

分光光度法测定白酒中乙醇的含量

张建夫¹,任凯¹,周华伟¹,王振领²

(1.周口师范学院化学系,河南 周口 466001;2.周口师范学院稀土功能材料及应用重点实验室,河南 周口 466001)

摘要: 根据乙醇可以被酸性高锰酸钾溶液氧化,使酸性高锰酸钾溶液吸光度降低的原理,建立了测定白酒中乙醇含量的新方法。结果表明,可以乙醇的量(C)与酸性高锰酸钾溶液吸光度的降低(ΔA)建立一个标准曲线,且 ΔA 与C成线性关系, $Y=0.0478X+0.6239$, $R=0.9997$,测定的线性范围为4.830~21.13 mg,方法检出限为0.0262 mg/mL,相对标准偏差为3.2%。

关键词: 分光光度法; 测定; 乙醇

中图分类号: O657.3; TS261.7; TS262.3

文献标识码: A

文章编号: 1001-9286(2013)05-0102-03

Determination of Ethanol Content in Liquor by Spectrophotometry

ZHANG Jianfu¹, REN Kai¹, ZHOU Huawei¹ and WANG Zhenling²

Department of Chemistry, Zhoukou Normal University, Zhoukou, Henan 466001; 2 Key Lab of Rare Earth Functional Materials and Application, Zhoukou Normal University, Zhoukou, Henan 466001, China)

Abstract: Based on the fact that ethanol can be oxidized by acidic potassium permanganate solution and further reduce the absorbance of acidic potassium permanganate solution, a new method to measure ethanol content in liquor had been developed. The experimental results suggested that the standard curve could be established based on the amount of ethanol (C) and absorbance reduction (ΔA) of the acidic potassium permanganate solution, and the linear relations of ΔA and C was: $Y=0.0478X+0.6239$, $R=0.9997$ in the range of 4.830~21.13 mg with the detection limit of 0.0262 mg/mL, and the relative standard deviation was 3.2%.

Key words: spectrophotometry; determination; ethanol

白酒为人类生活中的嗜好品,乙醇则是白酒的重要指标。白酒中乙醇含量的测定方法很多,如国家标准酒精计法^[1],此方法比较费力、费时,而且测定的结果只能保留一位小数;近红外光谱法测定白酒中乙醇的含量是比较常用的分析方法^[2],但该方法需要先完成大批量的实验以建立化学剂量的模型,比较费时;此外,诸如吸光度法^[3]、气相色谱法^[4-6]、比重法^[7]等也都各具优缺点。本研究是在硫酸介质中,利用高锰酸钾可定量氧化乙醇,其吸光度的变化值与乙醇浓度成线性关系,建立了测定白酒中乙醇含量的新方法,该方法快捷、准确、灵敏度高。

1 材料与方法

1.1 样品、仪器与试剂

酒样: 选取不同品牌酒样进行实验。

仪器设备: HH-S 恒温水浴锅(江苏省金坛市医疗仪器厂); SpectrumLab 22PC 分光光度计(上海棱光技术有限公司); 电子天平(赛多利斯科学仪器(北京)有限公司); 容量瓶: 100 mL; 移液管: 10 mL (2支), 5 mL、1 mL

(各1支); 10 mL 比色管若干; 150 mL 烧杯若干; 100 mL 量筒; 洗瓶; 玻璃棒; 洗耳球等。

试剂: 浓 H_2SO_4 ; 无水乙醇; 甲醇; $KMnO_4$; 蒸馏水等, 所用试剂均为分析纯。

1.2 实验方法

1.2.1 标准曲线的制定

①乙醇标准溶液的配制

取 0.6037 g 无水乙醇于 100 mL 容量瓶中, 加蒸馏水定容配制成标准溶液。

② $KMnO_4$ 标准溶液的配制

称取 0.0140 g $KMnO_4$ 固体于烧杯中加蒸馏水溶解, 边搅拌边加入 10 mL 浓 H_2SO_4 , 然后再加入蒸馏水至 100 mL。

③取 A、B 两组 10 mL 比色管

A 组: 分别加入 0.8 mL、1.0 mL、1.2 mL、1.4 mL、1.5 mL、1.7 mL、1.9 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL、3.5 mL 乙醇标准溶液, 4.0 mL $KMnO_4$ 标准溶液, 加蒸馏水至刻度。

基金项目: 周口师范学院应用化学重点学科资助。

收稿日期: 2012-10-24

作者简介: 张建夫(1965-), 男, 河南鹿邑人, 高级实验师, 硕士。

B组:加入 4.0 mL KMnO_4 标准溶液,加蒸馏水至刻度。

两组比色管在 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中加热 10 min,流水冷却 10 min。在 522 nm 下,以蒸馏水作参比,测定各组的吸光度。

④以所取乙醇标准溶液的体积为横坐标,以 $\Delta A=A_1-A_2$ 为纵坐标(A_1 为高锰酸钾溶液的吸光度, A_2 为高锰酸钾与乙醇反应后的吸光度),做标准工作曲线,见图 1。

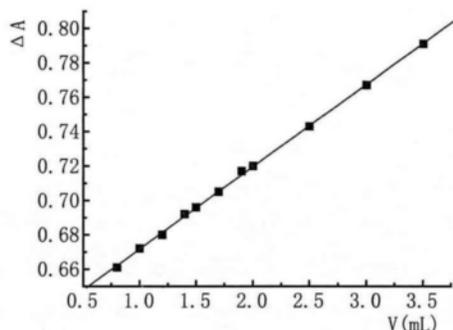


图 1 标准曲线

曲线方程为: $Y=0.0478X+0.6239, R=0.9997$ 。

1.2.2 酒样的测定

①酒样溶液的配制

取 2 mL 酒样于 100 mL 容量瓶中,加蒸馏水定容配成酒样溶液。

②取 1 号、2 号 2 支 10 mL 比色管

1 号:加入 1.5 mL 酒样溶液,4.0 mL KMnO_4 标准溶液,加蒸馏水至刻度;

2 号:加入 4.0 mL KMnO_4 标准溶液,加蒸馏水至刻度;

2 支比色管在 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中加热 10 min,流水冷却 10 min。在 522 nm 下,以蒸馏水作参比,测定各组的吸光度。

表 1 不同酒样溶液对应的 ΔA

项目	酒 样		
	老村长	沱牌贵缘	茅台迎宾酒
酒精度(%vol)	48	50	53
ΔA	0.716	0.717	0.722
计算值(度)	49.33	49.88	52.54

1.2.3 计算公式

$$\text{酒精度 } X = \frac{M \times 100 \times 100}{V \times V_0 \times 0.79} \times 100\%$$

式中: X——100 mL 溶液中所含乙醇的体积数, %vol;

M——由标准曲线计算所得酒样溶液中乙醇的质量, g;

V——所取酒样的体积, mL;

V_0 ——所取酒样稀释后的体积, mL;

0.79—— $20\text{ }^\circ\text{C}$ 时乙醇的密度, g/mL。

2 结果与讨论

2.1 酒样的酒精度

根据酒样溶液的吸光度,可以计算出酒样溶液中乙醇含量,然后带入公式,可以得出酒样的酒精度。

2.2 测定条件的优化

2.2.1 KMnO_4 标准溶液的最大吸收波长

取 0.0106 g KMnO_4 固体于 50 mL 蒸馏水中,加入 10 mL 浓硫酸,再加蒸馏水至 100 mL,取 1 支 10 mL 比色管,加入 2 mL KMnO_4 溶液,加蒸馏水至刻度,以水作参比溶液,其波长与吸光度 A 的关系见图 2。

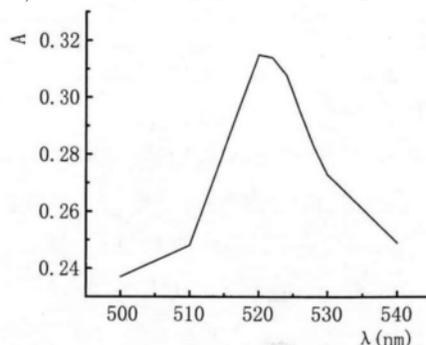


图 2 KMnO_4 标准溶液的最大吸收波长

图 2 结果表明,随着吸收波长的增加吸光度 A 呈现先增大后减小的变化,在波长为 522 nm 处吸光度 A 为最大值。

2.2.2 最佳反应温度

每组分别在 $50\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $60\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $70\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $80\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $90\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中加热 10 min,流水冷却 10 min,以水作参比,所得相关结果见图 3。图 3 结果表明,在 522 nm 下测定吸光度,随温度升高 A 值减小、 ΔA 增大, $100\text{ }^\circ\text{C}$ 时 ΔA 值稳定。

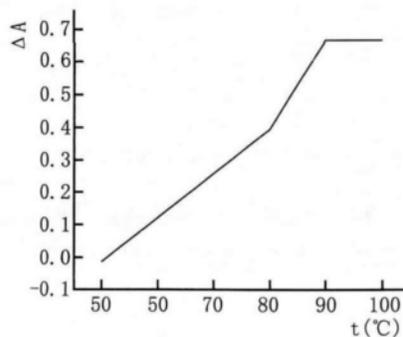


图 3 反应温度与吸光度的关系

2.2.3 最佳反应时间

每组分别在 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中加热 6 min、8 min、10 min、12 min、14 min,流水冷却 10 min,以水作参比,所得时间与吸光度的关系见图 4。图 4 结果表明,在 522 nm 下测定吸光度,随反应时间增加 A 值减小、 ΔA 增大,反应

10 min 后 ΔA 值基本稳定。

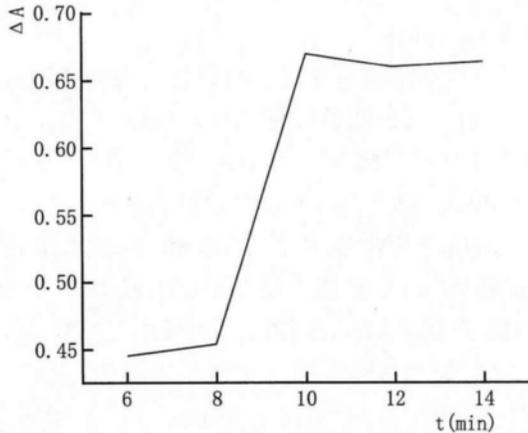


图4 反应时间与吸光度的关系

2.2.4 最佳反应酸度

每组分别在 100 °C 水浴中加热 10 min, 流水冷却 10 min, 以水作参比, 所得浓硫酸的量与吸光度的关系见图 5。图 5 结果表明, 在 522 nm 吸光度处, 随硫酸量的增加 A 值减小, ΔA 增大, 加硫酸 10 mL 后 ΔA 值稳定。

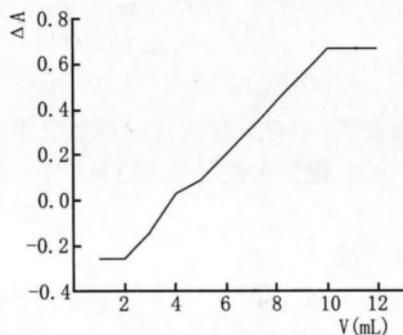


图5 浓硫酸的用量与吸光度的关系

2.2.5 共存物的影响

根据上述实验方法, 分别测得在乙醇标样中添加甲醇、乙酸乙酯对 A 值的影响, 随着添加量的增加, A 值有所增加, 但是变化甚微。一般情况下乙醇中甲醇、乙酸乙酯等的含量甚少, 相对误差小于 $\pm 5\%$, 此影响可忽略不计。

2.2.6 样品分析

取 5 mL 酒样于 100 mL 容量瓶中, 加蒸馏水至刻度

为酒样溶液, 取 0.2 mL 酒样溶液, 按实验方法测定乙醇的含量, 回收率为 97.6%。相对标准偏差为 3.2%, 与酒精比重法测定结果基本吻合, 因此, 本法适用于白酒中乙醇含量的测定。样品分析结果见表 2。

表2 样品分析结果

样 品	样品		
	白酒样1	白酒样2	白酒样3
本法 (% vol)	49.33	49.88	52.54
RSD (%)	2.6	1.9	4.2
测得值* (% vol)	9.8	9.9	9.5
回收率 (%)	98	99	95
比重法 (% vol)	48.1	49.2	53.3

注: *为加入乙醇标准 10.0 % vol。

3 结论

本实验通过研究高锰酸钾在一定的酸度条件下, 定量氧化乙醇从而吸光度有所改变, ΔA 与乙醇浓度有线性关系, 建立了测定白酒中乙醇含量测定的分析方法。在波长为 522 nm 处对体系的反应条件诸如反应温度、反应时间、体系酸度等进行优化, 得出最优条件为: 反应温度为 100 °C, 反应时间为 10 min, 浓硫酸为 10 mL。通过测定酒样结果与酒精比重法对照得出结论, 本法适用于白酒中乙醇含量的测定, 结果令人满意。

参考文献:

- [1] 谢文, 丁慧瑛, 章晓氢. 葡萄酒、果酒中乙醇含量的测定方法[J]. 色谱, 2004, 22(5): 561.
- [2] 李代喜, 吴智勇, 徐端均, 等. 啤酒主要成分的近红外光谱法测定[J]. 分析化学, 2004, 32(8): 1070-1073.
- [3] 戴贵生, 彭榕妹, 邓湘卫, 等. 曙红内酯吸光度法测定酒中乙醇含量[J]. 理化检验——化学分册, 1996, 31(4): 226.
- [4] 迪克斯 DJ, 尼柯拉斯 PV. 无锡轻工业学院译. 食品分析的气相色谱法[M]. 北京: 轻工业出版社, 1997: 342.
- [5] 沈敏, 吴侔天. 血、尿中乙醇含量的测定及其评价[J]. 法医学杂志, 1989, 5(4): 11-15.
- [6] 李周儒, 于常州, 蔡红星. 顶空气相色谱法测定血液中乙醇含量的探究[J]. 徐州医学院学报, 2008, 28(11): 710-712.
- [7] GB/T 5009.48—2003, 蒸馏酒与配制酒卫生标准的分析方法[S].

(上接第 101 页)

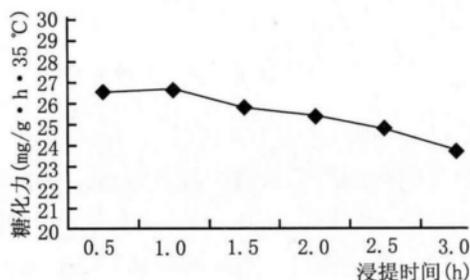


图3 糖化力与浸提时间的关系

法的检测结果为研究酒醅在窖内的发酵过程, 跟踪酒醅的酶活力变化等提供了实验数据和理论依据。

参考文献:

- [1] 沈怡方. 白酒生产技术全书[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1998.
- [2] 蔡定域. 实用白酒分析[M]. 成都: 成都科技大学出版社, 1994.
- [3] 罗立新, 姜文勇, 等. 酶制剂技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008.