,混匀,放置 10min,各加 2ml 草酸-硫酸溶液,混匀使之褪色,再各加 5ml 品红-亚硫酸溶液,混匀,与 20℃ 以上静置 0.5h,用 2cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 590nm 处测吸光度,绘制标准曲线比较,或与标准系列目测比较。

3 结果计算

试样中甲醇的含量按下式进行计算

$$X = \frac{m}{V \cdot 10} \times \frac{60}{\text{实测酒度}}$$

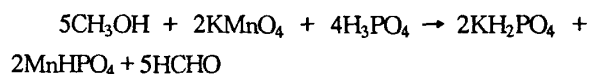
式中: X—试样中甲醇的含量,单位为克每百毫升(g/100ml); m—测定试样中甲醇的含量,单位为毫克(mg); V—试样体积,单位为毫升(ml)。

计算结果保留两位有效数字

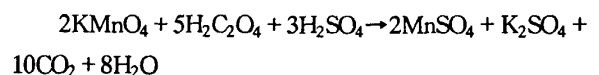
精密密度:在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的:含量 ≥ 0.10 g/100ml 为 $\leq 15\%$;含量 < 0.10 g/100ml 为 $\leq 20\%$ 。

4 有关化学反应

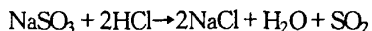
4.1 高锰酸钾在磷酸溶液中氧化甲醇为甲醛:



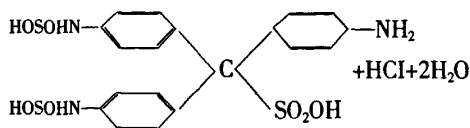
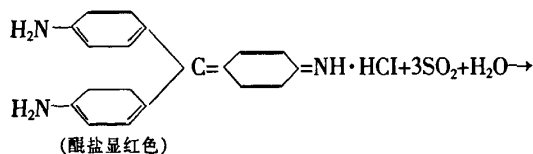
4.2 过量的高锰酸钾被草酸还原除去有色物质:



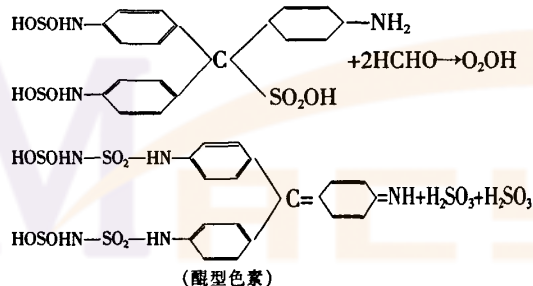
4.3 亚硫酸钠与盐酸作用防出二氧化硫:



4.4 碱性品红与亚硫酸作用生成无色非醌化合物。



4.5 无色品红亚硫酸与甲醛作用后,失去与碳结合的磺酸基分子而成醌型结构的化合物,显蓝紫色。



5 注意事项

(1)温度的影响:当试验加入草酸硫酸溶液褪色放出热量,温度升高,此时需适当冷却,才能加入亚硫酸品红溶液,亚硫酸品红显色时,温度最好控制在20℃以上,温度越低,所需显色时间越长。反之,相反,但显色的稳定段也短,另外,标准管和式样管显色温度之差不应超过

1℃,因为温度对吸光度有影响。

(2)酸度的影响:试验显色时酸度过低,甲醛和亚硫酸显色就不完全,酸度过高反而会降低显色灵敏度。

(3)草酸-硫酸溶液的浓度影响:在配制该溶液时,所称取的草酸量一定要准确,如果过量,溶液浓度过高,过剩的草酸将品红亚硫酸还原而成红色,反之就不能使溶液褪色。

(4)试剂称取量的影响:试剂碱性品红的称取量不可过量,否则褪色困难。

(5)品红亚硫酸溶液最好新配制,在常温下最多放置1-2天,而且要避光存放。

(6)甲醇与乙醇的关系:甲醇显色灵敏度与乙醇浓度有密切的关系,试样显色灵敏度随乙醇的浓度改变而改变,乙醇浓度越高,甲醇显色灵敏度越低,当乙醇浓度在50%-60%,甲醇显色灵敏度最高,故在操作中试样管与标准管显色时乙醇浓度应严格控制一致。

(7)严格遵守显色半小时后比色:酒中的醛类以及经高锰酸钾氧化其他醇生成的醛(乙醛等),与品红亚硫酸作用也显色,但是,在一定浓度的硫酸酸性下,除甲醛可以形成经久不变的蓝紫色外,其他醛所形成的色泽会慢慢消退,因此,必须严格遵守显色半小时后测定吸光度的规程。

(8)此外,为了减少器皿和仪器所带来的误差,还要求:①检测所用不同规格的吸管必须校准使用;②玻璃器皿要求清洁透明不挂水珠;③分光光度计应预热足够时间后再进行测定。

作者简介:钟秋娟,女,工程师。工作单位:江西省吉安市质量技术监督检测中心。通讯地址:343000 江西省吉安市吉州区石阳路21号。

收稿时间:2008-12-24

(上接第21页)

4 结论

通过对家用太阳热水系统分别采用排水法和混水法进行得热量试验的分析,可得到以下结论:(1)根据相关标准要求,混水法和排水法都可用来测试太阳能热水器的得热量,混水法只能用于样品单天性能试验,排水法同时可用于样品单天和多天性能测试,但在实际测试中,混水法没有计入系统集成热器中所带的热量,它只是测试系统水箱的得热量,而排水法则能测试系统的得热量;(2)和混水法相比,进行排水法时,工质的流量应较为稳定、较少波动,才能减少误差,这对测试装置的精度和稳定性要求较高;(3)从上述试验来看,如果大部分产品采用排水法检测,就很容易就达到国家标准的要求,建议在相关国家标准中,对排水法和混水法的限值进行分别规定;

(4)实际上,混水法测试了太阳能热水器真正能够提供给用户的热量,而排水法则测试了热水器本身能够产生的热量,因此,这两种方法的测试目的并不相同,在相关标准中应加以区分;(5)若采用混水法测试太阳能热水器整机的得热量,应计入热水器集热系统中所带热量,那么可采用本文3.2节中提出的方法。

参考文献

[1]魏凤,张晓黎,辛礼,周黎.可再生能源发展对我国能源结构的影响.阳光能源,2006,4:65-67.

[2]魏凤,张晓黎,辛礼.环境条件对全玻璃真空太阳能热水系统热性能的影响.能源技术,2006,27(2):63-65.

作者简介:魏凤,女,高级工程师。工作单位:湖北省产品质量监督检验研究院。通讯地址:430061 湖北省武汉市武昌区公平路6号。

吕晓华,湖北省产品质量监督检验研究院(武汉 430061)。

收稿时间:2009-01-04

紫外可见分光光度法测蒸馏酒及配制酒中的甲醇

作者: [钟秋娟](#)
作者单位: [江西省吉安市质量技术监督检测中心, 江西, 吉安, 343000](#)
刊名: [计量与测试技术](#)
英文刊名: [METROLOGY & MEASUREMENT TECHNIQUE](#)
年, 卷(期): 2009, 36(5)
被引用次数: 0次

本文链接: http://d.g.wanfangdata.com.cn/Periodical_jlycsjs200905011.aspx

授权使用: 中国热带农业科学院(rdnykxykxs), 授权号: 9695bcf8-0d7e-4ebd-873c-9dac011167c7, 下载时间: 2010年7月7日

