ICS 67.160.10
X 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 394.2—2008
代替 GB/T 394.2—1994

酒精通用分析方法

General methods of analysis for ethanol

2008-12-31 发布　　2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

食品伙伴网http://www.foodmate.net

目　　次

前言 …… Ⅰ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　总则 …… 1
4　外观 …… 1
5　酒精度 …… 2
6　硫酸试验色度 …… 3
7　氧化时间 …… 4
8　醛 …… 5
9　高级醇 …… 7
10　甲醇 …… 10
11　酸 …… 12
12　酯 …… 13
13　不挥发物 …… 14
14　重金属 …… 15
15　氰化物 …… 16
附录A（规范性附录）　酒精计温度（*T*）、酒精度（ALC）（体积分数）换算表（20 ℃） …… 18

食品伙伴网http://www.foodmate.net

前　言

GB/T 394 分为以下两个部分：

——GB/T 394.1《工业酒精》；

——GB/T 394.2《酒精通用分析方法》。

本部分为 GB/T 394.2《酒精通用分析方法》。

本部分代替 GB/T 394.2—1994《酒精通用试验方法》。

本部分与 GB/T 394.2—1994 相比主要变化如下：

——标准名称改为酒精通用分析方法；

——修改、删减、合并了总则章节的内容，由 14 项条款调整为 6 项条款。

本部分附录 A 为规范性附录。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国酿酒标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：中国食品发酵工业研究院、河南天冠企业集团有限公司、吉林沱牌农产品开发有限公司。

本部分主要起草人：郭新光、王志强、赵秋颖、张蔚、尹秋梅、康永璞、常武占。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 394.2—1994。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

酒精通用分析方法

1 范围

GB/T 394 的本部分规定了食用酒精和工业酒精产品的分析方法。

本部分适用于各类酒精产品的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 394 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002，ISO 6353-1:1982，NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD)

3 总则

3.1 本部分中所用的各种分析仪器(如：分析天平、分光光度计等)应定期检定；所用的密度瓶、移液管、

[redacted]

3.2 试验中所用比色管应成套，其玻璃材质、色泽要一致。一般玻璃器皿用洗涤剂或铬酸洗液清洗；用过高锰酸钾的器皿须用草酸浸洗，然后用水冲洗干净。

3.3 本部分中所用的水，在未注明其他要求时，应符合 GB/T 6682 的要求。所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯(AR)。

3.4 本部分中的“溶液”，除另有说明外，均指水溶液。

3.5 本方法中所用的基准乙醇，均为 95%(体积分数)乙醇，其中主要杂质的限量规定为：甲醇小于 2 mg/L；正丙醇小于 2 mg/L；高级醇(异丁醇+异戊醇)小于 1 mg/L；可用本部分毛细管色谱法检查。醛小于 1 mg/L，可用本部分碘量法检查。酯小于 1 mg/L，可用本部分皂化法检查。检验特级食用酒精时，应选用各被测组分均检不出的基准乙醇作溶剂。

3.6 限量测定(直接比较法)须直接取和该等级限量指标相应的色度标准(简称：色标)与试样比较测

食品伙伴网http://www.foodmate.net

4.1.2 仪器

4.1.2.1 分光光度计。

4.1.2.2 比色管:50 mL。

4.1.3 试剂和溶液

4.1.3.1 盐酸:密度为 1.19 g/mL(g/cm^3)。

4.1.3.2 500 黑曾单位铂-钴色度标准溶液(简称:500 号色标溶液)配制和检查:

a) 配制:准确称取 1.000 g 氯化钴($CoC_{12} \cdot 6H_2O$),1.245 5 g 氯铂酸钾(K_2PtCl_6),加入 100 mL 盐酸(4.1.3.1)和适量水溶解,用水稀释至 1 000 mL,摇匀;

b) 检查:用 1 cm 比色皿,以水作参比,在不同波长下,测定吸光度。如溶液的吸光度在表 1 范围内,即为 500 号色标溶液。用棕色瓶贮于冰箱中,有效期为一年。超过有效期,溶液的吸光度仍在表 1 范围内,可继续使用。

表 1

波长/nm	吸 光 度
430	0.110～0.120
455	0.130～0.145
480	0.105～0.120
510	0.055～0.065

4.1.3.3 稀铂-钴色标溶液(有效期为一个月)

a) 通用配制方法:按式(1)计算并吸取 500 号色标溶液的体积,用水稀释至 100 mL,即得所需的 n 号稀铂-钴色标溶液。

$$V = \frac{n \times 100}{500} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中:

V——配制 100 mL n 号稀铂-钴色标溶液时,所需 500 号色标溶液的体积,单位为毫升(mL);

n——拟配制的稀铂-钴色标溶液的号数。

b) 按通用配制方法配制 2 号、4 号、6 号、8 号、10 号、12 号色标系列溶液。

4.1.4 分析步骤

用 50 mL 比色管直接取试样 50.0 mL,与同体积的稀铂-钴色标系列标准溶液[4.1.3.3b)]进行目视比色。

4.1.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果之差不得超过 1 个色标号。

4.2 气味

用具塞量筒取试样 10 mL,加水 15 mL,盖塞,混匀。倒入 50 mL 小烧杯中,用鼻子嗅闻,记录其气味,判定是否合格。

4.3 口味

吸取试样 20 mL 于 50 mL 容量瓶,加水 30 mL,混匀,置于水浴中调节液温至 20 ℃,然后倒入 100 mL小烧杯中,品尝评价其口味,做好记录。

5 酒精度

5.1 原理

用精密酒精计读取酒精体积分数示值,按附录 A 进行温度校正,求得在 20 ℃时乙醇含量的体积分数,即为酒精度。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

5.2 仪器

精密酒精计:分度值为0.1%vol。

5.3 分析步骤

将试样注入洁净、干燥的量筒中,静置数分钟,待酒中气泡消失后,放入洁净、擦干的酒精计,再轻轻按一下,不应接触量筒壁,同时插入温度计,平衡约5 min,水平观测,读取与弯月面相切处的刻度示值,同时记录温度。根据测得的酒精计示值和温度,查附录A“酒精计温度(*T*)、酒精度(ALC)(体积分数)换算表”,换算成20 ℃时样品的酒精度。

所得结果应表示至一位小数。

5.4 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,不应超过平均值的0.5%。

6 硫酸试验色度

6.1 原理

浓硫酸为强氧化剂,具有强烈的吸水及氧化性,与分子结构稳定性较差的有机化合物混合,在加热情况下,会使其氧化、分解、炭化、缩合,产生颜色。可与铂-钴色标溶液比较,确定样品硫酸试验的色度。

6.2 仪器

6.2.1 平底烧瓶:70 mL;硬质玻璃、空瓶质量为20 g±2 g,球壁厚度要均匀,尺寸见图1。

单位为毫米

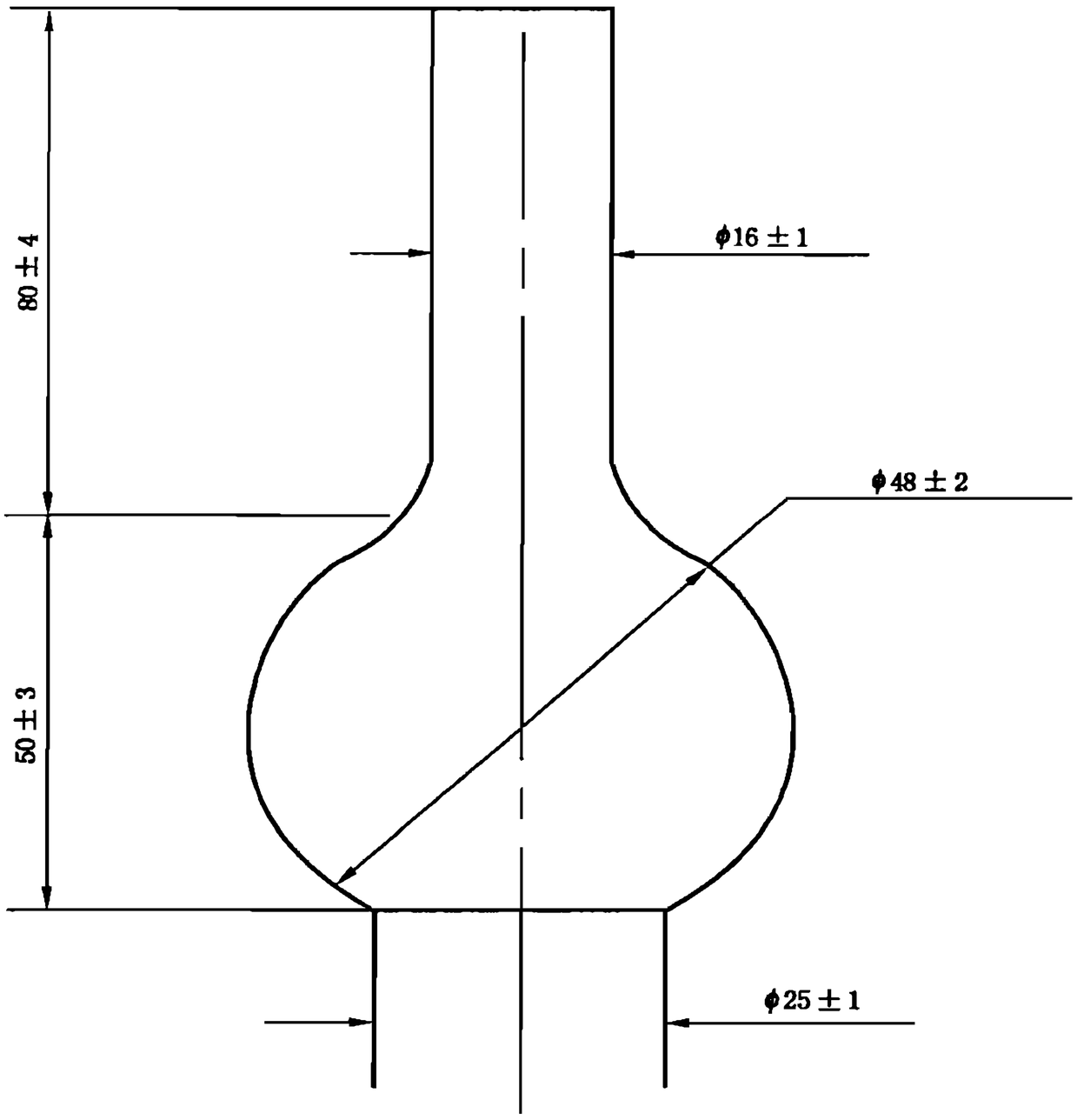


图1 70 mL平底烧瓶

6.2.2 比色管:25 mL。

6.3 试剂和溶液

6.3.1 500黑曾单位铂-钴色度标准溶液

食品伙伴网http://www.foodmate.net

a) 同 4.1.3.2；

b) 若测定色度大于 100 号的试样，须另配制 500 号铂-钴色标溶液：准确称取 0.300 g 氯化钴($CoCl_2 \cdot 6H_2O$)和 1.500 g 氯铂酸钾(K_2PtCl_6)，加入 100 mL 盐酸(4.1.3.1)和适量水溶解，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。

6.3.2 *n* 号稀铂-钴色标系列溶液

a) 取 500 号色标溶液[6.3.1a)]，按 4.1.3.3 操作配成 10 号、15 号、20 号、30 号、40 号、50 号、60 号、70 号、80 号、100 号稀铂-钴色标溶液；

b) 若测定的试样色度大于 100 号，取 500 号色标溶液[6.3.1b)]，按 4.1.3.3 操作配成 110 号、130 号、150 号、200 号、300 号稀铂-钴色标系列溶液。

6.3.3 硫酸：优级纯，密度为 1.84 g/mL。

6.4 分析步骤

吸取 10.00 mL 试样于 70 mL 平底烧瓶中，在不断摇动下，用量筒或刻度吸管均匀加入 10 mL 硫酸(控制在 15 s 内加完)，充分混匀。立即将烧瓶置于沸水浴中，计时，准确煮沸 5 min，取出，自然冷却。移入 25 mL 比色管，与稀铂-钴色标系列溶液进行目视比色。

6.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不应超过平均值的 10%。

7 氧化时间

7.1 原理

高锰酸钾为强氧化剂。在一定条件下试样中可以还原高锰酸钾的物质，与高锰酸钾反应，使溶液中的高锰酸钾颜色消褪。当加入一定浓度和体积的高锰酸钾标准溶液，在一定温度下反应，与标准比较。确定样品颜色达到色标时为其终点，即为氧化时间。

7.2 仪器

7.2.1 具塞比色管：50 mL。

7.2.2 恒温水浴：控温精度±0.1 ℃。

7.2.3 刻度吸管。

7.2.4 秒表。

7.2.5 G4 砂芯漏斗。

7.3 试剂和溶液

7.3.1 高锰酸钾标准溶液[$c(1/5KMnO_4)=0.1$ mol/L]：按 GB/T 601 配制与标定。移入棕色瓶贮于冰箱中备用，有效期为半年。

7.3.2 高锰酸钾标准使用溶液[$c(1/5KMnO_4)=0.005$ mol/L]：使用时将 0.1 mol/L 高锰酸钾标准溶液准确稀释 20 倍。此溶液须现用现配。

7.3.3 盐酸：密度为 1.19 g/mL(g/cm³)。

7.3.4 盐酸溶液(1+40)。

7.3.5 硫代硫酸钠标准溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]：按 GB/T 601 配制与标定。

7.3.6 淀粉指示液(10 g/L)：按 GB/T 603 配制。

7.3.7 三氯化铁-氯化钴色标溶液

7.3.7.1 三氯化铁溶液[$c(FeCl_3)=0.045\ 0$ g/mL]

a) 配制：称取 4.7 g 三氯化铁，用盐酸溶液(7.3.4)溶解，并定容至 100 mL。用 G4 砂芯漏斗过滤，收集滤液，贮于冰箱中备用。

b) 标定：吸取三氯化铁滤液 10.00 mL 于 250 mL 碘量瓶中，加水 50 mL、盐酸(7.3.3)3 mL、碘化钾 3 g，摇匀，置于暗处 30 min。加水 50 mL，用硫代硫酸钠标准溶液(7.3.5)滴定，近终点

食品伙伴网http://www.foodmate.net

时，加淀粉指示液(7.3.6)1 mL，继续滴定至蓝色刚好消失为其终点。

c) 1 mL 三氯化铁溶液中含有三氯化铁的质量按式(2)计算：

$$m = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.270\ 3}{10} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

m——1 mL 三氯化铁溶液中含有三氯化铁的质量，单位为克(g)；

V_1——试样消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2——空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——硫代硫酸钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.270 3——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液[$c(Na_2S_2O_3)=1.000$ mol/L]相当的以克表示的三氯化铁的质量；

10——吸取试样的体积，单位为毫升(mL)。

d) 用盐酸溶液(7.3.4)稀释至每毫升溶液中含三氯化铁 0.045 0 g。

7.3.7.2 氯化钴溶液[$c(CoCl_2)=0.050\ 0$ g/mL]：称取氯化钴($CoCl_2 \cdot 6H_2O$)5 g(精确至 0.000 2 g)，用盐酸溶液(7.3.4)溶解，并定容至 100 mL。

7.3.7.3 色标溶液：吸取三氯化铁溶液[7.3.7.1d)]0.50 mL 和氯化钴溶液(7.3.7.2)1.60 mL 于 50 mL比色管中，用盐酸溶液(7.3.4)稀释至刻度。

7.4 分析步骤

用 50 mL 具塞比色管取试样 50.0 mL，将比色管置于(15±0.1)℃水浴中平衡 10 min(将色标管同时放入)。然后用刻度吸管加 1.00 mL 高锰酸钾标准使用溶液(7.3.2)，立即加塞振摇均匀并计时，立刻置于水浴中，与色标比较，直至试样颜色与色标一致，即为终点，记录时间，以分计。

7.5 精密度

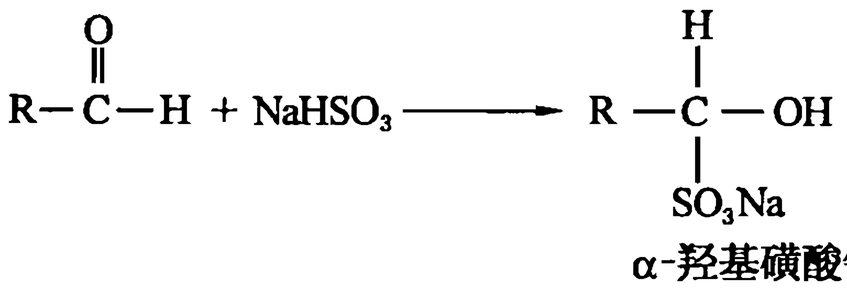
在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，若氧化时间在 30 min 以上(含 30 min)，不得超过 1.5 min；若氧化时间在 30 min 以下、10 min 以上(含 10 min)，不得超过 1.0 min；若氧化时间在 10 min 以下，不得超过 0.5 min。

8 醛

8.1 碘量法

8.1.1 原理

亚硫酸氢钠与醛发生加成反应，反应式为：

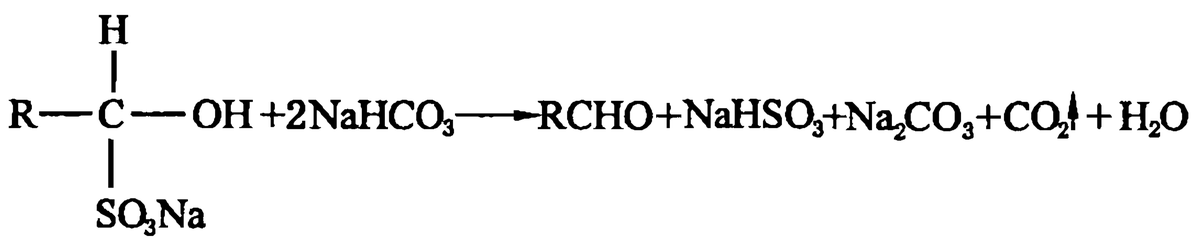


α-羟基磺酸钠

用碘氧化过量的亚硫酸氢钠，反应式为：

$$NaHSO_3 + I_2 + H_2O \longrightarrow NaHSO_4 + 2HI$$

加过量的 $NaHCO_3$，使加成物分解，醛重新游离出来，反应式为：



用碘标准溶液滴定分解释放出来的亚硫酸氢钠。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

8.1.2 试剂和溶液

8.1.2.1 盐酸溶液[c(HCl)=0.1 mol/L]:按 GB/T 601 配制。

8.1.2.2 亚硫酸氢钠溶液(12 g/L)。

8.1.2.3 碳酸氢钠溶液[c($NaHCO_3$)=1 mol/L]。

8.1.2.4 碘标准溶液[c(1/2 I_2)=0.1 mol/L]:按 GB/T 601 配制与标定。

8.1.2.5 碘标准滴定溶液[c(1/2 I_2)=0.01 mol/L]:使用时将 0.1 mol/L 碘标准溶液准确稀释 10 倍。

8.1.2.6 淀粉指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

8.1.3 分析步骤

吸取试样 15.0 mL 于 250 mL 碘量瓶中,加 15 mL 水、15 mL 亚硫酸氢钠溶液(8.1.2.2)、7 mL 盐酸溶液(8.1.2.1),摇匀,于暗处放置 1 h,取出,用 50 mL 水冲洗瓶塞,以碘标准溶液(8.1.2.4)滴定,接近终点时,加淀粉指示液 0.5 mL,改用碘标准滴定溶液(8.1.2.5)滴定至淡蓝紫色出现(不计数)。加 20 mL 碳酸氢钠溶液(8.1.2.3),微开瓶塞,摇荡 0.5 min(呈无色),用碘标准滴定溶液(8.1.2.5)继续滴定至蓝紫色为其终点。同时作空白试验。

8.1.4 结果计算

试样中的醛含量按式(3)计算:

$$X=\frac{(V_1-V_2)\times c\times 0.022}{15}\times 10^6 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中:

X——试样中的醛含量(以乙醛计),单位为毫克每升(mg/L);

V_1——试样消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2——空白消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.022——与 1.00 mL 碘标准使用溶液[c(1/2 I_2)=1.000 mol/L]相当的以克表示的乙醛的质量。

所得结果表示至整数。

8.1.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差,若醛含量大于 5 mg/L,不得超过平均值的 5%;若醛含量小于等于 5 mg/L,不得超过平均值的 13%。

8.2 比色法

8.2.1 原理

醛和亚硫酸品红作用时,发生加成反应,经分子重排后,失去亚硫酸,生成具有醌形结构的紫红色物质,其颜色的深浅与醛含量成正比。

8.2.2 试剂和溶液

8.2.2.1 亚硫酸氢钠溶液:称取 53.0 g 亚硫酸氢钠($NaHSO_3$),溶于 100 mL 水中。

8.2.2.2 硫酸:密度为 1.84 g/mL。

8.2.2.3 碱性品红-亚硫酸显色剂:称取 0.075 g 碱性品红溶于少量 80 ℃水中,冷却,加水稀释至约 75 mL,移入 1 L 棕色细口瓶内,加 50 mL 新配制的亚硫酸氢钠溶液(8.2.2.1),加 500 mL 水和 7.5 mL 硫酸(8.2.2.2),摇匀,放置 10 h～12 h 至溶液褪色并具有强烈的二氧化硫气味,置于冰箱中保存。

8.2.2.4 醛标准溶液(1 g/L):准确称取乙醛氨 0.138 6 g(按乙醛:乙醛氨=1:1.386)迅速溶于 10 ℃左右的基准乙醇(无醛酒精)中,并定容至 100 mL。移入棕色试剂瓶内,贮存于冰箱中。

8.2.2.5 醛标准使用溶液:吸取乙醛标准溶液 0.30 mL、0.50 mL、0.80 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 和 3.00 mL,分别置于已有部分基准乙醇(无醛酒精)的 100 mL 容量瓶中,并用基准乙醇稀释至刻度。即醛含量分别为 3 mg/L、5 mg/L、8 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L、25 mg/L 和 30 mg/L。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

8.2.3 分析步骤

吸取与试样含量相近的限量指标的醛标准使用溶液及试样各 2.00 mL，分别注入 25 mL 比色管中，各加 5 mL 水、2.00 mL 显色剂(8.2.2.3)，加塞摇匀，放置 20 min(室温低于 20 ℃时，需放入 20 ℃水浴中显色)，取出比色。用 2 cm 比色皿，在波长 555 nm 处，以水调零，测定其吸光度。

8.2.4 结果计算

试样中的醛含量按式(4)计算：

$$X = \frac{A_x}{A} \times c \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

X——试样中的醛含量(以乙醛计)，单位为毫克每升(mg/L)；

A_x——试样的吸光度；

A——醛标准使用溶液的吸光度；

c——标准使用溶液的醛含量，单位为毫克每升(mg/L)。

所得结果表示至整数。

8.2.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，若醛含量大于 5 mg/L，不得超过平均值的 5%；若醛含量小于等于 5 mg/L，不得超过 10%。

9 高级醇

9.1 气相色谱法

9.1.1 原理

样品被气化后，随同载气进入色谱柱，利用被测定的各组分在气液两相中具有不同的分配系数，在柱内形成迁移速度的差异而得到分离。分离后的组分先后流出色谱柱，进入氢火焰离子化检测器，根据色谱图上各组分峰的保留值与标样相对照进行定性；利用峰面积(或峰高)，以内标法定量。

9.1.2 试剂和溶液

9.1.2.1 正丙醇溶液(1 g/L)：作标样用。称取正丙醇(色谱纯)1 g，精确至 0.000 1 g，用基准乙醇定容至 1 L。

9.1.2.2 正丁醇溶液(1 g/L)：作内标用。称取正丁醇(色谱纯)1 g，精确至 0.000 1 g，用基准乙醇定容至 1 L。

9.1.2.3 异丁醇溶液(1 g/L)：作标样用。称取异丁醇(色谱纯)1 g，精确至 0.000 1 g，用基准乙醇定容至 1 L。

9.1.2.4 异戊醇溶液(1 g/L)：作标样用。称取异戊醇(色谱纯)1 g，精确至 0.000 1 g，用基准乙醇定容至 1 L。

9.1.3 仪器

9.1.3.1 气相色谱仪

采用氢火焰离子化验测器，配有毛细管色谱柱联结装置。

9.1.3.2 色谱条件

PEG 20 M 交联石英毛细管柱，用前应在 200 ℃下充分老化。柱内径 0.25 mm，柱长 25～30 m。也可选用其他有同等分析效果的毛细管色谱柱。

载气(高纯氮)：流速为 0.5 mL/min～1.0 mL/min，分流比为 20∶1～100∶1，尾吹气约 30 mL/min。

氢气：流速 30 mL/min。

空气：流速 300 mL/min。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

柱温:起始柱温为 70 ℃,保持 3 min,然后以 5 ℃/min 程序升温至 100 ℃,直至异戊醇峰流出。以使甲醇、乙醇、正丙醇、异丁醇、正丁醇和异戊醇获得完全分离为准。为使异戊醇的检出达到足够灵敏度,应设法使其保留时间不超过 10 min。

检测器温度:200 ℃。

进样口温度:200 ℃。

进样量与分流比的确定:应以使甲醇、正丙醇、异丁醇、异戊醇等组分在含量 1 mg/L 时,仍能获得可检测的色谱峰为准。在检验特级食用酒精时,要求以甲醇、正丙醇、异丁醇、异戊醇各组分含量在小于 1 mg/L 时,仍能获得可检测的色谱峰(最小检出 0.5 mg/L)为准。

载气、氢气、空气的流速等色谱条件随仪器而异,应通过试验选择最佳操作条件,以内标峰与样品中其他组分峰获得完全分离为准。

9.1.4 分析步骤

9.1.4.1 校正因子 f 值的测定

吸取正丙醇溶液、异丁醇溶液、异戊醇溶液各 0.20 mL 于 10 mL 容量瓶中,准确加入正丁醇溶液 0.20 mL,然后用基准乙醇稀释至刻度,混匀后进样 1 μL,色谱峰流出顺序依次为乙醇、正丙醇、异丁醇、正丁醇(内标)、异戊醇。记录各组分峰的保留时间并根据峰面积和添加的内标量,计算出各组分的相对校正因子 f 值。

9.1.4.2 试样的测定

取少量待测酒精试样于 10 mL 容量瓶中,准确加入正丁醇溶液 0.20 mL,然后用待测试样稀释至刻度,混匀后,进样 1 μL 。

根据组分峰与内标峰的保留时间定性,根据峰面积之比计算出各组分的含量。

9.1.5 结果计算

校正因子按式(5)计算:

$$f = \frac{A_1}{A_2} \times \frac{d_2}{d_1} \qquad \cdots\cdots(5)$$

试样中组分的含量按式(6)计算:

$$X = f \times \frac{A_3}{A_4} \times 0.020 \times 10^3 \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中:

f——组分的相对校正因子;

A_1——标样 f 值测定时内标的峰面积;

A_2——标样 f 值测定时各组分的峰面积;

d_2——标样 f 值测定时乙酸乙酯的相对密度;

d_1——标样 f 值测定时内标物的相对密度;

X——试样中组分的含量,单位为毫克每升(mg/L);

A_3——试样中各组分相应的峰的面积;

A_4——添加于试样中的内标峰的面积;

0.020——试样中添加内标的浓度,单位为克每升(g/L)。

试样中高级醇的含量以异丁醇与异戊醇之和表示。

所得结果表示至整数。

9.1.6 精密度

在重复性条件下获得的各组分两次独立测定值之差,若含量大于等于 10 mg/L,不得超过平均值的 10%;若含量小于 10 mg/L、大于 5 mg/L,不得超过平均值的 20%;若小于等于 5 mg/L,不得超过平均值的 50%。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

9.2 比色法

9.2.1 原理

除正丙醇外的高级醇，在浓硫酸作用下，都会脱水，生成不饱和烃(如：异丁醇变成丁烯，异戊醇变成戊烯)。而不饱和烃与对-二甲氨基苯甲醛反应生成橙红色化合物，与标准系列比较定量。

9.2.2 试剂和溶液

9.2.2.1 硫酸：优级纯，密度为 1.84 g/mL。

9.2.2.2 对-二甲氨基苯甲醛显色剂：称取 0.1 g 对-二甲氨基苯甲醛[$(CH_3)_2N \cdot C_6H_4CHO$]溶于硫酸中，并定容至 200 mL，移入棕色瓶内，贮存于冰箱中。

9.2.2.3 高级醇标准溶液(1 g/L)：吸取密度为 0.802 0 g/mL 的异丁醇 1.25 mL、密度为 0.809 2 g/mL 的异戊醇 1.24 mL，分别置于已有部分基准乙醇(无高级醇酒精)的 100 mL 容量瓶中，以基准乙醇稀释至刻度。再分别用基准乙醇稀释 10 倍，即得 1 g/L 异丁醇溶液(甲液)及 1 g/L 异戊醇溶液(乙液)。

分别按甲＋乙＝1＋4 及甲＋乙＝3＋1 的比例混合，即得 1 号及 2 号高级醇标准溶液。

9.2.2.4 高级醇标准使用溶液：取 1 号高级醇标准溶液 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL和 2 号高级醇标准溶液 2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL、40.00 mL，分别注入 100 mL 容量瓶中，用基准乙醇稀释至刻度。即高级醇含量分别为 2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L 和 20 mg/L、40 mg/L、60 mg/L、80 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、300 mg/L、400 mg/L。

注：1 号高级醇标准溶液适用于食用酒精和工业酒精的优级；2 号高级醇标准溶液适用于食用酒精的普通级和工业酒精的一级、二级。

9.2.3 分析步骤

9.2.3.1 工作曲线的绘制(回归方程的建立)

a) 根据样品中高级醇的含量，吸取相近的 4 个以上不同浓度的高级醇标准使用溶液各 0.50 mL，分别注入 25 mL 比色管中，外用冰水浴冷却，沿管壁加显色剂 10 mL，加塞后充分摇匀，同时置于沸水浴中，20 min 后，取出，立即用水冷却；

b) 根据其含量的高低，立即用 0.5 cm 或 1 cm 比色皿，在波长 425 nm 处，以水调零，测定其吸光度；

c) 以标准使用溶液中高级醇含量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。或建立线性回归方程进行计算。

9.2.3.2 试样的测定

a) 吸取试样 0.50 mL，按 9.2.3.1 中的 a)和 b)显色及测定吸光度。根据试样的吸光度在工作曲线上查出试样中的高级醇含量，或用回归方程直接计算。

b) 或吸取与试样含量相近的限量指标的高级醇标准使用溶液及试样各 0.50 mL。按 9.2.3.1 中的 a)和 b)显色并直接测定吸光度。

9.2.4 结果计算

试样中高级醇含量按式(7)计算：

$$c_x = \frac{A_x}{A} \times c \qquad \cdots\cdots(7)$$

式中：

c_x——试样中的高级醇含量(以异丁醇与异戊醇之和表示)，单位为毫克每升(mg/L)；

A_x——试样的吸光度；

A——高级醇标准使用溶液的吸光度；

c——标准使用溶液的高级醇含量，单位为毫克每升(mg/L)。

所得结果表示至整数。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

9.2.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，若高级醇含量大于等于 10 mg/L，不得超过 10%；若高级醇含量小于 10 mg/L，不得超过 20%。

10 甲醇

10.1 气相色谱法

10.1.1 原理

同 9.1.1。

10.1.2 试剂和溶液

10.1.2.1 甲醇溶液(1 g/L)：作标样用。称取甲醇(色谱纯)1 g，用基准乙醇定容至 1 L。

10.1.2.2 正丁醇溶液(1 g/L)：作内标用。称取正丁醇(色谱纯)1 g，用基准乙醇定容至 1 L。

10.1.3 仪器

同 9.1.3。

10.1.4 分析步骤

校正因子 f 值的测定，吸取甲醇溶液 1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中，准确加入正丁醇溶液 0.20 mL，以下步骤同 9.1.4。

10.1.5 结果计算

同 9.1.5。

10.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，不得超过平均值的 5%。

10.2 变色酸比色法

10.2.1 原理

甲醇在磷酸溶液中，被高锰酸钾氧化成甲醛，用偏重亚硫酸钠除去过量的 $KMnO_4$，甲醛与变色酸在浓硫酸存在下，先缩合，随之氧化，生成对醌结构的蓝紫色化合物。与标准系列比较定量。

10.2.2 试剂和溶液

10.2.2.1 高锰酸钾-磷酸溶液(30 g/L)：称取 3 g 高锰酸钾，溶于 15 mL85%(质量分数)磷酸和 70 mL 水中，混合，用水稀释至 100 mL。

10.2.2.2 偏重亚硫酸钠溶液(100 g/L)。

10.2.2.3 硫酸[90%(质量分数)]。

10.2.2.4 变色酸显色剂：称取 0.1 g 变色酸($C_{10}H_6O_8S_2Na_2$)溶于 10 mL 水中，边冷却边加硫酸(10.2.2.3)90 mL，移入棕色瓶置于冰箱保存，有效期为一周。

10.2.2.5 甲醇标准溶液(10 g/L)：吸取密度为 0.791 3 g/mL 的甲醇 1.26 mL，置于已有部分基准乙醇(无甲醇酒精)的 100 mL 容量瓶中，并以基准乙醇稀释至刻度。

10.2.2.6 甲醇标准使用溶液：吸取甲醇标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 和 25.00 mL，分别注入 100 mL 容量瓶中，并以基准乙醇稀释至刻度。即甲醇含量分别为：0 mg/L，100 mg/L，200 mg/L，400 mg/L，600 mg/L，800 mg/L，1 000 mg/L，1 500 mg/L，2 000 mg/L 和 2 500 mg/L。

10.2.3 仪器

10.2.3.1 恒温水浴：控温精度±1 ℃。

10.2.3.2 分光光度计。

10.2.4 分析步骤

10.2.4.1 工作曲线的绘制(回归方程的建立)

吸取甲醇标准使用溶液和试剂空白各 5.00 mL，分别注入 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度。根

食品伙伴网http://www.foodmate.net

据样品中甲醇的含量，吸取相近的4个以上不同浓度的甲醇标准使用液各2.00 mL，分别注入25 mL比色管中，各加高锰酸钾-磷酸溶液1 mL，放置15 min。加偏重亚硫酸钠溶液(10.2.2.2)0.6 mL使其脱色。在外加冰水冷却情况下，沿管壁加显色剂10 mL，加塞摇匀，置于(70±1)℃水浴中，20 min后取出，用水冷却10 min。

立即用1 cm比色皿，在波长570 nm处，以零管(试剂空白)调零，测定其吸光度。以标准使用液中甲醇含量为横坐标，相应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。或建立线性回归方程进行计算。

10.2.4.2 试样测定

取试样5.00 mL，注入100 mL容量瓶中，加水稀释至刻线。吸取试样和试剂空白各2.00 mL按上述操作显色及测定吸光度。根据试样的吸光度在工作曲线上查出试样中的甲醇含量，或用回归方程计算。

或吸取与试样含量相近的限量指标的甲醇标准使用液及试样各2.00 mL按上述操作显色并直接测定吸光度。

10.2.5 结果计算

试样中的甲醇含量按式(8)计算：

$$X = \frac{A_x}{A} \times c \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中：

X——试样中的甲醇含量，单位为毫克每升(mg/L)；

A_x——试样的吸光度；

A——甲醇标准使用溶液的吸光度；

c——标准使用溶液的甲醇含量，单位为毫克每升(mg/L)。

所得结果表示至整数。

10.2.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，若甲醇含量大于等于600 mg/L，不得超过5%；若甲醇含量小于600 mg/L，不得超过10%。

10.3 品红-亚硫酸比色法

10.3.1 原理

试样中的甲醇在磷酸溶液中被高锰酸钾氧化成甲醛，反应式为：

$$5CH_3OH + 2KMnO_4 + 4H_3PO_4 \longrightarrow 2KH_2PO_4 + 2MnHPO_4 + 5HCHO + 8H_2O$$

甲醛与亚硫酸品红(无色)作用生成蓝紫色化合物，与标准系列比较定量。

10.3.2 试剂和溶液

10.3.2.1 高锰酸钾-磷酸溶液(30 g/L)：同10.2.2.1。

10.3.2.2 硫酸溶液(1+1)。

10.3.2.3 草酸-硫酸溶液(50 g/L)：称取5 g草酸($H_2C_2O_4 \cdot H_2O$)溶于40 ℃左右硫酸溶液(10.3.2.2)中，并定容至100 mL。

10.3.2.4 无水亚硫酸钠溶液(100 g/L)。

10.3.2.5 盐酸：密度为1.19 g/mL

10.3.2.6 碱性品红-亚硫酸溶液：称取0.2 g碱性品红，溶于80 ℃左右120 mL水中，加入20 mL无水亚硫酸钠溶液(10.3.2.4)、2 mL盐酸(10.3.2.5)，加水稀释至200 mL。放置1 h，使溶液褪色并应具有强烈的二氧化硫气味(不褪色者，碱性品红不能用)，贮于棕色瓶中，置于低温保存。

10.3.2.7 甲醇标准溶液(10 g/L)：同10.2.2.5。

10.3.2.8 甲醇标准使用溶液：同10.2.2.6。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

10.3.3 分析步骤

10.3.3.1 工作曲线的绘制(回归方程的建立)

a) 吸取甲醇标准使用溶液和试剂空白各 5.00 mL,分别注入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

b) 根据样品中甲醇的含量,吸取相近的 4 个以上不同浓度的甲醇标准使用溶液和试剂空白各 5.00 mL分别注入 25 mL 比色管中,各加高锰酸钾-磷酸溶液 2.00 mL 放置 15 min。加草酸-磷酸溶液 2.00 mL 混匀,使其脱色。加品红-亚硫酸溶液 5.00 mL,加塞摇匀,置于 20 ℃水浴中放置 30 min 取出。

c) 立即用 3 cm 比色皿,在波长 595 mm 处,以零管(试剂空白)调零,测定其吸光度。

d) 以标准使用溶液中甲醇含量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。或建立线性回归方程进行计算。

10.3.3.2 试样的测定

a) 吸取试样 5.00 mL,注入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻线。吸取该试样液和试剂空白[10.3.3.1a)]各 5.00 mL,按 10.3.3.1 中的 b)和 c)显色及测定吸光度,根据试样的吸光度在工作曲线上查出试样中的甲醇含量,或用回归方程计算。

b) 或吸取与试样含量相近的限量指标的甲醇标准使用溶液[10.3.3.1a)]及试样液[10.3.3.1a)]各 2.00 mL,按 10.3.3.1 中的 b)和 c)显色并直接测定吸光度。

10.3.4 结果计算

同 10.2.5。

10.3.5 精密度

同 10.2.6。

11 酸

11.1 原理

以酚酞为指示剂,利用氢氧化钠进行酸碱中和滴定。

11.2 试剂和溶液

11.2.1 酚酞指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

11.2.2 无二氧化碳的水:按 GB/T 603 配制。

11.2.3 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=0.1 mol/L]:按 GB/T 601 配制与标定。

11.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.02 mol/L]:使用时将上述氢氧化钠标准溶液用无二氧化碳的水准确稀释 5 倍。

11.3 仪器

碱式滴定管:5 mL。

11.4 分析步骤

取试样 50.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中,先置于沸腾的水浴中保持 2 min,取出,立即塞以钠石灰管用水冷却。再加无二氧化碳的水 50 mL、酚酞指示液 2 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液(11.2.4)滴定至呈微红色,30 s 内不消失即为终点。

11.5 结果计算

试样中酸的含量按式(9)计算:

$$X=\frac{V\times c\times 0.060}{50}\times 10^6 \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中:

X——试样的含酸量(以乙酸计),单位为毫克每升(mg/L);

食品伙伴网http://www.foodmate.net

V——滴定试样时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钠标准使用溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.060——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=1.000 mol/L]相当的以克表示的乙酸之质量；

50.0——吸取试样的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果表示至整数。

11.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，不得超过平均值的 10%。

12 酯

12.1 皂化法

12.1.1 原理

试样用碱中和游离酸后，加过量的氢氧化钠标准溶液加热回流，使酯皂化，剩余的碱用标准酸中和，以酚酞作指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液回滴过量的酸。

12.1.2 试剂和溶液

12.1.2.1 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=0.1 mol/L]：按 GB/T 601 配制与标定。

12.1.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=0.05 mol/L]：使用时将上述氢氧化钠标准溶液准确稀释一倍。

12.1.2.3 硫酸标准溶液[$c(1/2H_2SO_4)$=0.1 mol/L]：按 GB/T 601 配制与标定。

12.1.2.4 酚酞指示液(10 g/L)：按 GB/T 603 配制。

12.1.3 仪器

12.1.3.1 回流装置一套：500 mL 硼硅酸盐玻璃制成的磨口锥形烧瓶，同时配有 400 mm 长的球形冷凝管。

12.1.3.2 碱式滴定管：5 mL。

12.1.4 分析步骤

12.1.4.1 取试样 100.0 mL 于磨口锥形烧瓶中，加 100 mL 水，安上冷凝管，于沸水浴上加热回流 10 min。取下锥形烧瓶，用水冷却，加 5 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准溶液(12.1.2.1)小心滴定至微红色(切勿过量)并保持 15 s 内不消褪。

12.1.4.2 准确加入氢氧化钠标准溶液(12.1.2.1)10.00 mL，放几粒玻璃珠，安上冷凝管，于沸水浴上加热回流 1 h。取下锥形烧瓶，用水冷却。用两份 10 mL 水洗涤冷凝管内壁，合并洗液于锥形烧瓶中。

12.1.4.3 准确加入 10.00 mL 硫酸标准溶液(12.1.2.3)。然后，用氢氧化钠标准滴定溶液(12.1.2.2)滴定至微红色并保持 15 s 内不消褪为其终点。

同时用 100 mL 水，做空白试验。

12.1.5 结果计算

试样中的酯含量按式(10)计算：

$$X=\frac{(V-V_1)\times c\times 0.088}{V_2}\times 10^6 \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：

X——试样中的酯含量(以乙酸乙酯计)，单位为毫克每升(mg/L)；

V——滴定试样时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_1——滴定空白时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.088——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=1.000 mol/L]相当的以克表示的乙酸乙酯的质量；

食品伙伴网http://www.foodmate.net

V_2——吸取试样的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果表示至整数。

12.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，不得超过平均值的10%。

12.2 比色法

12.2.1 原理

在碱性溶液条件下，试样中的酯与羟胺生成异羟污酸盐，酸化后，与铁离子形成黄色的络合物，与标准比较定量。

12.2.2 试剂和溶液

12.2.2.1 氢氧化钠溶液[c(NaOH)=3.5 mol/L]：按GB/T 601配制。

12.2.2.2 盐酸羟胺溶液[c($NH_2OH \cdot HCl$)=2 mol/L]。

12.2.2.3 盐酸溶液[c(HCl)=4 mol/L]：按GB/T 601配制。

12.2.2.4 反应液：分别取氢氧化钠溶液(12.2.2.1)和盐酸羟胺溶液(12.2.2.2)等体积混合(本溶液应当天混合使用)。

12.2.2.5 三氯化铁显色剂：称取50 g三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$)溶于约400 mL水中，加12.5 mL盐酸溶液(12.2.2.3)，用水稀释至500 mL。

12.2.2.6 酯标准溶液(1 g/L)：吸取密度为0.900 2 g/mL的乙酸乙酯1.11 mL，置于已有部分95%基准乙醇(无酯酒精)的1 000 mL容量瓶中，用基准乙醇稀释至刻度。

12.2.2.7 酯标准使用溶液：吸取酯标准溶液1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL及4.00 mL，分别注入100 mL容量瓶中，并用基准乙醇稀释至刻度。即酯含量分别为10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L及40 mg/L。

12.2.3 分析步骤

吸取与试样含量相近的酯标准使用溶液及试样各2.00 mL，分别注入25 mL比色管中，各加4.00 mL反应液(12.2.2.4)，摇匀，放置2 min。加2.00 mL盐酸溶液(12.2.2.3)、2.00 mL显色剂，摇匀。用3 cm比色皿，在波长520 mm处，以水调零，测定其吸光度。

12.2.4 结果计算

试样中的酯含量按式(11)计算：

$$X = \frac{A_x}{A} \times c \qquad \cdots\cdots(11)$$

式中：

X——试样中的酯含量(以乙酸乙酯计)，单位为毫克每升(mg/L)；

A_x——试样的吸光度；

A——酯标准使用溶液的吸光度；

c——标准使用溶液的酯含量，单位为毫克每升(mg/L)。

所得结果表示至整数。

12.2.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差，不得超过平均值的5%。

13 不挥发物

13.1 原理

试样于水浴上蒸干，将不挥发的残留物烘至恒重，称量，以百分数表示。

13.2 仪器

13.2.1 电热干燥箱：控温精度±2 ℃。

13.2.2 蒸发皿：材质为铂、石英或瓷。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

13.2.3 分析天平:感量 0.1 mg。

13.3 分析步骤

取试样 100 mL,注入恒重的蒸发皿中,置沸水浴上蒸干,然后放入电热干燥箱中,于(110±2)℃下烘至恒重。

13.4 结果计算

试样中的不挥发物含量按式(12)计算:

$$X=\frac{m_1-m_2}{100}\times 10^6 \qquad \cdots\cdots(12)$$

式中:

X——试样中不挥发物的含量,单位为毫克每升(mg/L);

m_1——蒸发皿加残渣的质量,单位为克(g);

m_2——恒重之蒸发皿的质量,单位为克(g);

100——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至整数。

13.5 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定值之差,不得超过平均值的 10%。

14 重金属

14.1 原理

重金属离子(以铅为例)在弱酸性(pH=3~4)条件下,与硫化氢作用,生成棕黑色硫化物,当含量很少时,呈稳定的悬浮液,其反应式为:

$$Pb^{2+}+H_2S=PbS+2H^+$$

然后,与同法处理铅标准溶液系列比较,做限量测定。

14.2 试剂和溶液

14.2.1 乙酸盐缓冲液(pH=3.5):称取 25.0 g 乙酸铵溶于 25 mL 水中,加 45 mL 6 mol/L 盐酸,用稀盐酸或稀氨水(6 mol/L 或 1 mol/L),在 pH 计上,调节 pH 值至 3.5,用水稀释至 100 mL。

14.2.2 酚酞指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

14.2.3 饱和硫化氢水:将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中,至饱和为止(此溶液临用前制备)。

14.2.4 铅标准溶液(1 g/L):称取 0.159 8 g 高纯硝酸铅,溶于 10 mL 1%硝酸溶液中,定量移入 100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。

14.2.5 铅标准使用溶液(10 μg/mL):取 1 g/L 铅标准溶液临用前用水准确稀释 100 倍。

14.3 仪器

比色管:50 mL。

所用玻璃仪器需用 10%硝酸浸泡 24 h 以上,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

14.4 分析步骤

14.4.1 A 管:吸取 2.50 mL 铅标准使用液于 50 mL 比色管中,补加 25.00 mL 水,加 1 滴酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水调 pH 至中性(酚酞红色刚好褪去),加入 5 mL 乙酸盐缓冲液(14.2.1),混匀,备用。

14.4.2 B 管:用 50 mL 比色管直接取试样 25 mL,补加 2.5 mL 水,加 1 滴酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水调 pH 至中性(酚酞红色刚好褪去),加入 5 mL 乙酸盐缓冲液(14.2.1),混匀,备用。

14.4.3 C 管:用 50 mL 比色管直接取 25.0 mL(与 B 管相同的)试样,再加入 2.50 mL(与 A 管等量的)铅标准使用溶液,混匀,加 1 滴酚酞指示液,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 至中性(酚酞红色刚好褪去),加入 5 mL 乙酸盐缓冲液(14.2.1),混匀,备用。

14.4.4 向上述各管中,各加入 10 mL 新鲜制备的饱和硫化氢水(14.2.3),混匀,于暗处放置 5 min。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

取出，在白色背景下比色。其B管的色度不得深于A管；C管的色度应与A管相当或深于A管。

15 氰化物

15.1 原理

氰化物在pH=7.0的缓冲溶液中，用氯胺T将氰化物转化成氯化氰，再与异烟酸-吡唑啉酮作用，生成蓝色染料，与标准系列比较定量。

15.2 试剂和溶液

15.2.1 硝酸银标准溶液[$c(AgNO_3)$=0.1 mol/L]：按GB/T 601配制与标定。

15.2.2 硝酸银标准滴定溶液[$c(AgNO_3)$=0.020 mol/L]：使用时，将上述标准溶液准确稀释5倍。

15.2.3 氢氧化钠溶液(20 g/L)。

15.2.4 氢氧化钠溶液(10 g/L)。

15.2.5 酚酞指示液(10 g/L)：按GB/T 603配制。

15.2.6 磷酸盐缓冲液(pH=7)：称取34.0 g无水磷酸二氢钾和35.5 g无水磷酸氢二钠，用水溶解并稀释至1 000 mL。

15.2.7 试银灵(对-二甲基亚苄基罗丹宁)溶液：称取0.02 g试银灵，溶于100 mL丙酮中。

15.2.8 异烟酸-吡唑啉酮溶液：称取1.5 g异烟酸，溶于24 mL氢氧化钠溶液(15.2.3)中。另称取0.25 g吡唑啉酮，溶于20 mL N-二甲基甲酰胺中，合并上述两种溶液，摇匀。

15.2.9 氯胺T溶液(10 g/L)：称取1.0 g氯胺T(有效氯应保证在11%以上)，溶于100 mL水中，此溶液须现用现配。

15.2.10 氰化钾标准溶液(100 mg/L)

配制：称取0.250 g氰化钾(KCN)溶于水中，并稀释定容至100 mL，此溶液浓度为1 g/L。用前再标定、稀释。

标定：吸取上述溶液10.00 mL于100 mL锥形瓶中，加1 mL氢氧化钠溶液(15.2.3)，使pH在11以上，再加0.1 mL试银灵溶液(15.2.7)，然后用硝酸银标准滴定溶液(15.2.2)滴定至橙红色为其终点(1 mL硝酸银标准滴定溶液相当于1.08 mg氢氰酸)。

稀释：将标定好的氰化钾溶液用氢氧化钠溶液(15.2.4)准确稀释10倍，即为100 mg/L。

15.2.11 氰化钾标准使用溶液：吸取氰化钾标准溶液(15.2.10)0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL及2.50 mL分别于100 mL容量瓶中，用氢氧化钠溶液(15.2.4)稀释至刻度，即相当于氢氰酸分别为0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、1.5 mg/L、2.0 mg/L及2.5 mg/L。此溶液易降解，须现用现配。

15.2.12 乙酸溶液(1+6)。

15.3 仪器

15.3.1 具塞比色管：10 mL。

15.3.2 分光光度计。

15.3.3 恒温水浴：控温精度±1 ℃。

15.4 分析步骤

15.4.1 绘制工作曲线(或建立回归方程)

a) 吸取氰化钾标准使用溶液及试剂空白各1.00 mL分别于10 mL具塞比色管中，各加2滴酚酞指示液，用乙酸溶液(15.2.12)调至红色刚好消褪，再用氢氧化钠溶液(15.2.4)调至近红色，然后加入2 mL磷酸盐缓冲溶液(15.2.6)，摇匀(呈无色)，再加0.2 mL 10 g/L氯胺T溶液，摇匀，于20 ℃下放置3 min。加2 mL异烟酸-吡唑啉酮溶液，补加水至刻度，摇匀，在恒温水浴(30 ℃±1 ℃)中放置30 min，呈蓝色，取出。

b) 用1 cm比色皿，以零管(试剂空白)调零，于波长638 nm处，测定其吸光度。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

c) 以氰化物标准使用溶液的含量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。或以线性回归方程进行计算。

15.4.2 试样的测定

吸取试样及试剂空白各 1.00 mL，按 15.4.1 中的 a)和 b)显色及测定吸光度。根据试样的吸光度在工作曲线上查出试样中的氰化物含量，或用回归方程计算。

或吸取与试样含量相近的限量指标的氰化物标准使用溶液及试样各 1.00 mL，按 15.4.1 中的 a)和 b)显色并直接测定吸光度。

注 1：试样中氰化物的含量高时，可适当减少取样量。

注 2：氰化物属剧毒品，须按毒品管理办法执行废液不得随意排放，应集中处理后再排放。

处理方法：200 mL 废水，加 10%碳酸钠溶液 25 mL、30%硫酸亚铁溶液 25 mL，搅匀，使之生成亚铁氰化铁，无毒，便可以排放。注意下水中不得有酸。

15.4.3 结果计算

试样中的氰化物含量按式(13)计算：

$$X = \frac{A_x}{A} \times c \qquad \cdots\cdots(13)$$

式中：

X——试样中的氰化物含量(以 HCN 计)，单位为毫克每升(mg/L)；

A_x——试样的吸光度；

A——氰化物标准使用溶液的吸光度；

c——标准使用溶液的氰化物含量，单位为毫克每升(mg/L)。

所得结果表示至整数。

食品伙伴网http://www.foodmate.net

附 录 A
（规范性附录）
酒精计温度（*T*）、酒精度（ALC）（体积分数）换算表（20 ℃）

酒精计温度（*T*）、酒精度（ALC）（体积分数）换算表（20 ℃），见表 A.1。

表 A.1 酒精计温度（*T*）、酒精度（ALC）（体积分数）换算表（20 ℃）

酒精计温度（*T*）	酒精度（ALC）							
	91	92	93	94	95	96	97	98
	对应 20 ℃时的酒精度							
5	94.5	95.4	96.3	97.1	98.0	98.9	99.7	—
6	94.3	95.2	96.1	97.0	97.8	98.7	99.5	—
7	94.1	95.0	95.9	96.8	97.6	98.5	99.4	—
8	93.9	94.8	95.7	96.6	97.5	98.3	99.2	—
9	93.6	94.5	95.5	96.4	97.3	98.2	99.0	99.9
10	93.4	94.3	95.2	96.2	97.1	98.0	98.9	99.7
11	93.2	94.1	95.0	96.0	96.9	97.8	98.7	99.6
12	92.9	93.9	94.8	95.7	96.7	97.6	98.5	99.4
13	92.7	93.6	94.6	95.5	96.5	97.4	98.3	99.2
14	92.5	93.4	94.4	95.3	96.3	97.2	98.1	99.1
15	92.2	93.2	94.2	95.1	96.1	97.0	98.0	98.9
16	92.0	93.0	93.9	94.9	95.9	96.8	97.8	98.7
17	91.7	92.7	93.7	94.7	95.6	96.6	97.6	98.6
18	91.5	92.5	93.5	94.4	95.4	96.4	97.4	98.4
19	91.2	92.2	93.2	94.2	95.2	96.2	97.2	98.2
20	91.0	92.0	93.0	94.0	95.0	96.0	97.0	98.0
21	90.7	91.8	92.8	93.8	94.8	95.8	96.8	97.8
22	90.5	91.5	92.5	93.5	94.6	95.6	96.6	97.6
23	90.2	91.3	92.3	93.3	94.3	95.4	96.4	97.4
24	90.0	91.0	92.0	93.1	94.1	95.1	96.2	97.2
25	89.7	90.7	91.8	92.8	93.9	94.9	96.0	97.0
26	89.4	90.5	91.5	92.6	93.6	94.7	95.8	96.8
27	89.2	90.2	91.3	92.3	93.4	94.5	95.5	96.6
28	88.9	90.0	91.0	92.1	93.1	94.2	95.3	96.4
29	88.6	89.7	90.8	91.8	92.9	94.0	95.1	96.2
30	88.4	89.4	90.5	91.6	92.7	93.8	94.8	96.0
31	88.1	89.1	90.2	91.4	92.5	93.6	94.6	95.8
32	87.9	88.9	90.0	91.1	92.2	93.4	94.4	95.5

食品伙伴网http://www.foodmate.net