

乙酰丙酮法测定啤酒中甲醛的改进

刘 军(重庆市永川区疾病预防控制中心 402160)

【摘要】 目的 乙酰丙酮法测定啤酒中甲醛的方法改进。**方法** 甲醛在过量乙酸铵的存在下,与乙酰丙酮和氯离子生成黄色的 3,5-二乙酰基本 1,4 二吡啶化合物,在 415 nm 处有最大吸收,颜色的深浅与甲醛含量成正比。**结果** 甲醛含量与吸光度的线性关系比较好,每次测得的数据都比较接近,用直线回归方程法, $r=0.9997$ 。**结论** 乙酰丙酮法干扰少,稳定,效果好,改进后比改进前的回收率更好。

【关键词】 啤酒; 甲醛; 乙酰丙酮法

DIO:10.3969/j.issn.1672-9455.2010.16.056

中图分类号:R155.59

文献标志码:B

文章编号:1672-9455(2010)16-1755-01

全国啤酒行业禁止使用甲醛,但是一些啤酒厂家在生产过程中仍往啤酒里加甲醛,可以通过化学反应,去除多酚,避免絮状沉淀,增加啤酒的透明度和稳定性。甲醛已被国际癌症研究机构确定为可疑致癌物,甲醛的危害主要是针对肝脏,在夏季大量饮用含甲醛的啤酒会增加肝脏的负担,长期饮用还会影响生殖能力。这样对啤酒中甲醛的残留量的分析就很重要。作者对应用乙酰丙酮法^[1]检测啤酒中的甲醛进行了多次实验,并在该方法的基础上对样品的前处理做了进一步的改进以达到更好的效果,现报道如下。

1 实验部分

1.1 仪器与主要试剂 甲醛标准溶液 1.0 μg/mL; 20% 磷酸水溶液,乙酰丙酮溶液;称取 0.4 g 新蒸馏的乙酰丙酮和 25 g 醋酸铵,3 mL 冰醋酸溶于水中,加水至 200 mL 备用(用时配制)。水蒸气蒸馏装置;722 分光光度计;500 mL 蒸馏瓶。

1.2 实验步骤

1.2.1 标准曲线的绘制 准确吸取 1.0 μg/mL 甲醛标准溶液 0.00、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 mL 分别移入 25 mL 比色管中,加水至 10 mL,加入 2 mL 乙酰丙酮溶液,摇匀,在沸水浴中加热 10 min,取出冷却,于 722 分光光度计,波长 415 nm 处测定吸光度值,然后绘制标准曲线。

1.2.2 样品前处理^[2] 吸取已除去二氧化碳的啤酒 25 mL,移入 500 mL 蒸馏瓶中,加入 20% 磷酸溶液 20 mL,于水蒸气

蒸馏装置中加热蒸馏,接受器中加 5~10 mL 水收集,收集馏出液于 100 mL 容量瓶中(约 100 mL),冷却后加水稀释至刻度。

1.2.3 样品测定^[3] 吸取蒸馏液 10 mL,置于 25 mL 比色管中,加入 2 mL 乙酰丙酮溶液;摇匀,在沸水浴中加热 10 min,取出冷却,于分光光度计波长 415 nm 处测定吸光度值。

1.3 计算 $X=A/V$ 。式中: X 为试样中甲醛的含量,单位为 mg/L; A 为从标准曲线上查出的相当的甲醛的质量,单位为 μg; V 为测定样液中相当的试样体积,单位为 mL。

2 结果

2.1 标准曲线的绘制 对标准系列进行 10 次实验得到吸光度值的平均值,标准系列的甲醛含量与吸光度的线性关系比较好,每次测得的数据都比较接近,用直线回归方程法, $r=0.9997$ 。

2.2 样品前处理问题 乙酰丙酮法测甲醛方法中蒸馏一次即定容测定。对此进行了多次实验,回收率仅达 76% 左右,后改成蒸馏 3 次(即在接受器中加 5~10 mL 水收集,收集约 50 mL 冷凝水后从分液漏斗补加 25 mL 水,先收集 25 mL 蒸馏冷凝液,再加 25 mL 水,再收集 25 mL 蒸馏液,收集馏出液于 100 mL 容量瓶中,冷却后加水稀释至刻度),回收率达 96%~100% 左右。

2.3 改进前和改进后乙酰丙酮法回收试验 结果见表 1。

表 1 改进前和改进后乙酰丙酮法回收试验结果

编号	改进前乙酰丙酮法				改进后乙酰丙酮法			
	样品含量 (μg · 10 mL ⁻¹)	加标量 (μg · 10 mL ⁻¹)	回收率(%)	均值%	样品含量 (μg · 10 mL ⁻¹)	加标量 (μg · 10 mL ⁻¹)	回收率(%)	均值%
1	1.68	0.2	73	—	1.56	0.2	96	—
2	1.68	0.6	80	—	1.56	0.6	97	—
3	1.68	1.5	82	78	1.56	1.5	102	98

注:—表示无数据。

3 讨论

从实验结果可见乙酰丙酮法干扰少,操作简便,性能稳定,有色溶液可稳定存在 12 h;乙酰丙酮法测甲醛改进后比改进前的回收率效果更好。该方法应用广泛,操作易于掌握,同样可用于水产品的甲醛测定。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部. 食品卫生检验方法理化部分总

则[M]. 北京:中华人民共和国卫生部,2003:425-426.

[2] 吕保英. 食品卫生检验方法手册[M]. 天津:天津科技翻译出版公司,1993:538.

[3] 郑永章,秦荣大. 卫生检验方法手册[M]. 北京:北京大学出版社,1990:394.