

白酒生产分析检验



轻工业出版社



白酒生产分析检验

王福荣 编著

轻工业出版社

白酒生产分析检验

王福荣 编著

*

轻工业出版社出版

(北京阜成路3号)

涿县辛庄印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

*

787×1092 毫米 1/32 印张: $4\frac{24}{32}$ 字数: 106 千字

1985年6月 第一版第3次印刷

印数: 29401—46400 定价: 0.81 元

统一书号: 15042·1470

内 容 简 介

本书较系统地介绍了白酒生产中原料、半成品和成品的检验原理与方法。对于试剂的配制原理和化学计算以及气相色谱分析方法也作了简要的介绍。

本书可供白酒厂化验工人和技术人员参考。

前 言

党的十一届三中全会以来，我国的科学技术和工农业生产迅猛向前发展。随同产品质量的不断提高，对于产品质量的分析检验工作也相应提出了更高的要求。为适应白酒生产的不断发展和化学检验操作法的不断改进，以及白酒厂广大工人、化验人员和技术人员的需要，我在学习和参考轻工业部《白酒检验操作法》以及部分地区关于白酒检验操作法的基础上，结合在教学、科研和从事白酒化学检验等实践中的粗浅体会，编写了这本《白酒生产分析检验》，供白酒厂化验工人和技术人员参考。

本书承庞玉珍同志协助试验、抄写与画图，在此表示感谢。

由于水平有限，实践经验不足，编写中难免有缺点错误，请读者指正。

编 者

目 录

前 言

第一章 溶液的配制与化学计算	1
一、原子量、分子量、克当量	1
二、溶液的浓度	4
三、当量定律与化学分析中的计算	6
第二章 原料分析	10
第一节 取样	10
第二节 物理检查	11
一、感观检查	11
二、夹杂物(砂石率)测定	11
第三节 化学分析	12
一、水分测定(烘烤法)	12
二、粗淀粉测定	12
第三章 半成品分析	27
第一节 固体发酵酒醅分析	27
一、取样	27
二、水分测定	27
三、酸度测定	28
四、还原糖测定	30
五、淀粉测定	32
六、出池酒醅酒精度测定	33
七、酒糟中残余酒分测定	34
第二节 液体发酵糖化醪分析	37
一、取样	37

二、酸度测定	37
三、还原糖测定	38
四、总糖测定	39
第三节 液体发酵成熟醪分析	40
一、取样	40
二、酸度测定	40
三、还原糖测定	40
四、总糖测定	41
五、酒精度测定	41
第四节 麸曲分析	42
一、取样	42
二、感观检查	42
三、化学分析	42
第五节 液体曲分析	46
一、取样	46
二、酸度测定	46
三、糖化酶活力测定	46
第六节 酒母醪分析	49
一、酒母糖液分析	49
二、酒母醪分析	50
第四章 成品分析	53
第一节 取样	53
第二节 物理检查	53
一、色	53
二、香	53
三、味	54
第三节 化学分析	54
一、酒精度测定	54
二、总酸测定	54

三、总酯测定	55
四、总醛测定	57
五、杂醇油测定	59
六、甲醇测定	64
七、铅测定	71
八、糠醛测定	80
第五章 其它	84
一、水的硬度测定	84
二、己酸的纸上层析	89
三、出酒率的计算	90
第六章 气相色谱法简介	94
一、色谱分析概述	94
二、气相色谱法的基本流程	95
三、气相色谱法的特点	96
四、典型色谱图与有关术语	97
五、色谱柱与固定相	99
六、鉴定器	106
七、操作条件的选择	110
八、定性分析	112
九、定量分析	115
十、气相色谱法在白酒分析中的应用	116
附录	123
附表 1 常见元素原子量表	123
附表 2 常见酸碱常数表	123
附表 3 糖量表(兰-爱农法)	124
附表 4 酒精度与温度校正表(20°C)	125
附表 5 麸曲水分与绝干曲换算表(10克)	139
附表 6 麸曲水分与绝干曲换算表(5克)	149
附表 7 各种酒度折算成 65° 酒的折算因子	141
附表 8 酒精比重与百分含量对照表(20°C)	145

第一章 溶液的配制与化学计算

一、原子量、克分子量、克当量

(一) 原子量、分子量

世界上一切物质都是由很小的微粒即分子组成，分子是由更小的微粒即原子组成。

原子虽小，但仍有一定的重量。如一个氢原子重 0.000 000 000 000 000 000 001663 克。这样小的数字给运算上带来不便，故规定取碳原子同位素重量的十二分之一作为一个碳单位，进而求得各元素的原子量。

如：氢原子量为 1.008 碳单位。

氧原子量为 16.00 碳单位。

硫原子量为 32.06 碳单位。

铁原子量为 55.85 碳单位。

常见元素原子量见附表 1。

分子量也同样是由碳单位来表示的一个分子重量。

如：氢氧化钠(NaOH)分子，它是由一个钠原子，一个氧原子和一个氢原子组成。其分子量即为各原子的原子量之和。

$$22.99 + 16.00 + 1.01 = 40.00 \text{ 碳单位}$$

同样：硫酸(H_2SO_4)分子量为：

$$1.01 \times 2 + 32.06 + 16.00 \times 4 = 98.08 \text{ 碳单位}$$

重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)分子量为：

$$39.10 \times 2 + 52.00 \times 2 + 16.00 \times 7 = 294.20 \text{ 碳单位}$$

对含有结晶水的物质，其分子量应将结晶水计算在内。

如：硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)分子量为：

$$22.99 \times 2 + 32.06 \times 2 + 16.00 \times 3 + 5 \times (1.01 \times 2 + 16.00) \\ = 248.20 \text{ 碳单位}$$

(二) 克原子、克分子

用碳单位来表示原子量与分子量仍不适用于工业生产，因为工业上重量单位往往采用克、千克(公斤)、吨等。为此引入克原子、克分子的概念。

克原子、克分子是以克为单位，在数值上等于该原子、分子以碳单位表示的数值。

如：氧原子量为 16.00 碳单位，一克原子氧为 16.00 克。

氢氧化钠分子量为 40.00 碳单位，一克分子氢氧化钠为 40.00 克。

(三) 克原子数、克分子数

克原子数、克分子数是指克原子、克分子的数目。

如：一克原子氧重 16.00 克，而含 16.00 克氧称为一个克原子数。

一克分子氢氧化钠重 40.00 克，而含 40.00 克氢氧化钠称为一个克分子数。

反之则：一个克原子数氧重 16.00 克。

一个克分子数氢氧化钠重 40.00 克。

克原子数、克分子数可以是整数，也可以是分数。

如：一个克原子数氧重 16.00 克，二个克原子数氧重 32.00 克。

一个克分子数氢氧化钠重 40.00 克，0.1 个克分子数氢氧化钠重 4.00 克。

(四) 克当量、克当量数

物质的克当量与克分子量相似，都是表示物质重量的一个单位。但克当量与克分子量概念不同，在数值上有些物质克当量与克分子量相等，有些却不相等。

如：氢氧化钠(NaOH)克分子量为 40.00 克，克当量也为 40.00 克。

盐酸(HCl)克分子量为 36.46 克，克当量也为 36.46 克。

硫酸(H₂SO₄)克分子量为 98.08 克，克当量为 49.04 克。

氢氧化钙[Ca(OH)₂]克分子量为 74.10 克，克当量为 37.05 克。

其中 NaOH 和 HCl 的克当量等于克分子量，而 H₂SO₄ 和 Ca(OH)₂ 的克当量等于 $\frac{1}{2}$ 克分子量。可见酸、硷的克当量与分子中所能提供的氢离子(H⁺)或氢氧根离子(OH⁻)数目有关。

$$\text{酸或硷克当量} = \frac{\text{酸或硷的克分子量}(M)}{n}$$

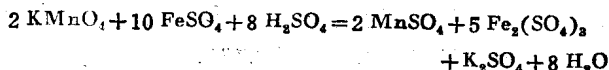
n ——H⁺ 或 OH⁻ 数目。

同样，对参与氧化还原反应物质的克当量与其化合价的变化数目有关(即与得失电子数有关)。

$$\text{氧化还原克当量} = \frac{\text{物质的克分子量}(M)}{n}$$

n ——物质的化合价变化数目。

如：高锰酸钾在酸性条件下与硫酸亚铁的氧化还原反应：



在这个氧化还原反应中，化合价发生变化的有锰(Mn)与铁(Fe)，其中锰从 +7 价降为 +2 价，化合价变化数目为

5, 故高锰酸钾的克当量为: $\frac{M_{\text{KMnO}_4}}{5}$ 。而铁从 +2 价升为 +3

价, 化合价变化数目为 1, 故硫酸亚铁的克当量为: $\frac{M_{\text{FeSO}_4}}{1}$ 。

物质的克当量数与克分子数相似。如氢氧化钠克当量为 40.00 克, 而含有 40.00 克氢氧化钠称为一个克当量数。

二、溶液的浓度

溶液的浓度是表示溶液的浓稀程度, 它反映了溶质与溶剂的相对量。

常用的浓度表示法有: 百分浓度、克分子浓度、克当量浓度(又称当量浓度)。

(一) 百分浓度

百分浓度又分为重量百分浓度和体积百分浓度。

1. 重量百分浓度

100 克溶液中含溶质的克数称为重量百分浓度。以 % (W/W) 表示。

如: 10% (W/W) 氢氧化钠溶液即表示 100 克溶液中含氢氧化钠 10 克, 含水 90 克。

又如: 配制 2% (W/W) 盐酸溶液 100 毫升。

2% (W/W) 盐酸溶液表示 100 克溶液中含 HCl 2 克, 含水 98 克。因浓盐酸浓度并非 100%, 比重也不是 1 (克/毫升), 故配制时不能量取 2 毫升浓盐酸, 加水 98 毫升。为此先从“附表 2”查得浓盐酸比重为 1.19, 即每毫升浓盐酸重 1.19 克。而浓盐酸的重量百分浓度为 37%, 故每毫升浓盐酸中含 HCl 量为: $1.19 \times 37\% = 0.44$ 克。显然, 2 克 HCl 需 37% 浓盐酸体积为: $2 \div 0.44 = 4.5$ (毫升)。而 4.5 毫升浓盐酸重:

$4.5 \times 1.19 = 5.4$ (克), 故补水量为 94.6 毫升 (设水的比重为 1)。

配制方法: 用量筒量取 4.5 毫升浓盐酸, 缓慢倒入 94.6 毫升水中。

2. 体积百分浓度

100 毫升溶液中含溶质的体积 (毫升数) 称为体积百分浓度。以 $\%(V/V)$ 表示。

白酒的酒精度表示法都采用体积百分浓度。

如: 65° 白酒即表示每 100 毫升白酒中含酒精 65 毫升。

百分浓度中有时也会遇到 (W/V) 表示法。

如: $10\% (W/V)$ 氢氧化钠溶液即表示 100 毫升溶液中含有 10 克氢氧化钠。

(二) 克分子浓度

1000 毫升溶液中含溶质的克分子数称为克分子浓度。以 “ M ” 表示。

如: $1 M$ 氢氧化钠溶液即表示在 1000 毫升氢氧化钠溶液中, 含氢氧化钠 1 个克分子数。

又如: 配制 500 毫升 $0.1 M$ 氢氧化钠溶液。

首先算出氢氧化钠的克分子量:

$$23 + 16 + 1 = 40 \text{ (克)}$$

而 0.1 个克分子数氢氧化钠重:

$$40 \times 0.1 = 4 \text{ (克)}$$

但克分子浓度定义所指的是 1000 毫升溶液中含氢氧化钠的克分子数。显然, 500 毫升溶液中所含氢氧化钠量:

$$4 \times \frac{500}{1000} = 2 \text{ (克)}$$

配制方法: 称取 2 克氢氧化钠, 溶于水中, 并用水稀释

至 500 毫升。

(三) 当量浓度

1000 毫升溶液中含溶质的克当量数称为克当量浓度,简称当量浓度。以“ N ”表示。

如: 氢氧化钠克当量为 40 克, 则 1000 毫升氢氧化钠溶液中含 40 克氢氧化钠, 其浓度为 1 当量($1N$)。同理: $0.1N$ 氢氧化钠溶液, 表示 1000 毫升氢氧化钠溶液中含氢氧化钠 4 克。

三、当量定律与化学分析中的计算

任何化学反应中, 物质总是等当量地互相作用。也就是说: 两种物质反应时, 它们的克当量数 (或毫克当量数) 一定相等, 这就是当量定律, 它是化学分析中计算的基础。

现将化学分析计算中所涉及的公式叙述如下:

$$(1) \quad N_1 V_1 = N_2 V_2$$

N_1 、 N_2 ——溶液的当量浓度,

V_1 、 V_2 ——溶液的体积(毫升)。

此公式为当量定律的数学表示式。它适用于溶液与溶液间的反应, 常用于液态酸、碱溶液的配制。

实验室中常见液态浓酸、浓碱的浓度是一定的。见附表2。

如: 配制 $0.1N$ 硫酸溶液 1000 毫升。

浓硫酸的当量浓度为 $36N$, 设所取体积为 V_1 毫升。根据当量定律: 稀酸的毫克当量数应等于所取浓酸的毫克当量数, 代入公式:

$$36 \times V_1 = 0.1 \times 1000$$

$$V_1 = \frac{0.1 \times 1000}{36} = 2.8 \text{ (毫升)}$$

配制方法：用量筒量取 2.8 毫升浓硫酸，缓慢倒入适量水中，再用水稀释至 1000 毫升。

$$(2) \quad NV = \frac{W}{\frac{M}{n}} \times 1000$$

N 、 V ——溶液的当量浓度与体积(毫升)，

W ——固体重量(克)，

$\frac{M}{n}$ ——固体的克当量(克)，

$\frac{W}{\frac{M}{n}}$ ——固体的克当量数，

1000——克当量数化为毫克当量数。

此公式适用于液体与固体间的反应，常用于标准溶液的标定中。

如：以邻苯二甲酸氢钾为基准物质标定氢氧化钠溶液浓度。设氢氧化钠溶液浓度为 0.1 N ，标定时消耗氢氧化钠溶液体积为 20 毫升，问应称取邻苯二甲酸氢钾多少克？

氢氧化钠标准溶液的标定常采用邻苯二甲酸氢钾为基准物质。邻苯二甲酸氢钾是固体，氢氧化钠溶液是液体，它们之间的反应是属于液体与固体间的反应。根据当量定律：消耗氢氧化钠溶液的毫克当量数(NV)应等于邻苯二甲酸氢钾的毫克当量数($\frac{W}{\frac{M}{n}} \times 1000$)。

$$NV = \frac{W}{\frac{M}{n}} \times 1000$$

N —— $0.1N$,

V ——20 毫升,

W ——称取邻苯二甲酸氢钾的重量(克),

M ——邻苯二甲酸氢钾克分子量(204.2),

n ——邻苯二甲酸氢钾中 H^+ 数目($n=1$)。

代入公式:

$$0.1 \times 20 = \frac{\frac{W}{204.2}}{1} \times 1000$$

$$W = 0.4(\text{克})$$

又如:用邻苯二甲酸氢钾标定氢氧化钠溶液时,设称取邻苯二甲酸氢钾为 0.4021 克,消耗氢氧化钠溶液体积为 20.21 毫升,问氢氧化钠溶液的当量浓度(N)?

代入公式:

$$N \times 20.21 = \frac{0.4021}{204.2} \times 1000$$

$$N = 0.09743(N)$$

$$(3) \quad \text{被测物}(\%) = N \times V \times \frac{E}{1000} \times \frac{1}{W} \times 100$$

N 、 V ——标准溶液的当量浓度与消耗体积(毫升),

E ——被测物质的克当量(克),

$\frac{E}{1000}$ ——被测物质的毫克当量(克),

W ——被测物质的取样量(克或毫升)。

此公式适用于被测物质的百分含量计算中。

如:白酒总酸测定中,氢氧化钠溶液浓度为 $0.1020 N$, 滴定 50 毫升白酒消耗氢氧化钠溶液体积为 7.21 毫升,问白

酒中总酸含量(以醋酸计)?

根据当量定律: 滴定中所消耗的氢氧化钠溶液毫克当量数应等于 50 毫升白酒中醋酸的毫克当量数。消耗氢氧化钠溶液的毫克当量数为 $(NV)_{\text{NaOH}}$, 醋酸的克当量为 60 克, 毫克当量为 0.060 克, 因此 50 毫升白酒中醋酸量为: $(NV)_{\text{NaOH}} \times 0.060$, 换算成 100 毫升白酒中醋酸量为:

$$\begin{aligned}\text{总酸(醋酸计 g/100ml)} &= (NV)_{\text{NaOH}} \times 0.060 \times \frac{1}{50} \times 100 \\ &= 0.1020 \times 7.21 \times 0.060 \times \frac{1}{50} \times 100 \\ &= 0.08824\end{aligned}$$

注:

一、书中配制试剂用水及分析操作中加水皆指蒸馏水。

二、“准确吸取”与“吸取”系指用吸管吸取。

三、“定容”与“稀释定容”系指用容量瓶定容。

“稀释至……”系指用量筒量水进行稀释。

四、“准确称取”系指用分析天平称量。即准确至 ± 0.1 毫克。

“称取 5.0 克……”系指用感量 $\frac{1}{10}$ 或感量 0.5 克台称称量。

“称取 5.00 克……”系指用感量 $\frac{1}{100}$ 天平称量。