

高等职业教育
酿酒技术专业系列教材

黄酒分析与 检测技术

魏桃英
寿泉洪
张水娟
编



中国轻工业出版社

全国百佳图书出版单位

高等职业教育酿酒技术专业系列教材

中国轻工业出版社

黄酒分析与检测技术

魏桃英 寿泉洪 张水娟 编

 中国轻工业出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

黄酒分析与检测技术/魏桃英, 寿泉洪, 张水娟编. —北京: 中国轻工业出版社, 2014. 8

高等职业教育酿酒技术专业系列教材

ISBN 978-7-5019-9821-0

I. ①黄… II. ①魏… ②寿… ③张… III. ①黄酒—食品分析—高等职业教育—教材 ②黄酒—食品检验—高等职业教育—教材 IV. ①TS262.4

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2014) 第 157169 号

责任编辑: 江 娟 王 朗 策划编辑: 江 娟 责任终审: 张乃束
整体设计: 锋尚设计 责任校对: 燕 杰 责任监印: 张 可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街 6 号, 邮编: 100740)

印 刷: 北京君升印刷有限公司

经 销: 各地新华书店

版 次: 2014 年 8 月第 1 版第 1 次印刷

开 本: 720 × 1000 1/16 印张: 17

字 数: 338 千字

书 号: ISBN 978-7-5019-9821-0 定价: 39.00 元

邮购电话: 010-65241695 传真: 65128352

发行电话: 010-85119835 85119793 传真: 85113293

网 址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: club@chlip.com.cn

如发现图书残缺请直接与我社邮购联系调换

120426J2X101ZBW

高等职业教育酿酒技术专业（黄酒类）系列教材

编 委 会

主 任 胡普信

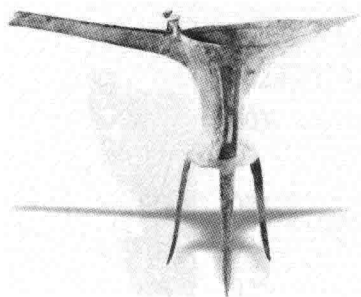
副主任 寿泉洪

委 员 （按姓氏笔画排序）

孟中法 陈靖显 邹慧君 俞关松 莫新良

葛松涛 潘兴祥 魏桃英 魏瑞锋

前言



本教材是根据高等职业教育“黄酒分析与检测技术”课程的基本要求和课程标准，在总结多年的实践经验及当今黄酒发展情况的基础上编写而成的。在本教材的编写过程中，以黄酒从原料到产品这一生产过程为主线，阐述每一种指标检测的原理与检测方法及注意事项，从而使本教材既具有一定的理论基础，又有较高的实践指导作用，使学习者在掌握理论知识的同时又提高自己的实践操作能力。该教材的编写将有助于提高黄酒酿造专业高职学生的专业素质，也可以作为其他层次学校和黄酒企业从业人员学习的参考书。此教材知识面广而深，把黄酒企业要碰到的检测指标全都罗列在此教材中，目前国内外没有这种框架结构的教材，此教材编写内容完全符合当前黄酒行业的检测技术水平。

本教材分三部分，共八章。黄酒分析检测：主要编写了黄酒检测要用到的仪器与设备的操作与维护，黄酒原料分析与检测，黄酒半成品、黄酒成品、黄酒的相关标准。黄酒副产品分析与检测：主要编写了糟烧（白酒）、酒精的分析与检测。黄酒实践训练：主要编写了涉及黄酒原辅产品与成品的一些指标的检测方法。全书涉及的分析与检测方法内容比较全面，可供使用者根据需要进行相应的选择。

本教材紧扣高等职业教育黄酒酿造专业培养高素质产品质量检验人才的目标,体现了以能力培养为本位的职教特色,“立足实用,强化能力,注重实践”,尽量做到选材面广,内容新颖、实用。所介绍的各种指标的检测方法主要包括方法原理、使用仪器和操作步骤等知识点。为培养学生的实际动手能力,每种方法均编写有多个以掌握基本操作为目的的典型实用的实验。在编写过程中,自始至终渗透着以学生为主体的教学思想,为帮助引导学生自学,便于学习者自我测试学习效果,在每章后附有题型多样且具有启发性的复习思考题。

本教材在编写过程中得到了许多黄酒企业的帮助和支持,一并表示感谢。本教材所引用的资料和图表的原著均已列入参考文献,在此向原著作者致谢。

限于编者水平与能力有限,书中难免存在疏漏和错误,恳请专家和读者批评指正,不胜感谢。

魏桃英

2013年12月于绍兴

目录

第一部分 黄酒分析与检测

002	第一章 黄酒检测的基本知识
002	第一节 滴定分析法
003	第二节 黄酒检测常用的仪器设备
024	第二章 黄酒原料分析
024	第一节 取样
025	第二节 大米与小麦物理分析
030	第三节 大米与小麦化学分析
043	第四节 酿造用水分析
055	第五节 黄酒用活性干酵母分析
056	第六节 小曲（酒药）分析
060	第七节 麦曲分析
068	第八节 试饭糖分、糖化力、酸度、糖化发酵力分析
074	第三章 黄酒半成品分析
074	第一节 米饭分析
077	第二节 发酵醪分析
079	第三节 三角瓶培养液中残糖、酵母数、出芽率及死亡率分析
081	第四节 酒母分析
082	第五节 米浆水酸度分析
082	第六节 黄酒酒糟中残酒率的分析



084	第四章 黄酒成品分析
084	第一节 黄酒理化指标分析
103	第二节 黄酒成品微生物检测
109	第五章 黄酒相关标准
109	第一节 黄酒 (GB/T 13662—2008)
119	第二节 地理标志产品 绍兴酒 (GB/T 17946—2008)
125	第三节 烹饪黄酒 (QB/T 2745—2005)
129	实验一 黄酒分析与检测实验
129	一、糯米中粗淀粉的检测
131	二、糯米互混的检测
132	三、小麦容重的检测
133	四、半成品发酵醪酸度检测
133	五、半成品发酵醪酒精度检测
134	六、氧化钙检测 (EDTA 滴定法)
135	七、半甜黄酒中总糖检测

第二部分 黄酒副产品分析与检测

138	第六章 糟烧 (白酒) 分析
138	第一节 原辅料检测分析
151	第二节 糟烧 (白酒) 半成品分析
154	第三节 成品糟烧 (白酒) 的检测分析
171	实验二 糟烧 (白酒) 分析与检测实验
171	一、成品糟烧 (白酒) 酒精度检测
171	二、成品糟烧 (白酒) 总酸检测
172	三、成品糟烧 (白酒) 总酯检测
173	四、成品糟烧 (白酒) 固形物检测
175	第七章 酒精分析与检测
175	第一节 淀粉原料分析
176	第二节 酿酒活性干酵母分析
178	第三节 半成品分析
187	第四节 成品分析
197	第五节 残渣与残水分析



201	实验三 酒精分析与检测实验
201	一、酒精发酵醪酒精度的检测
201	二、酒精发酵醪酸度的检测
202	三、酒精残渣、残水中残留酒精的检测（重铬酸钾比色法）
203	四、成品酒精酯的检测
203	五、不挥发物的检测

第三部分 黄酒实践训练

206	第八章 黄酒分析与检测实践操作训练
206	实训一 糯米水分的检测
207	实训二 糖化曲（块曲、爆麦曲）水分的检测
207	实训三 麦曲（糖化曲）糖化力的检测
209	实训四 麦曲（糖化曲）酸度的检测
210	实训五 干黄酒和半干黄酒中总糖的检测
211	实训六 非糖固形物的检测
212	实训七 黄酒总酸和氨基酸态氮的检测
214	实训八 黄酒 pH 的检测
215	实训九 成品黄酒酒精度的检测（蒸馏法）
215	实训十 绍兴加饭酒（花雕）中挥发酯的检测
216	实训十一 黄酒成品菌落总数的检测
219	实训十二 黄酒成品大肠菌群总数的检测
220	实训十三 β -苯乙醇的检测
222	实训十四 废水中化学耗氧量（COD）的检测
223	实训十五 黄酒酒精度的检测（酒精仪）
226	附录一 酒精计示值换算成 20℃时的酒精浓度（酒精度）
242	附录二 料酒中氯化钠的测定
244	附录三 焦糖色的感官及吸光度的测定
245	附录四 20℃酒精比重与百分含量对照表
247	附录五 20℃酒精相对密度（比重）与百分含量对照表
250	附录六 20℃酒精相对密度与酒精度（%，体积分数）对照表
257	参考文献



第一部分

黄酒分析与检测

第一章 黄酒检测的基本知识

高中学习阶段已掌握了一些化学反应及仪器与设备的基本知识，下面介绍四种滴定方法及黄酒分析与检测要使用到的一些常规仪器与设备。

第一节 滴定分析法

一、滴定分析法的原理

滴定分析法是将一种已知准确浓度的试剂溶液，滴加到被测物质的溶液中，直到所加的试剂与被测物质按化学计量定量反应为止，根据试剂溶液的浓度和消耗的体积，计算出被测物质的含量。其中已知准确浓度的试剂溶液称为滴定液。将滴定液从滴定管中加到被测物质溶液中的过程称为滴定。当加入滴定液中物质的量与被测物质的量按化学计量定量反应完成时，反应达到了计量点，在滴定过程中，指示剂发生颜色变化的转变点称为滴定终点。滴定终点与计量点不一定恰好符合，由此所造成的分析误差称为滴定误差。适合滴定分析的化学反应应该具备以下条件：

- (1) 反应必须按方程式定量地完成，通常要求在 99.9% 以上。
- (2) 反应能够迅速地完成。
- (3) 共存物质不干扰主要反应或可用适当的方法消除其干扰。
- (4) 有比较简便的方法确定化学计量点。

二、滴定分析法的分类

(1) 直接滴定法 用标准溶液直接滴定被测物质，是滴定分析法中最常用的基本滴定方法，凡能满足滴定分析要求的化学反应都可用直接滴定法。黄酒分析中酸度的滴定等都是用此法。黄酒滴定时，反应的容器是三角瓶，如图 1-1 所示。

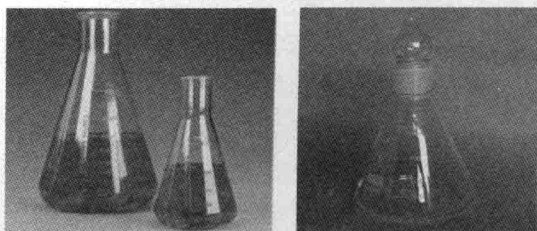


图 1-1 三角瓶（振荡三角瓶、具塞三角瓶）

(2) 返滴定法 又称剩余滴定法或回滴定法。当反应速度较慢或反应物是固体时, 滴定剂加入样品后反应无法在瞬间定量完成, 可先加入一定过量的标准溶液, 待反应定量完成后用另外一种标准溶液滴定剩余的标准溶液, 如白酒分析中总酯的测定。

(3) 置换滴定法 对于不按确定化学计量关系反应的物质, 有时可以通过其他化学反应间接进行滴定, 即加入适当试剂与待测物质反应, 使其置换成另外一种可直接滴定的物质, 再用标准溶液滴定此生成物。

(4) 间接滴定法 对于不能与滴定剂直接起反应的物质, 有时可以通过另一种化学反应, 以滴定法间接进行滴定, 这种方法称为间接滴定法。例如, 高锰酸钾法测定钙就属于间接滴定法。由于 Ca^{2+} 在溶液中没有可变价态, 所以不能直接用氧化还原法滴定。但若先将 Ca^{2+} 沉淀为 CaC_2O_4 , 过滤洗涤后用 H_2SO_4 溶解, 再用 KMnO_4 标准溶液滴定与 Ca^{2+} 结合的 $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, 便可间接测定钙的含量。

另外, 根据所利用的化学反应类型的不同, 滴定分析法也可以分为酸碱滴定法、沉淀滴定法、络合滴定法和氧化还原滴定法等。

第二节 黄酒检测常用的仪器设备

一、常用玻璃仪器

1. 移液管

移液管是精密转移一定体积溶液时的一种玻璃量器。它形状有两种: 一种是中部吹成圆柱形, 圆柱形上端及下端为较细的管颈, 下部的管颈拉尖, 上部的管颈刻有一环状刻度; 另一种吸量管的全称是分度吸量管, 它是带有分度的量出式量器, 用于移取不固定量的溶液。吸量管的使用方法与移液管大致相同, 如图 1-2 所示。

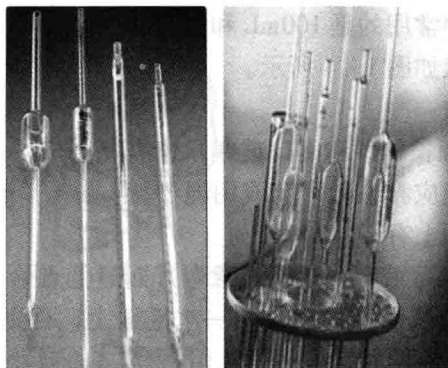


图 1-2 吸量管、移液管



移液管的使用方法：

(1) 使用时，应先将移液管洗净，自然沥干，并用少许待量取的溶液荡洗3次。

(2) 然后以右手拇指及中指捏住管颈标线以上的地方，将移液管插入待量取的溶液液面下约1cm，不应伸入太多，以避免管口的外壁沾有溶液过多，也不应伸入太少，以免液面下降后而吸空。这时，左手拿吸耳球轻轻将溶液吸上，眼睛注意正在上升的液面位置，移液管应随容器内液面下降而下降，当液面上升到刻度标线以上约1cm时，迅速用右手食指堵住管口取出移液管，用滤纸条拭干移液管下端外壁，并使与地面垂直，稍微松开右手食指，使液面缓缓下降，此时视线应平视标线，直到弯月面与标线相切，立即按紧食指，使液体不再流出，并使出口尖端接触容器外壁，以除去尖端外残留溶液，如图1-3所示。

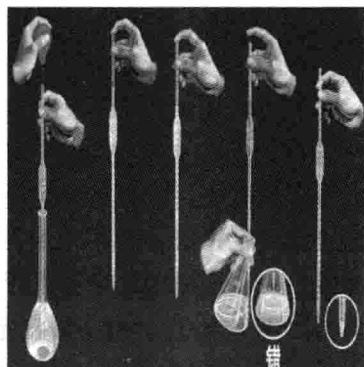


图1-3 移液管的使用

(3) 再将移液管移入准备接收溶液的容器中，使其出口尖端接触器壁，容器微倾斜而移液管直立，然后放松右手食指，使溶液自由地顺壁流下，待溶液停止流出后，一般等待15s拿出。

(4) 注意移液管尖端仍残留有一滴液体不能吹出。

2. 容量瓶

容量瓶是一种细颈梨形平底的容量器，带有磨口玻塞，颈上有标线，表示在所指温度下液体充满到标线时，溶液体积恰好与瓶上所注明的容积相等。

容量瓶是为配制准确浓度的溶液用的。它常和移液管配合使用，把某种物质分为若干等份。容量瓶通常有25、50、100、250、500、1000mL等数种规格，本实验中常用的是100mL和250mL的容量瓶。容量瓶形状如图1-4所示。

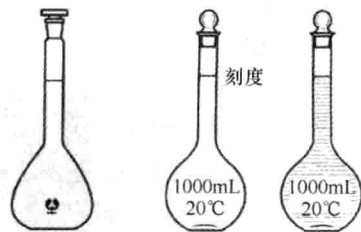


图1-4 容量瓶

容量瓶的使用方法：

(1) 容量瓶具有细长的颈和磨口玻塞，也有塑料塞的瓶子，塞与瓶应和编号配套或用绳子相连接以免弄错，在瓶颈上有环状刻度。

(2) 容量瓶中加入溶液时，必须注意弯月面最低点恰与瓶颈上的刻度相切，观察时眼睛位置也应与液面和刻度在同一水平面上，否则会引起测量体积不准确。容量瓶有无色、棕色两种，应注意选用。

(3) 容量瓶是用来精密配制一定体积的溶液，配好后的溶液如需保存应转

移到试剂瓶中，容量瓶不能用于贮存溶液，同时容量瓶不能在烘箱中烘烤。

3. 滴定管

滴定管分酸式滴定管与碱式滴定管。酸式滴定管具有玻璃活塞，量取或滴定酸溶液或氧化性试剂；碱式滴定管是橡胶管中加玻璃珠，它用来量取或滴定碱溶液（图 1-5）。上端从 0 刻度开始，最小刻度为 0.1 mL。下部尖嘴内液体不在刻度内，量取或滴定溶液时不能将尖嘴内的液体放出。

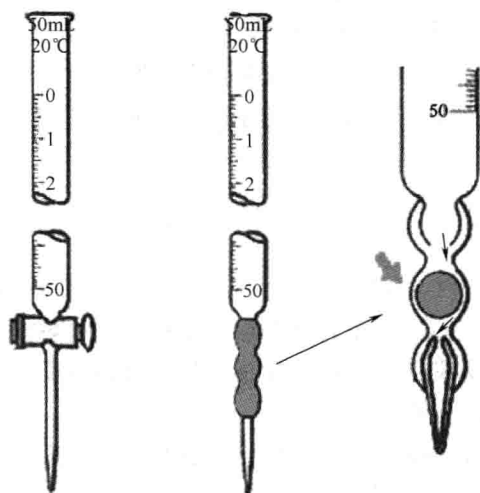


图 1-5 酸式、碱式滴定管形状

（1）滴定操作 滴定操作可在锥形瓶和烧杯内进行，并以白瓷板或白纸作背景。在锥形瓶中滴定时，用右手前三指拿住锥形瓶瓶颈，使瓶底离瓷板 2 ~ 3 cm。同时调节滴管的高度，使滴定管的下端伸入瓶口约 1 cm。左手按前述方法滴加溶液，右手运用腕力摇动锥形瓶，边滴加溶液边摇动（图 1-6）。滴定操作中应注意以下几点：



图 1-6 酸式滴定管正确使用方法

①摇瓶时，应使溶液向同一方向做圆周运动（左右旋转均可），但勿使瓶口接触滴定管，溶液也不得溅出。

②滴定时，左手不能离开活塞任其自流。

③注意观察溶液落点周围溶液颜色的变化。

④开始时，一边摇动一边滴定，滴定速度可稍快，但不能流成水线。接近终点时，应改为加一滴，摇几下。最后，每加0.5滴溶液就摇动锥形瓶，直至溶液出现明显的颜色变化。加0.5滴溶液的方法如下：微微转动活塞，使溶液悬挂在出口管嘴上，形成半滴，用锥形瓶内壁将其沾落，再用洗瓶以少量蒸馏水吹洗瓶壁。

用碱式滴定管滴加0.5滴溶液时，应先松开拇指和食指，将悬挂的0.5滴溶液沾在锥形瓶内壁上，再放开无名指与小指。这样可以避免出口管尖出现气泡，使读数造成误差。

⑤每次滴定最好都从0.00开始（或从零附近的某一固定刻度线开始），这样可以减小误差。

在烧杯中进行滴定时，将烧杯放在白瓷板上，调节滴定管的高度，使滴定管下端伸入烧杯内1cm左右。滴定管下端应位于烧杯中心的左后方，但不要过分靠近杯壁。右手持搅拌棒在右前方搅拌溶液。左手滴加溶液的同时，搅拌棒做圆周搅动，但不得接触烧杯壁和底。

当加0.5滴溶液时，使用搅拌棒承接悬挂的0.5滴溶液，放入溶液中搅拌。注意，搅拌棒只能接触液滴，不能接触滴定管管尖。

滴定结束后，滴定管内剩余的溶液应弃去，不得将其倒回原瓶，以免污染整瓶操作溶液。随即洗净滴定管，并用蒸馏水冲洗全管，晾干，备用。

（2）滴定管的读数 读数时应遵循下列原则。

①装满或放出溶液后，必须等1~2min，使附着在内壁的溶液流下来，再进行读数。如果放出溶液的速度较慢（例如，滴定到最后阶段，每次只加0.5滴溶液时），等0.5~1min即可读数。每次读数前要检查一下管壁内是否挂水珠，滴定管下端是否有气泡。

②读数时，滴定管可以夹在滴定管架上，也可以用手拿滴定管上部无刻度处。不管用哪一种方法读数，均应使滴定管保持垂直。

③对于无色或浅色溶液，应读取弯月面下缘最低点，读数时，视线在弯月面下缘最低点处，且与液面成水平（图1-7）；溶液颜色太深时，可读液面两侧的最高点。此时，视线应与该点成水平。注意开始读数与终点读数采用同一标准。

④必须读到小数点后第二位，即要求估计到0.01mL。注意，估计读数时，应该考虑到刻度线本身的宽度。

4. 量筒

量筒是量度液体体积的仪器。规格以所能量度的最大容量（mL）表示，常用的有10、25、50、100、250、500、1000mL等。外壁刻度都是以mL为单位，

10mL 量筒每小格表示 0.2mL, 50mL 量筒每小格表示 1mL。量筒越大, 管径越粗, 其精确度越小, 由视线的偏差所造成的读数误差也越大。所以, 实验中应根据所取溶液的体积, 尽量选用能一次量取的最小规格的量筒。分次量取也能引起误差。如量取 70mL 液体, 应选用 100mL 量筒。

注意事项:

(1) 不能用量筒配制溶液或进行化学反应。

(2) 不能加热, 也不能盛装热溶液, 以免炸裂。

(3) 量取液体时应在室温下进行。注入液体后, 静止 1~2min, 使附着在内壁上的液体流下来, 再读出刻度值, 否则读出的数值偏小。

(4) 读数时, 应把量筒放在平整的桌面上, 观察刻度时, 视线与量筒内液体凹液面的最低处保持水平, 再读出所取液体的体积数。否则, 读数会偏高或偏低, 如图 1-7 所示。

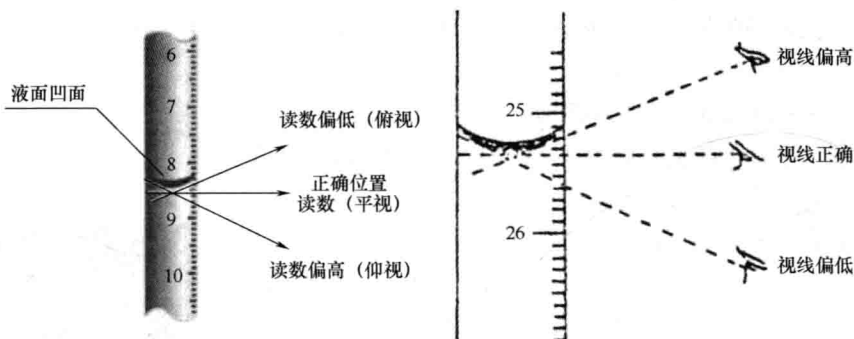


图 1-7 液体读数的方法

(5) 量取已知体积的液体, 应该选择比已知体积稍大的量筒, 否则会造成误差过大。如量取 15mL 的液体, 应选用容量为 20mL 的量筒, 不能选用容量为 50mL 或 100mL 的量筒。

5. 蒸发皿

蒸发皿主要用于液体的蒸发、浓缩和物质的结晶。能耐高温, 但不能骤冷。液体量多的时候 (液体量不能超过其容积的三分之二) 可直接在火焰上加热蒸发。液体量少或黏稠时, 要隔着石棉网加热。蒸发皿主要用于蒸馏等操作, 是理想的化学蒸馏仪器。有用瓷做的、有玻璃的、有石英的, 甚至有铂金的。分无柄蒸发皿和有柄蒸发皿两种, 规格以毫升表示, 有 70~1000mL 等多种, 常用的为 100~150mL, 如图 1-8 所示。



图 1-8 瓷蒸发皿

(1) 蒸发皿的使用方法 当欲由溶液中得到固体时, 常需以加热的方法赶走溶剂, 此时就要用到蒸发皿。溶剂蒸发的速率越快, 它的结晶颗粒就越小。视所需蒸发速率的快慢不同, 可以选用直接将蒸发皿放在火焰上加热的快速蒸发、用水浴加热的较缓和的蒸发或是令其在室温的状态下慢慢地蒸发三种方式。

(2) 蒸发皿的使用注意事项

①进行溶液的浓缩或将溶液蒸发至干时, 需将蒸发皿放置在三脚架上或铁架台的铁圈上, 可以用电炉直接加热。

②浓缩溶液时, 在蒸发皿中溶液的量最多不超过容积的三分之二, 还应该用玻璃棒不停地搅拌。

③若要把溶液蒸发至干, 当看到蒸发皿中有大量溶质析出后, 除用玻璃棒不停地继续搅拌外, 还需要撤去酒精灯, 用余热使溶液蒸发至干或垫石棉网小火加热, 以防因传热不好而发生迸溅。

④不适宜在蒸发皿中浓缩氢氧化钠等强碱溶液, 以免蒸发皿内壁的釉面受到严重的腐蚀。

⑤蒸发皿都应该用坩埚钳夹住后再取放。

⑥加热后不能直接放到实验桌上, 以免烫坏实验桌。

6. 称量瓶

称量瓶主要用于称取一定质量的试样, 也可用于烘干试样。称量瓶平时要洗净、烘干, 存放在干燥器内以备随时使用。称量瓶不能用火直接加热, 瓶盖要配套使用, 不能互换。称量时, 应戴指套或垫以洁净纸条, 不可用手直接拿取。常见的称量瓶以外径 $\times$ 高(cm)表示, 有高型和扁型两种, 扁型用作测定水分或在烘箱中烘干基准物; 高型用于称量基准物、样品。黄酒中使用的称量瓶主要如图1-9所示。



图1-9 称量瓶

蒸发皿、称量瓶的恒重方法: 在检验蒸发残渣、不挥发物和灼烧残渣、灰分、挥发分等项目时, 需要恒重蒸发皿、称量瓶、坩埚等仪器。蒸发皿的恒重有多种方法, 根据个人爱好和使用习惯而采用不同的方法。

(1) 将蒸发皿洗净 $\rightarrow$ 放在 $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘2h $\rightarrow$ 放在干燥器内冷却后称量 $\rightarrow$ 反复烘干 $\rightarrow$ 冷却 $\rightarrow$ 称量 $\rightarrow$ 直至恒重(两次称量的质量差不超过0.5mg), 放在干燥器内备用。

(2) 在规定的温度下烘4h左右, 取出置于干燥器中, 放置30~60min, 冷却至天平室的温度, 称重。然后再烘1h取出放在干燥器中, 冷却至天平室的温度, 放置、称重。一般情况两次就可恒重。