

白酒化验操作法

江苏省革命委员会轻工业局

一九七三年春修订

毛主席语录

坚持政治挂帅，加强党的领导，大搞群众运动，实行两参一改三结合，大搞技术革新和技术革命。

人的正确思想，只能从社会实践中来，只能从社会的生产斗争、阶级斗争和科学实验这三项实践中来。

自力更生，艰苦奋斗，破除迷信，解放思想。

知识的问题是一个科学问题，来不得半点的虚伪和骄傲，决定地需要的倒是其反面——诚实和谦逊的态度。

前 言

在伟大领袖毛主席的革命路线指引下，我省酿酒工业积极贯彻“鞍钢宪法”，学习大庆经验，努力加强企业管理，极大部分酒厂都建立了化验、检验机构，对指导酿酒生产，保证产品质量，起了一定作用。

但近几年来，由于化验方法和化验操作还不够统一，化验数据差距较大，影响了产品质量检验的正确性。为此，我们委托无锡轻工业学院举办了一期“酒厂化验人员专业学习班”，通过实践、讨论，统一了原料、半成品及成品的化验操作，修订了这册“白酒化验操作法”。

希各酒厂根据此操作法进行研究试行，如有不妥处报我局重行修改。

江苏省革命委员会轻工业局

凡 例

一、度量衡符号:

$Kg =$ 公斤 $g =$ 克 $mg =$ 毫克

$l =$ 公升 $ml =$ 毫升

$m =$ 米 (公尺) $Cm =$ 厘米 $mm =$ 毫米

$\mu =$ 微米 = $1/1000$ 毫米

$m\mu =$ 毫微米 = $1/1000000$ 毫米 = 10^{-6} 毫米

1 埃 (A°) = 10^{-7} 毫米

二、常用略写符号:

$C^{\circ} =$ 摄氏温度

$N =$ 当量浓度

$PH =$ 氢离子浓度的负对数

$B'x =$ 锤度

$P. P. M =$ 百万分之一

三、配制试剂的浓度:

1、容量比例 ($V : V$): 液体试剂互相混合或用水稀释时常用此表示。

如 1 : 1 硫酸溶液即 1 体积的浓硫酸与 1 体积的水相混合。

2、当量浓度 (N): 以 1 升水中所含试剂克当量数来表示。

3、重量百分浓度:

①重量对重量% ($W/W\%$): 市售的各种酸类和氨水都用此法表示。溶质重量/溶液重量 $\times 100$ (即100克溶液中所含溶质的克数)

②重量对容量 ($W/V\%$): 固体药品配制试剂时常用此法表示。溶质重量(克)/溶液体积(ml) $\times 100$ (即100ml溶液中所含溶质的克数)。

4、容量百分浓度 ($V/V\%$): 液体试剂配制时, 有时采用此法表示, 酒和酒精浓度经常用此表示即100毫升溶液中所含溶质的毫升数。

四、试剂纯度及符号:

在本分析中除注明“工业”级或“实验试剂”

($L. R$)外, 均为“化学纯”($C. P$);

“分析纯”($A. R$); 优级试剂($G. R$)。

某些指示剂、生物染色剂的级别另行标注。

五、水: 本分析中除注明为普通水或自来水外, 其余均为蒸馏水。

目 录

凡 例

第一章	指示剂及试剂配制	(1)
第二章	原料分析	(17)
第一节	试样的准备	(17)
一、	试样的采集	(17)
二、	试样的处理	(17)
第二节	物理分析	(18)
一、	感观	(18)
二、	夹杂物检查	(18)
第三节	化学分析	(19)
一、	水份	(19)
二、	粗淀粉	(20)
三、	粗单宁	(26)
第三章	生产工艺检查	(29)
第一节	固体发酵的酒酯分析	(29)
一、	试样的采集	(29)
二、	物理化学分析	(29)
1、	水份及挥发物	(29)
2、	酸度	(30)
3、	酒精度	(30)
4、	还原糖	(31)
5、	总糖	(33)
第二节	液体发酵糖化醪的分析	(33)
一、	试样采集	(33)
二、	化学分析	(33)
1、	酸度	(33)

2、	还原糖	(34)
3、	总糖	(35)
第三节	液体发酵的成熟发酵醪的分析	(36)
一、	试样采集	(36)
二、	化学分析	(36)
1、	酸度	(36)
2、	酒精度	(36)
3、	残余还原糖	(36)
4、	残余总糖	(37)
第四节	蒸馏废液废糟内跑酒的检查	(38)
1、	比色法	(38)
2、	重铬酸钾滴定法	(38)
第四章	半成品分析	(40)
第一节	曲的分析 (麸曲及大曲)	(40)
一、	试样的采集	(40)
二、	感观检查	(40)
三、	化学分析	(40)
1、	水份	(40)
2、	酸度	(40)
3、	淀粉酶活力的测定	(41)
4、	大曲发酵力的测定	(43)
第二节	酒母醪分析	(44)
一、	酒母糖液	(44)
1、	试样采集	(44)
2、	酸度	(45)
3、	还原糖	(45)
二、	酒母的检查	(45)

1、	试样采集	(45)
2、	化学分析	(45)
	(1) 酸度	(45)
	(2) 还原糖	(45)
3、	微生物检查	(45)
	(1) 酵母细胞数	(45)
	(2) 酵母芽生率	(48)
	(3) 酵母死亡率	(48)
	(4) 杂菌检查	(48)
第五章	成品酒分析	(49)
第一节	物理检查	(49)
第二节	化学分析	(49)
一、	酒精度	(49)
二、	总酸	(50)
三、	总酯	(51)
四、	总醛	(52)
五、	杂醇油	(55)
六、	糠醛	(57)
七、	甲醇 (附光电比色计法)	(59)
八、	铅	(68)
第六章	其它	(75)
第一节	水的总硬度测定	(75)
第二节	附录	(77)
一、	白酒的质量指标	(77)
二、	酒精度与温度换算表	(79)
三、	糖度与温度换算表	(91)
四、	比重换算表	(99)
五、	廉一爱农法的糖类定量表	(100)
六、	稀释酒精为50% (V/V) 配比表	(102)
七、	常用酸碱溶液的配制	(103)

第一章 指示剂及试剂

1. 1%酚酞指示剂:

称取1克酚酞粉末溶解于100毫升95%以上的中性酒精溶液中。

2. 0.5%次甲基兰(美兰; 四甲基兰; 甲烯兰)指示剂:

称取0.5克次甲基兰粉末溶于100毫升水中, 贮藏于棕色瓶内。

3. 0.1%甲基橙指示剂:

称取0.1克甲基橙粉末溶于100毫升热水中, 过滤后使用。

4. 0.1%麝香草酚兰指示剂:

称取0.1克麝香草酚兰粉末溶于100毫升95%以上的中性酒精溶液中。

5. 1%淀粉指示剂:

称取约1克可溶性淀粉(上海远东厂三级淀粉, 以下均同), 并加水10毫升, 搅成糊状, 然后迅速将其加入80毫升煮沸的水中, 并以10毫升沸水洗净烧杯倒入沸水中, 立即搅拌, 煮沸至透明, 冷却备用。

此指示剂用时临时配制, 或100毫升内加入0.1克氯化锌或硼酸、甲苯作防腐剂, 这样可以不必每天配制(所加氯化锌可先溶于少量水内)。

6. 碘液指示剂: (测液力用)

称取1.4克结晶碘和4.4克碘化钾加少量水溶解后定容至100毫升，将配好的溶液20毫升，添加碘化钾4克稀释至100ml。

7. 碘化钾淀粉试液（检查氯仿中氧化性杂质）

A液 称取碘化钾16.5克，以水溶解，稀释至100ml
保存于棕色瓶中备用。

B液 0.5%淀粉指示液使用前配制。

使用时A、B各取数滴，混合均匀。

8. 铬黑T指示剂：

称取铬黑T（依来铬黑T）0.5克溶解于10毫升氯化铵一氢氧化物（参照试剂60）缓冲液10毫升中，用95%酒精稀释至100毫升，摇匀。

9. 费林氏溶液：

（1）配制：

（一）甲液：称取化学纯的硫酸铜结晶34.639克加水溶解，定容至500毫升摇匀。

（二）乙液：称取酒石酸钾钠173克，氢氧化钠50克，加水溶解，定容至500毫升，摇匀，配橡皮塞，密闭保存。此液不能久贮。

（2）校正：

费林氏甲液的硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)要求为99.15%的纯度，每1毫升甲液中含铜量为0.01748克；吸取甲液10毫升加入30%醋酸液4毫升使呈酸性，再加入50%碘化钾溶液6毫升，或结晶状碘化钾3克，此时析出碘，再以0.1N硫代硫酸钠溶液滴定，至浅黄色时，始可加入1%可溶性淀粉指示剂1毫升，再滴至兰紫色消失为止。

(3) 计算:

$$\text{硫酸铜液的比值} = \frac{X \times 0.006357}{0.01748 \times 10}$$

式中: X ——滴定消耗 $0.1N$ 硫代硫酸钠溶液毫升数。

0.006357 —— $0.1N$ 硫代硫酸钠溶液1毫升相当的铜的克数。

0.01748 ——标准硫酸铜溶液1毫升应含铜克数。

以上比值备作查附表(5)找出相当糖量乘此比值,即为实际的糖量。

10. $0.1N$ 硫代硫酸钠溶液:

(1) 配制:

称取硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) 24.82克,溶于加热煮沸后冷却的蒸馏水中,定容成1000毫升,放入棕色瓶中密闭保存。配制后应放置一星期左右始可使用。该溶液极不安定。可溶入0.1克碳酸钠于配制时所用的蒸馏水中,以防止溶液分解。本溶液每月需标定一次。

(2) 校正:

准确称取在 $105-110^\circ C$ 烘3小时的碘酸钾(二级品以上)1.000克,加水溶解后,定容成1000毫升,摇匀后吸出100毫升注入250毫升碘量瓶中加30%碘化钾液10毫升和 $6N$ 硫酸溶液10毫升,加塞后放置3分钟,然后以欲标定的硫代硫酸钠溶液滴定至淡黄色,加1%淀粉指示剂1毫升,继续滴定到兰紫色消失。

(3) 计算:

$$\text{硫代硫酸钠 } N = \frac{W}{0.0357 \times V}$$

式中： N ——硫代硫酸钠的当量浓度
 W ——碘酸钾重量（此处为0.1克）
0.0357——碘酸钾的毫克当量数
 V ——硫代硫酸钠滴定消耗毫升数

11. 0.05 N 硫代硫酸钠溶液：

方法、手续与2相同，在配制时称取12.41克硫代硫酸钠（ $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ）加水定容为1000毫升。（标定时吸取碘酸钾溶液为50ml）

12. 0.1 N 重铬酸钾液

精密称取在120°C干燥至恒重的重铬酸钾4.9068克，加水溶解，稀释定容至1000ml

13. 0.1 N 氢氧化钠溶液：

（1）配制：

（一）称取化学纯的氢氧化钠5~6克，以水冲洗其外部的碳酸钠。放于烧杯中，加水100毫升使其溶解。

（二）加入饱和的氢氧化钡溶液1毫升，使溶液中的碳酸根成碳酸钡沉淀。

（三）将溶液过滤在1000毫升容量瓶中，加水定容成1000毫升，摇匀以待校正。

（2）校正：

称取在105—110°C烘3小时的苯二甲酸氢钾（ $KHC_8H_4O_4$ ）二份，各重0.5克（准确至小数后第四位）分别置于250毫升三角瓶中，加50毫升水溶解，各加入酚酞指示剂2~3滴，分别用配制好的氢氧化钠溶液进行滴定。

（3）计算：

$$N = \frac{W}{V \times 0.2042}$$

式中： N ——氢氧化钠溶液的当量浓度
 W ——苯二甲酸氢钾的克数
 V ——滴定消耗氢氧化钠溶液的毫升数
 0.2042 ——苯二甲酸氢钾的毫克当量

(4) 说明及注意事项：

(一) 在配制氢氧化钠溶液及校正其浓度时，使用的水应为新煮沸不含 CO_2 的冷水。

(二) 标准氢氧化钠溶液配好后，装于细口瓶中，用橡胶塞塞紧。

(三) 一个月后需用同法校准一次。

14. 0.1N 硫酸溶液：

(1) 配制：

量取浓硫酸（比重1.84）2.8毫升，慢慢加于300毫升水中，待冷却后，加水定容为1000毫升，摇匀待校正。

(2) 校正：

吸取配制好的硫酸溶液25毫升，放入250毫升三角瓶中，加入酚酞指示剂2~3滴，用已知当量浓度的氢氧化钠溶液滴定，至呈现微红色，且在半分钟内不消失，即为终点。

(3) 计算：

$$N = \frac{N_1 \times V_1}{25}$$

式中： N ——硫酸溶液的当量浓度
 N_1 ——氢氧化钠溶液的当量浓度
 25 ——硫酸溶液毫升数

V_1 ——滴定消耗氢氧化钠溶液毫升数

15. 0.1N草酸溶液:

精确称取草酸($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)6.303克加水定容为1000毫升,摇匀后待用。

16. 0.1N高锰酸钾溶液:

(1) 配制:

称取高锰酸钾3.161克溶于1000毫升水中。在水浴上加热1~2小时,冷却后过滤,装于有色瓶中。

(2) 校正:

(一) 精确称取在105—110°C烘3小时的草酸钠0.14~0.19克,加热水20毫升溶解。

(二) 加2N硫酸20毫升,加热至75°~85°C

(三) 以配制好的高锰酸钾溶液滴定,至最后一滴呈微红色,10秒钟内不消失即为终点。滴定时,草酸钠溶液温度不能低于70°C直到终点为止,否则会影影响滴定结果。

(3) 计算:

$$N = \frac{W}{V \times 0.06701}$$

式中: N ——高锰酸钾溶液当量浓度

W ——草酸钠克数

V ——滴定时消耗高锰酸钾溶液毫升数

0.06701——0.1N高锰酸钾溶液1毫升所相当的草酸钠克数

17. 0.05N亚硫酸氢钠:

(1) 配制:

称取亚硫酸氢钠约1.3克加水溶解，然后定容至500毫升，摇匀，贮于棕色瓶中，放置暗处。

(2) 注意事项：

(一) 该溶液配制2~3日后即易变坏，故宜使用时少量配制。

(二) 该溶液一般不予校正但其浓度必须接近0.05*N*，达不到时应重新配制。

(三) 此试剂最好用焦性亚硫酸钠 ($Na_2S_2O_5$) 即偏重亚硫酸钠配制，若无时则用亚硫酸氢钠 (用后密闭瓶塞，潮湿的不能用)

18. 0.05*N*碘溶液：

称取碘化钾10克加水30毫升使其溶解，加约3.2克碘片，待全部溶解后定容500毫升，装于棕色瓶中，密闭保存。

19. 20%氢氧化钠溶液：

称取20克氢氧化钠，加80毫升水混和配成。

20. 2%盐酸溶液：

量取浓盐酸(比重1.19)4.6毫升，加水稀释成100毫升。

21. 20%盐酸溶液：

量取浓盐酸(比重1.19)50毫升，加水稀释成100毫升。

22. 比重1.125盐酸溶液：

量取浓盐酸(比重1.19)37.5毫升，加水定容为50毫升

23. 1*N*硫酸溶液：

量取浓硫酸(比重1.84)14毫升，慢慢加入于400毫升水中，冷却后，定容为500毫升，摇匀。

24. 2*N*硫酸溶液：

量取浓硫酸(比重1.84)28毫升，慢慢加入于400毫升

水中，冷却后，定容为500毫升，摇匀。

25. 6 N硫酸溶液：

量取浓硫酸（比重1.84）84毫升，慢慢加入于400毫升水中，冷却后，定容为500毫升，摇匀。

26. 10%硫酸溶液：

量取浓硫酸（比重1.84）61毫升，小心地注入900毫升水中，定容到1000ml

27. 30%碘化钾溶液：

称取30克碘化钾溶于水中，然后定容至100毫升。

28. 50%碘化钾溶液：

称取50克碘化钾溶于水中，然后定容至100毫升。

29. 30%醋酸溶液：

量取冰醋酸（三级品以上）28.6毫升，加水定容至100毫升。

30. 醋酸—醋酸钠缓冲溶液：

称取醋酸钠（三级品以上）136克，冰醋酸57.2毫升，加水定容至500毫升。

31. 2%可溶性淀粉溶液：

称取2克可溶性淀粉，并加水10毫升，搅成糊状，然后迅速将其加入80毫升煮沸的水中，并以10毫升水洗净烧杯，倒入沸水中，立即搅拌，煮沸至透明，冷却备用。

32. 0.25%葡萄糖溶液：

取A级葡萄糖，在105~110°C烘干2~3小时，冷却后，准确称取2.5000克加水溶解加5毫升浓盐酸（以避免微生物繁殖）后定容为1000毫升。

33. 铜试剂：

甲液：溶解15克硫酸铜 ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 和0.05克次甲基兰于1000毫升水中。

乙液：溶解50克酒石酸钾钠、54克氢氧化钠及4克亚铁氰化钾于1000毫升水中。

34. 饱和醋酸铅溶液：

称取250克醋酸铅 [$Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$] 加水500毫升，搅拌使充分溶解，静置后倾取上层清液过滤，滤液加入浓醋酸使含酸性或微酸性，加水稀释至54°B_X (比重1.25)

25. 脱铅剂：

将70克磷酸氢二钠 ($Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$) 和30克草酸钾 ($K_2C_2O_4 \cdot H_2O$) 分别溶解，然后混和稀释至1000毫升。

36. 酶液：

新鲜成品曲研碎后称取100克或干麦芽粉25克，加水90毫升和10毫升醋酸—醋酸钠缓冲液，充分搅拌，在30°C下，浸泡一小时，并经常搅拌，然后过滤，取澄清滤液使用，此溶液易腐败，不能放置过久。

37. 高锰酸钾磷酸溶液：

称取高锰酸钾3克加85%磷酸 (比重1.7) 15毫升与水70毫升的混合，溶解后，加水定容至100毫升。

38. 草酸硫酸溶液：

(1) 配制：取无水草酸5克 (或含2分子结晶水的草酸约7克) 使溶于1:1 (容量比) 的冷硫酸中，倒入100毫升容量瓶中，加1:1硫酸至刻度，摇匀，贮于有色瓶中。

(2) 注意事项：