



FAJIAO FENXI JIANYAN JISHU

发酵分析检验技术

姜淑荣 主编

杨清香 主审




化学工业出版社

FAJIAO FENXI JIANYAN JISHU

发酵分析检验技术

姜淑荣 主编 杨清香 主审

 化学工业出版社

· 北京 ·

ISBN 7-132-01700-9

本书较全面地阐述了啤酒、白酒及果酒企业生产中原料、半成品及成品所涉及的常规检测项目、检测原理以及检测方法。内容包括绪论、分析检验的基本知识、化学分析、质量分析、物理分析、物理化学分析等六个方面。书后附有常用标准溶液的配制方法，啤酒、白酒及果酒的质量标准，以及分析检验中各种相关附表等。

本书可作为高职高专食品类各专业教学用书，也可作为啤酒、白酒、果酒企业生产和检验人员的培训教材。

图书在版编目 (CIP) 数据

发酵分析检验技术/姜淑荣主编. —北京: 化学工业出版社, 2008. 1

ISBN 978-7-122-01796-3

I. 发… II. 姜… III. ①发酵-分析②发酵-检验 IV. TQ92

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 205270 号

责任编辑: 陈有华
责任校对: 战河红

文字编辑: 林 媛
装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011)

印 装: 化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张 13 字数 323 千字 2008 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 22.00 元

版权所有 违者必究

前 言

本书是根据发酵分析检验人员的理论知识要求和实践技能要求,按照啤酒、白酒及果酒企业需要的检测项目编写的。

本书以发酵分析检验方法为主线,根据啤酒、白酒及果酒企业生产中的原料、半成品及成品所涉及的常规检测项目组织安排内容,较全面地介绍了发酵分析检验人员必须掌握的分析检验基础知识以及常用分析检验方法理论知识。既兼顾了系统的理论知识又阐述了具体的操作方法,并介绍了先进的、灵敏度高的仪器分析方法。所选测试项目符合生产实际、针对性强,测试方法具有可操作性、准确度较高。书后附有常用标准溶液的配制方法、相应产品质量标准及各种相关用表,可供读者查阅。

本书可作为高职高专食品类各专业教学用书,也可作为啤酒、白酒、果酒企业生产、检验人员的培训教材。

全书共分六章,其中,第一章,第二章的第一节、第二节,第三章的第三节,第五章的第一节,第六章的第一节、第二节以及测试二、五、六、九、十三、十六~十九、二十二~二十七由姜淑荣编写;第二章的第三节,第三章的第一节、第二节,第五章的第二节、第三节,第六章的第三节以及测试一、三、四、八、十二、二十、二十一、三十~三十二由潘峰编写;第六章的第四节以及测试七、十、十一、十五、二十八、二十九由王秀琪编写;第三章的第四节,第四章的第一节至第三节以及测试十四由蒋莉编写。本书由姜淑荣主编,杨清香主审。编写过程中参考了一些公开出版的文献资料,在此向原著作者致以衷心的感谢!

由于编者水平有限,难免有不妥之处,恳请读者批评指正。

编者
2008年1月

目 录

第一章 绪论	1	测试四 蔗糖蜜中糖分的测定——廉爱农 (Lane-Eynon) 法介绍	48
第一节 发酵分析的性质、任务和要求	1	第三节 含氮化合物的分析检验	51
一、发酵分析的性质	1	一、总氮的分析检验	51
二、发酵分析的任务	1	二、粗蛋白质的分析检验	52
三、发酵分析的要求	1	三、含氮化合物的分析检测实例	52
第二节 发酵分析的主要分析方法及主要内容	1	测试五 麦芽总氮的测定	52
一、发酵分析的主要分析方法	1	测试六 啤酒中蛋白质的区分的测定	54
二、发酵分析的主要内容	2	第四节 酸的分析检验	56
第二章 分析检验的基本知识	3	一、测定意义	56
第一节 样品的采集、制备、处理与保存	3	二、测定原理	57
一、样品的采集	3	三、测定方法	57
二、样品的制备	4	四、酸的分析检测实例	57
三、样品的处理	4	测试七 白酒中总酸的测定	57
四、样品的保存	6	第五节 其他成分的分析检验	57
第二节 检验的基本要求	6	测试八 果酒中单宁的测定	57
一、水的要求	6	测试九 啤酒花中单宁的测定	59
二、试剂的要求	6	测试十 白酒中总醛的测定	60
三、器皿的要求	7	测试十一 白酒中总酯的测定	62
第三节 标准溶液的制备	7	测试十二 果酒中二氧化硫含量的测定	64
一、标准溶液的配制与标定	7	测试十三 啤酒中二氧化碳含量的测定	66
二、标准溶液的保存	9	第四章 质量分析	68
三、标准溶液浓度的表示方法	10	第一节 水分含量的分析检验	68
第三章 化学分析	11	一、水分测定的意义	68
第一节 水质的分析检验	11	二、水分测定的原理	68
一、物理指标检测	11	三、水分的测定方法	68
二、化学指标检测	14	测试十四 谷物水分的测定	69
三、微生物指标检测	25	第二节 灰分含量的分析检验	69
四、水质分析检测实例	28	一、测定意义	69
测试一 水总硬度的测定	28	二、测定原理	70
第二节 碳水化合物分析检验	29	三、测定方法	70
一、还原糖的分析检验	29	四、计算	70
二、非还原性低聚糖的分析检验	39	测试十五 谷物灰分的测定	70
三、淀粉的分析检验	40	第三节 脂类含量的分析检验	71
四、糖化力的分析检验	45	一、测定意义	71
测试二 麦芽糖化力的测定	45	二、测定原理	71
五、碳水化合物分析检测实例	47	三、测定方法	71
测试三 果酒还原糖和总糖的测定	47	四、试剂	71

五、测定步骤	71	二、分子吸收分光光度分析的仪器——	
六、计算	72	分光光度计	99
第五章 物理分析	73	测试二十三 啤酒色度的测定	101
第一节 密度法	73	测试二十四 啤酒中双乙酰的测定	103
一、密度与相对密度	73	测试二十五 啤酒中苦味质的测定	104
二、溶液的浓度与密度的关系	73	测试二十六 啤酒浊度的测定	105
三、液体相对密度的测定方法	73	测试二十七 麦芽汁中 α -氨基氮的测定	106
四、密度法应用实例	75	测试二十八 白酒中甲醇的测定	107
测试十六 麦芽汁糖锤度的测定	75	测试二十九 白酒中杂醇油的测定	110
测试十七 啤酒酒精度的测定	76	第三节 原子吸收分光光度分析法	112
测试十八 啤酒外观浓度和实际浓度的		一、基本原理	112
测定	77	二、原子吸收分光光度计使用方法	114
测试十九 啤酒原麦汁浓度和发酵度的		三、原子吸收分光光度法分析检测实例	122
测定	78	测试三十 果酒中铁的测定	125
第二节 折射法	79	测试三十一 果酒中铜的测定	126
一、基本概念	79	第四节 气相色谱分析法	128
二、测定折射率的意义	81	一、气相色谱法的产生及其发展	128
三、折射仪的结构、原理及使用方法	81	二、气相色谱法的特点	129
四、折射法应用实例	84	三、气相色谱仪的主要结构	130
测试二十 折射法测葡萄汁浓度	85	四、气相色谱仪的分析系统	130
第三节 旋光法	85	五、气相色谱法基本原理	135
一、旋光法原理	85	六、气相色谱法的应用实例——白酒中	
二、常用旋光仪	87	风味成分的检测	141
三、旋光法应用实例	89	测试三十二 果酒中苯甲酸钠和山梨酸钾	
测试二十一 谷物淀粉含量的测定		的测定	175
(旋光法)	91	附录	177
第六章 物理化学分析	94	附录一 常用标准溶液的配制	177
第一节 电化学分析法	94	附录二 淡色啤酒感官及理化指标	
一、电位分析法	94	(GB 4927—91)	179
二、电导分析法	95	附录三 白酒理化指标(清香型白酒,	
三、电化学分析法应用实例	95	GB/T 10781.2—2006)	180
测试二十二 电位滴定法测啤酒 pH 和		附录四 果酒质量标准(以葡萄酒为例,	
啤酒总酸度	95	GB/T 15037—94)	181
第二节 分子吸收分光光度分析法	97	附录五 各种相关用表	185
一、分子吸收分光光度分析的理论基础	97	参考文献	202

第一章 绪 论

第一节 发酵分析的性质、任务和要求

一、发酵分析的性质

发酵分析是研究和评定酒类品质及其变化的学科，是运用物理、化学、生物化学等学科的基础理论及各种科学技术，对酒类组成成分的检测原理、检测方法和检测技术进行研究的一门应用性科学，具有很强的技术性和实践性，发酵分析在专业技术中起着非常重要的作用。

二、发酵分析的任务

发酵分析的主要任务是按照制定的技术标准，对原料、辅料、半成品以及成品的主要成分进行定量的分析测定，对生产工艺过程及有关的工艺参数进行监控，以掌握生产情况，保证产品质量，为工厂成本核算、生产计划的制定提供基本数据，为新资源、新产品的开发，为新工艺、新技术的研究及应用提供可靠的依据，保证生产质量优良的产品。

三、发酵分析的要求

通过本门课程的学习，使学生能够掌握主要的分析原理和分析方法，具备一定的分析问题和解决问题的能力。

- ① 掌握基础理论和基本实践技能；
- ② 掌握仪器分析的基本原理与方法、分析检测技术及应用的基本理论知识，有较强的操作技能；
- ③ 具有按照检测项目要求，合理选择分析技术与方法，进行分析检测操作，分析处理实验数据，撰写分析检测报告的能力；
- ④ 掌握分析仪器的原理结构及使用方法，具有维护仪器的能力。

第二节 发酵分析的主要分析方法及主要内容

一、发酵分析的主要分析方法

发酵分析中，根据不同的测定要求、被测样品的性质以及样品中被测组分含量的差异，所用的分析检测方法也各不相同。

1. 物理分析法

物理分析法是根据物质的某些物理常数与组分之间的关系进行鉴定或测定的分析方法。如通过测定密度、折射率、旋光度等物理常数，则可以得知酒类生产原料、半成品及成品的组成成分及其含量。

2. 化学分析法

化学分析法是以化学反应为基础的分析方法，可分为定性分析和定量分析两类。在分析

中,借助于化学反应来确定被测物质中含有何种组分的分析方法称为定性分析。由于发酵分析中样品的定性组成及其含量的大致范围是已知的,因而生产中主要进行定量分析而不进行定性分析。

化学分析法是定量分析的基本内容,它包括质量法和容量法。容量法即滴定分析法,滴定分析又根据其化学反应的性质分为酸碱滴定法、氧化还原滴定法、沉淀滴定法和配位滴定法。

化学分析法是发酵分析最基础的分析方法,它具有使用仪器简单、在常量分析范围内结果较准确、有完整的分析理论、计算方便等特点,是常规分析检验的主要方法。

3. 物理化学分析法

物理化学分析法是根据物质的某些物理及化学性质与组分之间的关系进行鉴定或测定的分析方法,由于必须借助一些分析仪器,故也称为仪器分析法。物理化学分析法是一种较为灵敏、快速、准确的分析方法,对于样品中的一些微量组分,化学分析法的灵敏度、准确度及快速分析等均达不到要求,特别是存在干扰物质的情况下检测更为困难,所以现代分析越来越多地使用物理化学分析法进行分析。发酵分析中采用的物理化学分析法主要是由分子吸收分光光度分析法(可见光和紫外光分光光度法)、原子吸收分光光度分析法、气相色谱法等组成。

二、发酵分析的主要内容

由于发酵产品的种类繁多,组成复杂,本书主要针对酒类进行分析检验,酒类产品分析检验包括以下内容。

1. 原料成分分析

酒类生产用原料选取的原则是凡是含有糖或可以转化为糖的物质都可以作为酿酒的原料。因此,原料成分的分析主要是对原料中淀粉、灰分及水等含量的分析。

2. 酒类营养成分分析

酒类产品的成分分为两类,分别为主产物(乙醇、二氧化碳)和副产物(风味成分),其含量的多少决定酒的品质,在酒类生产中,各工艺流程参数的确定、生产过程的控制、成品质量的检测、对生产工艺合理性鉴定等,都是通过营养成分的分析实现的。酒类营养成分的分析检测主要包括酒精分、糖、含氮化合物、醛、酸、酯等含量的分析。各种酒的理化指标见附录。

3. 酒类添加剂的分析

酒类生产中常需要加入一些辅助原料,如酒花、二氧化硫、酶制剂、防腐剂等,对其使用量的控制必须借助各种相关成分的分析检验完成。

第二章 分析检验的基本知识

发酵分析检验必须按以下程序进行：首先是采样、样品制备、样品处理过程，然后选择适当的分析方法进行定量测定及结果计算，最后进行数据处理。

第一节 样品的采集、制备、处理与保存

一、样品的采集

(一) 正确采样的意义

样品的采集简称采样。所谓采样就是从一大批被测样品中抽取一定量能代表整批被测物质的样品。要保证分析结果准确，前提之一就是采样要具有代表性、均匀性，所谓代表性就是采取的样品必须能代表全部被测物质。

(二) 采样的步骤

采样分为三个步骤，即检样→原始样品→平均样品。由整批被测物质的各个部分采取的少量样品称为检样；把许多份检样综合在一起称为原始样品；原始样品经过处理再抽取其中一部分作检验用者称为平均样品；平均样品即为分析样品，它必须能代表整批被测物质的平均组成，否则，在以后的样品处理及分析过程中再严格、精密、准确也是毫无意义的。

(三) 采样的方法

采样是分析工作中非常重要的第一步。采样时要注意：对原料和辅助原料应了解来源、数量、品质、包装及运输情况；对成品应了解批量生产日期、数量、贮存方法等，再根据其存在状态选择合适的采样方法。

物料种类繁多，但常以固态、液态、气态三种状态存在，而尤以固态、液态最为常见。

1. 固态样品的采集

固态样品的采集应按不同批号分别进行采样。

① 对大包装的袋（或件）进行抽样，使用双套回转管（见图 2-1）取样，将样品合并混匀，按四分法对角取样至所需样品量，一般为 0.1~1kg 样。

② 对于小袋装样品按规定取样数量直接拣取小袋样品，取样数量可按下式决定：

$$S = \sqrt{\frac{N}{2}}$$

式中 S——采样数量（件、袋等）；

N——被测物质数量（件、袋等）。

从样品堆积的不同部位，按照采样数量确定具体的采样袋（或件），用双套回转取样管，扦入每一袋的上、中、下三个部位，分别采取部分样品并混合在一起，按四分法分取平均小样，取样量一般为 0.1~1kg。

③ 对于堆状的散粒状的样品应在一堆样品的四周及顶部，也分上、中、



图 2-1 双套回转取样管

下三个部位用双套回转取样管插入采样，将采得的样品混合在一起，按四分法分取平均小样，取样量一般为0.1~1kg。

2. 液体样品的采集

① 对大桶或大罐装的饮料酒，可用虹吸法按上、中、下三层各取约500mL样品，混装于一洁净、干燥的大容器中，充分混匀后，取出0.5~1L为分析样品。

② 对瓶装酒，在每批产品的不同部位随机抽取样品。对于250mL以上的瓶装酒，每批采样不少于3瓶；250mL以下的瓶装酒，则每批采样不少于6瓶。采样后，混装于一洁净、干燥的大容器中，充分混匀后，取出0.5~1L为分析样品。

采集的样品应分别盛装在清洁、干燥的玻璃样品瓶中，安塞密封、贴标签，注明样品名称、采样日期、编号、检验项目等，以便化验室检验时对号入座、批次无误。其中一部分样品用于保存以备复检，一部分样品则用于检验。样品采集后应尽快检验。

二、样品的制备

样品制备的目的在于保证样品制备得十分均匀，使混合的样品在拣取任何部分进行检验时都能代表全部样品的成分，以求得正确的结果。被测样品的种类不同，其样品的制备方法也不同。

① 对液体样品，可用摇动（如瓶装酒类及饮料）或搅拌（如果汁）将样品充分搅拌均匀。

② 对含水量较低的固态样品，可用研钵或磨粉机磨碎、磨均匀（如粮食）。

③ 对含水量较高的固态样品，可取其可食部分，放入高速组织捣碎机（如果蔬类）。

在样品制备过程中，应防止易挥发性成分的逸散及避免样品组成和理化性质的变化。

三、样品的处理

在分析检验时，当应用某种化学方法或物理化学方法对其中某个组分的含量进行测定时，其他组分的存在常给测定带来干扰。因此，为了保证分析工作的顺利进行，得到准确的分析结果，必须在测定前对样品进行处理，排除干扰组分。

试样处理是整个分析测定中的重要步骤，处理方法要根据被测组分及干扰组分的物理化学性质决定，常用的样品处理方法如下。

1. 直接溶解

(1) 水溶解 试样中的被测物质大多能直接溶解于水中，例如，糖类、氨基酸、有机酸、无机盐等，这类物质的测定，一般将试样加水溶解（如果常温水不能充分溶解，可以采用温水或沸水进行溶解），稀释后可以直接测定。

(2) 有机溶剂溶解 某些难溶于水的有机被测物质（如脂肪等），常用乙醚、乙醇、丙酮、氯仿、石油醚等有机溶剂来提取。

2. 有机质破坏

测定样品中的无机盐或金属离子时，由于被测无机盐或重金属离子不以离子形式存在，而是以与有机物质结合形式存在，因此在测定前，先要破坏试样的有机结合体释放出被测组分，这一步骤称为有机质破坏。它是在高温或强烈氧化条件下，使样品中有机物质分解，并在加热过程中成气态而逸散掉。有机质的破坏根据具体操作方法的不同，可分为干法灰化和湿法消化两大类。

(1) 干法灰化 样品在高温下（一般为550℃）被充分氧化。将样品置于坩埚中，小火

炭化后，再置于 500~600℃ 的高温炉中灼烧灰化，至残灰为白色或浅灰色为止。此法优点在于有机质破坏彻底，操作方便，不需要操作人员时时照管。

(2) 湿法消化 在强酸、强氧化剂（如浓硫酸、高氯酸、高锰酸钾等）作用并加热的条件下，样品中的有机物质被分解、氧化呈气态逸出，无机盐和金属离子则留在溶液中，供测试用。此法优点在于加热温度较干法低，减少了金属挥发逸散的损失，应用广泛。但在消化过程中，产生大量有害气体，操作需在通风橱中进行；此外，在消化初期，产生大量泡沫易冲出瓶颈造成损失，故需操作人员随时照管。湿法消化装置见图 2-2。

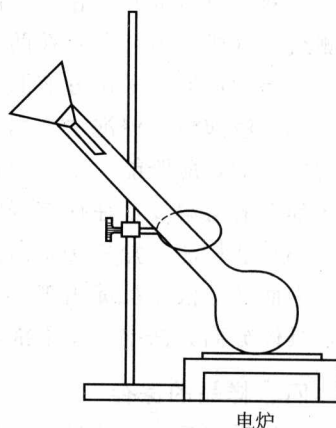


图 2-2 湿法消化装置

3. 蒸馏法

蒸馏法是利用液体混合物中各组分挥发度的不同将液体混合物各组分分离为纯组分的方法。蒸馏法可以用于除去干扰组分，也可以用于蒸馏逸出被测组分，收集馏出液进行分析。

常用的蒸馏方法如下。

(1) 常压蒸馏 当被蒸馏的物质受热后不发生分解或沸点不太高的情况下，可在常压进行蒸馏。常压蒸馏的装置比较简单，加热方法要根据被蒸馏物质的特性和沸点来确定，如果沸点不高于 90℃ 可用水浴；如果超过 90℃，则可改为油浴、沙浴、盐浴、石棉浴；如果被蒸馏物质不易爆炸或燃烧，可用电炉或酒精灯以直接火加热，最好要垫以石棉网，使受热均匀且安全。当被蒸馏物质的沸点高于 150℃ 时，可用空气冷凝管代替冷水冷凝器。常压蒸馏装置见图 2-3。

(2) 减压蒸馏 当常压蒸馏因试液沸点太高而导致被蒸馏物质分解时，可以采用减压蒸馏。减压蒸馏采用真空泵或水力喷射泵减压。

(3) 水蒸气蒸馏 水蒸气蒸馏是将水和与水互不相溶的液体一起蒸馏，是用水蒸气来加热混合液体的。水蒸气蒸馏装置见图 2-4。

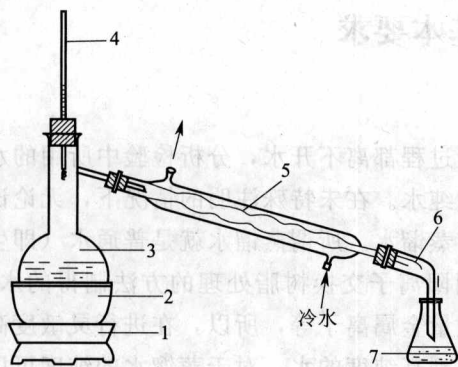


图 2-3 常压蒸馏装置

1—电炉；2—水浴锅；3—蒸馏瓶；4—温度计；

5—冷凝管；6—接收管；7—接收瓶

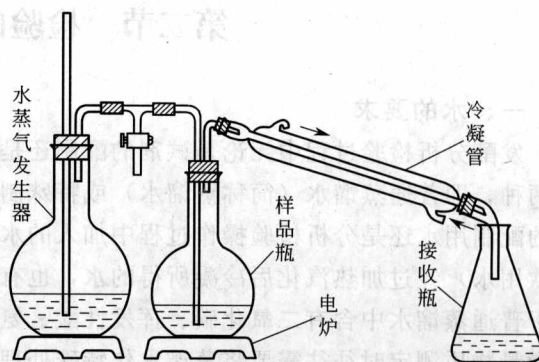


图 2-4 水蒸气蒸馏装置

4. 溶剂提取法

在任一溶剂中，不同的物质具有不同的溶解度，利用混合物中各物质溶解度的不同，将

混合物组分完全或部分地分离，此过程称为提取，也称为萃取。提取的方法很多，最常用的是溶剂分层法、浸泡法和盐析法。

(1) 溶剂分层法 溶剂分层法就是根据被提取组分的特点，选用适当的溶剂，该溶剂必须与溶液中原溶剂互不相溶，但能大量溶解被提取的组分，当选用溶剂与溶液混合后，由于被测组分（或其他组分）在两种互不相溶的溶剂中的分配系数不同，经多次提取可分离出来。抽提的仪器可采用分液漏斗。

(2) 浸泡法 浸泡法常用于从固体混合物或有机体中提取某种物质，也称为浸提。所使用的提取剂，应既能大量溶解被提取的物质，又要不破坏被提取物质的性质，为了提高物质在溶剂中的溶解度，往往在浸泡时要加热。常用的浸泡法提取的仪器是索氏提取器。

(3) 盐析法 盐析法是向溶液中加入某一物质，使溶质溶解在原溶剂中的溶解度大大降低，进而从溶液中沉淀出来。盐析沉淀后要选择适当的分离方法，如过滤、离心分离、蒸发等，具体分离方法要根据溶液、溶剂、析出物质的性质和实验要求来决定。

四、样品的保存

样品采集后应尽快进行分析，以防止其中水分或挥发性物质的散失及其他待测物质含量的变化，否则应密塞加封，进行妥善保存，切忌使用带有橡皮垫的容器。样品保存过程中应注意以下几点：

① 盛样品的容器，应该是清洁、干燥的优质磨口玻璃容器，容器外贴上标签，注明样品名称、采样日期、编号、分析项目等；

② 易腐败变质的样品，需进行冷藏、避光保存，保存温度在 $0\sim 5^{\circ}\text{C}$ ，但时间不宜过长，否则，会导致样品变质或待测物质的分解；

③ 对于已腐败变质的样品，应弃去重新采样分析。

总之，要防止样品在保存过程中受潮、风干、变质，保证样品的外观和化学组成不发生变化。分析结束后的剩余样品，除易腐败变质者不予保留外，其他样品一般保存一个月，以备复查。

第二节 检验的基本要求

一、水的要求

发酵分析检验过程中无论是试剂的配制还是检验过程都离不开水，分析检验中所用的水有两种，即普通蒸馏水（简称蒸馏水）或特殊制备的纯水。在未特殊注明的情况下，无论试剂的配制用水还是分析检验操作过程中加入的水均为蒸馏水。所谓蒸馏水就是普通水（即生活饮用水）经过加热汽化后冷凝所得的水，也有用阴阳离子交换树脂处理的方法制得的水。由于普通蒸馏水中含有二氧化碳、挥发性酸、氨和微量金属离子等，所以，在进行灵敏度高的微量物质测定时往往需要将蒸馏水作特殊处理，得到高纯度的水。对于蒸馏水的纯度可以用电导仪和专门的水纯度测定仪器来测定。

二、试剂的要求

发酵分析检验离不开试剂，试剂的纯度对分析检验是非常重要的，没有纯的试剂就得不到准确的检验结果，试剂纯度高低是导致检测结果出现偏差的原因之一。

化学试剂分为四级。一级试剂为优级纯，保证试剂，符号 G. R.，用作基准物质；二级

试剂为分析纯，常用分析试剂，符号 A. R.；三级试剂为化学纯，符号 C. P.，作为一般要求较低的分析用试剂；四级试剂为实验试剂，符号 L. R.，纯度较低，分析中很少使用。

对于不同的分析检测，还有各种特殊规格的化学试剂，供特殊的要求，如光谱纯试剂 (S. P.)、色谱纯试剂 (G. C.)、基准试剂 (P. T.)、生物试剂 (B. R.) 等。

发酵分析检验中试剂的使用应按照检验项目的要求和检验方法的规定，合理、正确地选择使用。

三、器皿的要求

1. 器皿的选择

发酵分析检验中离不开器皿，检验时所需的器皿可根据要求选用。

- ① 一般情况下，试剂瓶和容器最好使用硬质玻璃，因为一般的软质玻璃有较强的吸附力，将待测溶液中的某些离子吸附，同时又有钠等离子溶入溶液中；
- ② 有些玻璃器皿耐酸不耐碱，强碱溶液会腐蚀玻璃，此时应采用耐碱器皿盛试剂或样品；
- ③ 有些试剂对玻璃侵蚀性强，此时需选用塑料瓶贮存；
- ④ 有些试剂要求避光，此时需要选用棕色瓶贮存。

2. 器皿洗涤方法

(1) 新的玻璃器皿 先用自来水冲洗，晾干后用铬酸洗液浸泡，以除去不纯物质，然后用自来水冲洗干净。

(2) 油垢的玻璃器皿 先用碱性酒精洗液洗涤，然后用洗衣粉洗液洗涤，再用自来水冲洗干净。

(3) 凡士林等油状物器皿 应将凡士林除去后，在洗衣粉洗液中烧煮，取出用自来水冲洗干净。

(4) 塑料器皿 可用 (1+3) 硝酸洗液洗涤。

(5) 铁锈、钙盐等其他金属氧化物污染的器皿 用 (1+3) 盐酸洗液洗涤。

(6) 瓷坩埚污物 先用水冲洗后用粗盐酸洗涤，或用盐酸煮沸洗涤。

(7) 铂坩埚污物 用 (1+3) 盐酸煮沸洗涤。

(8) 比色器皿 用水冲洗后用稀盐酸洗涤，再用自来水冲洗干净后，用乙醇除去残留水分。

3. 一些常用洗涤剂的配制

(1) 洗衣粉洗液 用洗衣粉以热水配成浓溶液。

(2) 铬酸洗液 称取 100g 工业用重铬酸钾，加水 350mL，加热溶解成饱和溶液后，徐徐加入浓硫酸至 1000mL。

(3) (1+3) 盐酸 (或硝酸) 洗液 1 份盐酸 (或硝酸) 与 3 份水混合而成。

(4) 王水 3 份盐酸和 1 份硝酸混合而成。

(5) 碱性酒精洗液 用 95% 酒精与 30% 氢氧化钠溶液等体积混合而成。

第三节 标准溶液的制备

一、标准溶液的配制与标定

标准溶液是指已知准确浓度的溶液，它是滴定分析中进行定量计算的依据之一。不

论采用何种滴定方法，都离不开标准溶液。因此，正确地配制标准溶液，确定其准确浓度，妥善地贮存标准溶液，都关系到滴定分析结果的准确性。配制标准溶液的方法一般有以下两种。

1. 直接配制法

用分析天平准确地称取一定量的物质，溶于适量水后定量转入容量瓶中，稀释至标线，定容并摇匀。根据溶质的质量和容量瓶的体积计算该溶液的准确浓度。

能用于直接配制标准溶液的物质，称为基准物质或基准试剂，它也是用来确定某一溶液准确浓度的标准物质。作为基准物质必须符合下列要求。

① 试剂必须具有足够高的纯度，一般要求其纯度在 99.9%（质量分数）以上，所含的杂质应不影响滴定反应的准确度。

② 物质的实际组成与它的化学式完全相符，若含有结晶水（如硼砂 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ），其结晶水的数目也应与化学式完全相符。

③ 试剂性质应该稳定。例如，不易吸收空气中的水分和二氧化碳，不易被空气氧化，加热干燥时不易分解等。

④ 试剂最好有较大的相对分子质量，这样可以减少称量误差。常用的基准物质有纯金属和某些纯化合物，如 Cu、Zn、Al、Fe 和 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 、 Na_2CO_3 、MgO、 KBrO_3 等，它们的含量一般在 99.9% 以上，甚至可达 99.99%。

应注意，有些高纯试剂和光谱纯试剂虽然纯度很高，但只能说明其中杂质含量很低。由于可能含有组成不定的水分和气体杂质，使其组成与化学式不一定准确相符，致使主要成分的含量可能达不到 99.9%，这时就不能用作基准物质。一些常用的基准物质及其应用范围列于表 2-1 中。

表 2-1 常用基准物质的干燥条件和应用

基准物质		干燥后的组成	干燥条件/℃	标定对象
名称	化学式			
碳酸氢钠	NaHCO_3	Na_2CO_3	270~300	酸
十水合碳酸钠	$\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	Na_2CO_3	270~300	酸
硼砂	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	放在装有 NaCl 和蔗糖饱和溶液的密闭器皿中	酸
二水合草酸	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	室温空气干燥	碱或 KMnO_4
邻苯二甲酸氢钾	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	$\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$	110~120	碱
重铬酸钾	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	140~150	还原剂
溴酸钾	KBrO_3	KBrO_3	130	还原剂
草酸钠	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	130	KMnO_4
碳酸钙	CaCO_3	CaCO_3	110	EDTA
锌	Zn	Zn	室温干燥器中保存	EDTA
氯化钠	NaCl	NaCl	500~600	AgNO_3
硝酸银	AgNO_3	AgNO_3	220~250	氯化物

2. 间接配制法（标定法）

需要用来配制标准溶液的许多试剂不能完全符合上述基准物质必备的条件，例如： NaOH 极易吸收空气中的二氧化碳和水分，纯度不高；市售盐酸中 HCl 的准确含量难以确定，且易挥发； KMnO_4 和 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 等均不易提纯，且见光分解，在空气中不稳定等。因此这类试剂不能用直接法配制标准溶液，只能用间接法配制，即先配制成接近于所需浓度的溶

液,然后用基准物质(或另一种物质的标准溶液)来测定其准确浓度。这种确定其准确浓度的操作称为标定。

例如欲配制 0.1mol/L HCl 标准溶液,先用一定量的浓 HCl 加水稀释,配制成浓度为 0.1mol/L 的稀溶液,然后用该溶液滴定经准确称量的无水 Na_2CO_3 基准物质,直至两者定量反应完全,再根据滴定中消耗 HCl 溶液的体积和无水 Na_2CO_3 的质量,计算出 HCl 溶液的准确浓度。大多数标准溶液的准确浓度是通过标定的方法确定的。在常量组分的测定中,标准溶液的浓度大致范围为 0.01~1mol/L,通常根据待测组分含量的高低来选择标准溶液浓度的大小。

为了提高标定的准确度,标定时应注意以下几点。

① 标定应平行测定 3~4 次,至少重复 3 次,并要求测定结果的相对偏差不大于 0.2%。

② 为了减少测量误差,称取基准物质的量不应太少,最少应称取 0.2g 以上;同样滴定到终点时消耗标准溶液的体积也不能太小,最好在 20mL 以上。

③ 配制和标定溶液时使用的量器,如滴定管、容量瓶和移液管等,在必要时应校正其体积,并考虑温度的影响。

④ 标定好的标准溶液应该妥善保存,避免因水分蒸发而使溶液浓度发生变化;有些不够稳定,如见光易分解的 AgNO_3 和 KMnO_4 等标准溶液应贮存于棕色瓶中,并置于暗处保存;能吸收空气中二氧化碳并对玻璃有腐蚀作用的强碱溶液,最好装在塑料瓶中,并在瓶口处装一碱石灰管,以吸收空气中的二氧化碳和水。对不稳定的标准溶液,久置后,在使用前还需重新标定其浓度。

二、标准溶液的保存

配制成并经标定的标准溶液,往往不是短时期就能用完的,因而存在一个如何保存的问题,应注意下列事项。

① 标准溶液应密封保存,防止溶液蒸发。

② 见光易分解、易挥发的溶液应贮存于棕色磨口瓶中。如 KMnO_4 、 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 、 AgNO_3 、 I_2 等标准溶液。

③ 易吸收 CO_2 并能腐蚀玻璃的溶液,如 NaOH 、 KOH 和较浓的 EDTA 溶液,应贮存于耐腐蚀的玻璃瓶或聚乙烯瓶中。在瓶口还应设有碱石灰干燥管,以防倒出溶液时吸入 CO_2 。

④ 由于溶液易蒸发而挂在瓶内壁上,在使用时应摇匀,使浓度均匀。

表 2-2 列出常用标准溶液的保存期限。

表 2-2 常用标准溶液的保存期限

名称	标准溶液		保存期限/月
	化学式	浓度/(mol/L)	
各种酸标准溶液	—	各种浓度	3
氢氧化钠	NaOH	各种浓度	2
氢氧化钾-乙醇液	KOH	0.1, 0.5	0.25
硝酸银	AgNO_3	0.1	3
硫氰酸铵	NH_4SCN	0.1	3
高锰酸钾	KMnO_4	0.1	2

续表

标准溶液			保存期限/月
名称	化学式	浓度/(mol/L)	
高锰酸钾	KMnO ₄	0.05	1
溴酸钾	KBrO ₃	0.1	3
碘液	I ₂	0.1	1
硫代硫酸钠	Na ₂ S ₂ O ₃	0.1	3
硫代硫酸钠	Na ₂ S ₂ O ₃	0.05	2
硫酸亚铁	FeSO ₄	0.1	3
硫酸亚铁	FeSO ₄	0.05	3
亚砷酸钠	Na ₃ AsO ₃	0.1	1
亚硝酸钠	NaNO ₂	0.1	0.5
EDTA	Na ₂ H ₂ Y	各种浓度	3

三、标准溶液浓度的表示方法

1. 物质的量浓度 (c, 简称浓度)

物质的量浓度是指单位体积溶液中含溶质 B 的物质的量, 以符号 c_B 表示。即

$$c_B = \frac{n_B}{V_B}$$

式中, B 代表溶质的化学式; n_B 为溶质 B 的物质的量, mol; V_B 为溶液的体积, m³; c_B 为物质的量浓度, mol/m³, 在分析化学中常用的单位为 mol/L 或 mol/dm³。

因

$$n_B = \frac{m_B}{M_B}$$

式中, m_B 为物质 B 的质量, g; M_B 为物质 B 的摩尔质量, kg/mol, 在分析化学中常用的单位为 g/mol, 以此为单位时, 任何原子、分子或离子的摩尔质量在数值上就等于其相对原子质量、相对分子质量或相对离子质量。

所以

$$m_B = c_B V_B M_B$$

2. 滴定度 (T)

在工业生产中, 由于测定对象比较固定, 常使用同一标准溶液测定同一种物质, 因此常用滴定度表示标准溶液的浓度, 使计算简便、快速。滴定度是指 1mL 标准溶液相当于被测物质的质量 (单位为 g/mL 或 mg/mL), 以符号 T_{A/B} 表示。其中 A 为被测物质, B 为滴定剂。例如, 1.00mL K₂Cr₂O₇ 标准溶液恰好能与 0.005682g Fe 完全反应, 则此 K₂Cr₂O₇ 溶液对 Fe 的滴定度 T_{Fe/K₂Cr₂O₇} = 0.005682g/mL。

第三章 化学分析

第一节 水质的分析检验

水质分析检验在国民经济各个领域肩负着重要使命，在日趋繁重的水环境污染治理监测工作中起着“眼睛”和“哨兵”作用，包括水环境评价及废水综合利用等都必须以水质分析结果为依据，才能作出科学准确的判断和评价。

水质分析项目繁多，主要包括物理指标、化学指标及微生物指标。下面就一些常规分析项目进行介绍。

一、物理指标检测

物理指标的检测主要有色度、臭和味、悬浮物和浑浊度等。

(一) 色度

所谓色度是指含在水中的溶解性的物质或胶状物质所呈现的类黄色乃至黄褐色的程度。溶液状态的物质所产生的颜色称为“真色”；由悬浮物质产生的颜色称为“假色”。测定前必须将水样中的悬浮物除去。

色度测定方法主要有铂钴标准比色法和铬钴标准比色法。通常测定清洁的天然水是用铂钴标准比色法。此法操作简便，色度稳定，标准色列如保存适宜，可长期使用。但其中氯铂酸钾太贵，大量使用很不经济。铬钴标准比色法试剂便宜易得。方法精密度和准确度与铂钴标准比色法相同，只是标准色列保存时间较短。

1. 铂钴标准比色法

(1) 测定范围 本法最低检测色度为 5 度，测定范围 5~50 度。

即使轻微的浑浊度也干扰测定，故浑浊水样需先离心使之清澈，然后取上清液测定。

(2) 原理 用氯铂酸钾和氯化钴配成与天然水黄色色调相同的标准比色列，用于水样目视比色测定。规定每升水含有 1mg 铂和 0.5mg 钴所具有的颜色作为一个色度单位，称为 1 度。

(3) 试剂铂钴标准溶液 称取 1.246g 氯铂酸钾 (K_2PtCl_6) 和 1.000g 氯化钴 ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$)，溶于 100mL 纯水中，加入 100mL 盐酸，用纯水定容至 1000mL。此标准溶液的色度为 500 度。

(4) 仪器、设备

① 150mL 成套高型具塞比色管。

② 离心机。

(5) 分析步骤

① 取 50mL 透明水样于比色管中。如水样浑浊应先进行离心，取上清液测定。如水样色度过高，可少取水样，加纯水稀释后比色，将结果乘以稀释倍数。

② 另取比色管 11 支，分别加入铂钴标准溶液 0、0.50mL、1.00mL、1.50mL、