

酒中锰的测定方法探讨

刘丽珍 赵金贵 内蒙古自治区卫生防疫站 (010020)
刘冬冬 聂茉莉
张继红 呼和浩特市卫生防疫站 (010020)

目前使用的酒中锰的过碘酸钾氧化比色法灵敏度低,不适于超标值的判定。本文提出并研究了酒中锰的过硫酸铵—银盐氧化法,与过碘酸钾氧化法进行对照。本法精密度 CV % 小于 4.96,加入 3 种浓度标准的平均回收率为 100.3% ~ 101.1%,本法操作简便、快速、实用,适用于酒中锰的比色测定。

1 材料与方 法

1.1 实验原理 试样经硝酸—硫酸消解后,在酸性介质中,在室温条件下,用过硫酸铵—银盐将 2 价锰氧化成高锰酸,其紫红色的色泽深度与锰的含量成正比,以此进行比色测定。

1.2 试剂

硝酸银溶液 浓度 1% 贮于棕色瓶中,并滴加硝酸数滴。

20% 过硫酸铵溶液

锰标准溶液 精密称取 0.2746g 经 400 ~ 700 °C 灼烧至恒重的硫酸锰或精密称取 0.3073g 1 分子水硫酸锰 (MnSO₄·H₂O),0.4055g 4 分子水硫酸锰, (MnSO₄·4H₂O) 加水溶解后移入 100mL 容量瓶中加入 3 滴硫酸,再加水稀释至刻度。此溶液每毫升含 1mg 锰。

锰标准使用液 10 μg/mL,临用时配制。

1.3 方法

样品消化 取酒样 25mL 于定氮瓶中,加数粒玻璃珠,小火加热除去酒精,放冷。加入 10mL 硝酸、2.5 或 5.0mL 硫酸消化。消化液定容于 50mL 容量瓶中,同时做试剂空白。

测定 视样品含量高低吸取 10.0mL 或 5.0mL 消化液, (含硫酸 0.5mL) 于 25mL 比色管中,加水至总体积为 10.5mL。

取 0.0,0.5,1.0,1.5,2.0,2.5mL 锰标准使用液 (相当于 0,5,10,15,20,25 μg 锰) 于 25mL 比色管中,加水至 8.5mL,加 1:3 硫酸 2mL,混匀。

于样品及标准管中分别加入 1% 硝酸银溶液及 20% 过硫酸铵溶液各 1mL,混匀,放置 20min,用 3cm 比色杯于波长 530nm 处测吸光度,绘制标准曲线比较定量。

计算

$$X = \frac{A \times 1000}{V_1 \times \frac{V_3}{V_2} \times 1000}$$

式中: X—样品中锰含量, mg/L;

A—测定样品消化液中锰含量, μg;

V₁—样品体积;

V₂—样品消化液总体积, mL;

V₃—测定用消化液体积, mL。

2 结果

精密度实验 采取不同浓度,不同时间做 11 次测定,其变异系数 (CV%) 小于 4.96%,结果见表 1。

表 1 精密度实验

含量 μg	5	10	15	20	25
\bar{X}	5.04	9.87	14.98	20.09	24.93
S	0.25	0.38	0.35	0.32	0.24
CV%	4.96	3.85	2.34	1.59	0.96

准确度实验 于 6 份白酒样品中加入不

同量的锰标准品，测得平均回收率为 100.3% ~ 100.1%，结果见表 2。

表 2 6 份酒样加入不同量的锰标准品的回收率

样品本底	μg					
	添加 2.5 μg		添加 5.0 μg		添加 10.0 μg	
	锰的测定值	回收率 %	锰的测定值	回收率 %	锰的测定值	回收率 %
4.25	6.75	100	9.0	95	14.25	100
2.0	4.5	100	7.1	102	11.75	97.5
3.75	6.4	106	8.5	95	13.75	100
4.0	6.3	92	8.5	90	14.5	105
2.5	5	100	8.0	110	12.5	100
2.0	4.6	104	7.6	112	12.4	104
平均		100.3		100.6		101.1

检出限 对空白溶液 22 次测定值经统计学处理， $S=0.127$ ，检出限为 $0.58 \mu\text{g}$ 。

对照实验 用本法与过碘酸钾法对同一样品分别做 11 次测定，经统计学处理 $t=1.74, t < t_{0.05, 20}=2.09, P > 0.05$ ，即 2 法测定结果无显著性差异，但从精密度及吸光度范围来看，本法明显优于过碘酸钾法，结果见表 3。

表 3 本法与过碘酸钾法结果比较

测定次数	吸光度范围	含量范围 (μg)	均值	S	
本法	11	0.09 ~ 0.10	9.0 ~ 10.0	9.63	0.32
KIO ₃ 法	11	0.045 ~ 0.055	8.2 ~ 10.0	9.37	0.67

3 讨论

酒中锰含量标准为 $<2\text{mg/L}$ ，目前采用的

过碘酸钾氧化比色法标曲范围在 $10 \mu\text{g} \sim 50 \mu\text{g}$ ，按方法规定，实测中取相当于 4mL 酒样的消化液测定，则测得量相当于 $8 \mu\text{g}$ 即超标，此值在标准曲线下限外缘，仪器光密度也只有 0.04 左右，正是误差较大区，在判定样品是否超标时，易引起混乱，选用本法，光密度可提高到 0.1 左右，有利于改善这一状况，在实际工作中有实用价值。

6 参考文献

- 1 徐盘明，工厂实用化学，江苏省机械工程学会理化检验分会，1980.187 ~ 188
- 2 中华人民共和国卫生部，蒸馏酒及配制酒卫生标准的分析方法，GB 5009.48—85.1985—05—16
- 3 王叔琼，食品分析数理统计与质量控制，人民卫生出版社，1991.12:18 ~ 23