

中华人民共和国国家标准

GB/T 10345—2007
代替 GB/T 10345.1~10345.8—1989

白 酒 分 析 方 法

Method of analysis for Chinese spirits

2007-01-02 发布

2007-10-01 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

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 总则	1
4 基本要求	1
5 感官评定	1
6 酒精度	3
7 总酸	4
8 总酯	5
9 固形物	7
10 乙酸乙酯	7
11 己酸乙酯	9
12 乳酸乙酯	10
13 丁酸乙酯	11
14 丙酸乙酯	11
15 正丙醇	13
16 β -苯乙醇	14
17 3-甲硫基丙醇	14
18 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯	15
附录 A (规范性附录) 不同温度下酒精溶液相对密度与酒精度对照表	18
附录 B (规范性附录) 温度 20℃时酒精计浓度与温度换算表	34

前　　言

本标准是对 GB/T 10345.1—1989《白酒试验方法总则》、GB/T 10345.2—1989《白酒感官评定方法》、GB/T 10345.3—1989《白酒中酒精度的试验方法》、GB/T 10345.4—1989《白酒中总酸的试验方法》、GB/T 10345.5—1989《白酒中总酯的试验方法》、GB/T 10345.6—1989《白酒中固形物的试验方法》、GB/T 10345.7—1989《白酒中乙酸乙酯的试验方法 气相色谱法》、GB/T 10345.8—1989《白酒中己酸乙酯的试验方法》的修订。

本标准代替 GB/T 10345.1~10345.8—1989。

本标准与 GB/T 10345.1~10345.8—1989 相比主要变化如下：

- 将 GB/T 10345.1~10345.8—1989 八项标准整合为一项标准；
- 增加了乳酸乙酯、丁酸乙酯、丙酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇、3-甲硫基丙醇、二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯七个分析方法；
- 酒精度的测定增加了对冷却水温度和沸腾后蒸馏时间的规定；
- 气相色谱法中的色谱柱增加了毛细管柱，色谱条件和分析步骤作了相应的修改；
- 总酸的测定增加了第二法电位滴定法；
- 总酯的测定将电位滴定法的指示终点作了调整；
- 附录 A“不同温度下酒精溶液相对密度与酒精度对照表”根据国际分析化学家学会(AOAC)的分析方法进行了修改；
- 附录 B“温度 20℃时酒精计浓度与温度换算表”根据“1990 年国际温标国际酒精表”进行了修改。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会酿酒分技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国食品发酵工业研究院、泸州老窖集团股份有限公司、山西杏花村汾酒集团有限责任公司。

本标准主要起草人：郭新光、康永璞、卢中明、张蔚、王凤仙。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 10345.1—1989；
- GB/T 10345.2—1989；
- GB/T 10345.3—1989；
- GB/T 10345.4—1989；
- GB/T 10345.5—1989；
- GB/T 10345.6—1989；
- GB/T 10345.7—1989；
- GB/T 10345.8—1989。

白 酒 分 析 方 法

1 范围

本标准规定了白酒分析的总则、基本要求和详细分析步骤。

本标准适用于各种香型白酒的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

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—1992 分析试验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 总则

3.1 本标准中所采用的名词术语、计量单位应符合国家相关标准的规定。

3.2 本标准中所用的分析天平、酸度计、分光光度计和气相色谱仪要按时检定；所用的酒精计、温度计、微量注射器、移液管、滴定管、容量瓶等玻璃计量器具应按有关检定规程进行校正。

3.3 本标准中的“仪器”，为分析中所必需的仪器，一般实验室仪器不再列入。

3.4 本标准中所用的水，在未注明其他要求时，应符合 GB/T 6682—1992 中三级以上(含三级)水的规格。所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯(AR)。

3.5 本标准中的“溶液”，除另有说明外，均指水溶液，“稀释至刻度”是指用水定容。

3.6 同一检测项目，有两个或两个以上分析方法时，各实验室可根据各自条件选用，但以第一法为仲裁法。

4 基本要求

4.1 测定样品，应做平行试验。以实测数据报告其分析结果，不需要按酒精度折算，有效数字要与技术要求相一致。

4.2 分析中所用玻璃器皿，用前应以铬酸洗涤液浸泡，用自来水冲洗，再用蒸馏水洗干净。测定金属离子(如：铅、锰)时，应用 15% 的硝酸浸泡，然后，直接用去离子水冲洗干净。

4.3 分析方法中的有效数字，表示吸取或称量时要求达到的精密度。

4.4 恒重系指样品经干燥，前后两次称量值之差在 2 mg 以下。

4.5 色谱分析时，微量注射器应清洗干净。通常，使用前后要用乙醚抽洗 50 次～100 次。连续进样时，也可用酒样直接抽洗干净。

5 感官评定

5.1 原理

感官评定是指评酒者通过眼、鼻、口等感觉器官，对白酒样品的色泽、香气、口味及风格特征的分析评价。

5.2 品酒环境

品酒室要求光线充足、柔和、适宜,温度为 $20^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$,湿度约为60%。恒温恒湿,空气新鲜,无香气及邪杂气味。

5.3 评酒要求

5.3.1 评酒员要求感觉器官灵敏,经过专门训练与考核,符合感官分析要求,熟悉白酒的感官品评用语,掌握相关香型白酒的特征。

5.3.2 评语要公正、科学、准确。

5.3.3 品酒杯外形及尺寸见图1。

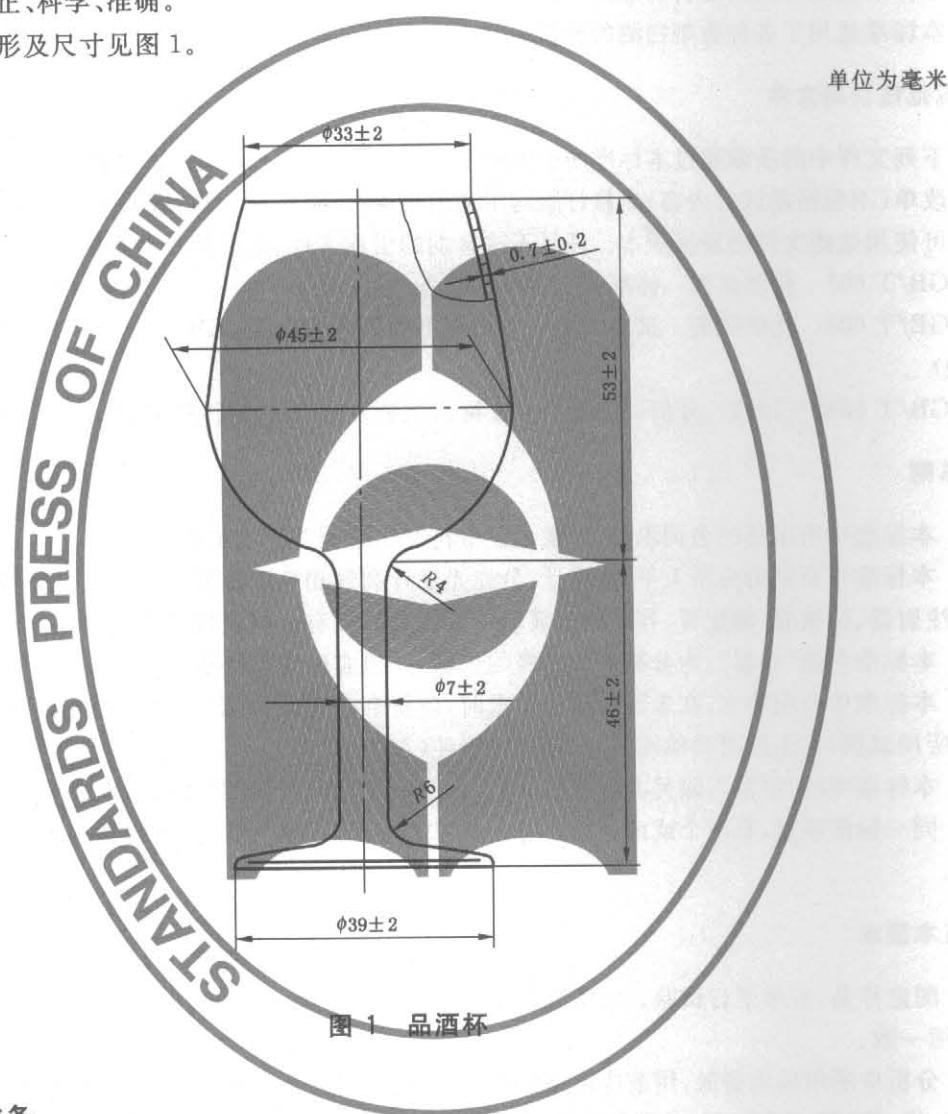


图1 品酒杯

5.4 品评

5.4.1 样品的准备

将样品放置于 $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 环境下平衡24 h(或 $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温1 h)后,采取密码标记后进行感官品评。

5.4.2 色泽

将样品注入洁净、干燥的品酒杯中(注入量为品酒杯的 $1/2 \sim 2/3$),在明亮处观察,记录其色泽、清亮程度、沉淀及悬浮物情况。

5.4.3 香气

将样品注入洁净、干燥的品酒杯中(注入量为品酒杯的 $1/2 \sim 2/3$),先轻轻摇动酒杯,然后用鼻进行闻嗅,记录其香气特征。

5.4.4 口味

将样品注入洁净、干燥的酒杯中(注入量为品酒杯的1/2~2/3),喝入少量样品(约2mL)于口中,以味觉器官仔细品尝,记下口味特征。

5.4.5 风格

通过品评样品的香气、口味并综合分析，判断是否具有该产品的风格特点，并记录其典型性程度。

6 酒精度

6.1 密度瓶法

6.1.1 原理

以蒸馏法去除样品中的不挥发性物质,用密度瓶法测出试样(酒精水溶液)20℃时的密度,查附录A,求得在20℃时乙醇含量的体积分数,即为酒精度

6.1.2 仪器

6.1.2.1 全玻璃蒸馏器 500 mL

6.1.2.2 恒温水浴：控温精度±0.1℃

6.1.2.3 附温度计密度瓶：25 mL 或 50 mL

6.1.3 试样液的制备

用一洁净、干燥的 100 mL 容量瓶，准确量取样品（液温 20℃）100 mL 于 500 mL 蒸馏瓶中，用 50 mL 水分三次冲洗容量瓶，洗液并入蒸馏瓶中，加几颗沸石（或玻璃珠），连接蛇形冷凝管，以取样用的原容量瓶作接收器（外加冰浴），开启冷却水（冷却水温度宜低于 15℃），缓慢加热蒸馏（沸腾后蒸馏时间应控制在 30 min~40 min 内完成），收集馏出液，当接近刻度时，取下容量瓶，盖塞，于 20℃ 水浴中保温 30 min，再补加水至刻度，混匀，备用。

6.1.4 分析步骤

将密度瓶洗净,反复烘干、称量,直至恒重(m)。

取下带温度计的瓶塞,将煮沸冷却至15℃的水注满已恒重的密度瓶中,插上带温度计的瓶塞(瓶中不得有气泡),立即浸入20.0℃±0.1℃的恒温水浴中,待内容物温度达20℃并保持20 min不变后,用滤纸快速吸去溢出侧管的液体,立即盖好侧支上的小罩,取出密度瓶,用滤纸擦干瓶外壁上的水液,立即称量(m_1)。

将水倒出,先用无水乙醇,再用乙醚冲洗密度瓶,吹干(或于烘箱中烘干),用试样液(6.1.3)反复冲洗密度瓶3次~5次,然后装满。重复上述操作,称量(m_2)。

6.1.5 结果计算

试样液(20℃)的相对密度按式(1)计算。

式中：

d_{20}^{20} —试样液(20℃)的相对密度;

m_2 ——密度瓶和试样液的质量,单位为克(g);

m—密度瓶的质量,单位为克(g);

m_1 ——密度瓶和水的质量,单位为克(g)。

根据试样液的相对密度 d_{20}^{20} , 查附录 A, 求得 20℃时样品的酒精度。

所得结果应表示至一位小数。

6.1.6 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%。

6.2 酒精计法

6.2.1 原理

用精密酒精计读取酒精体积分数示值,按附录 B 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。

6.2.2 仪器

精密酒精计：分度值为 0.1% vol。

6.2.3 分析步骤

将试样液(6.1.3)注入洁净、干燥的100mL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5min,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B,换算成20℃时样品的酒精度。

所得结果应表示至一位小数。

6.2.4 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%。

7 总酸

7.1 指示剂法

7.1.1 原理

白酒中的有机酸,以酚酞为指示剂,采用氢氧化钠溶液进行中和滴定,以消耗氢氧化钠标准滴定溶液的量计算总酸的含量。

7.1.2 试剂和溶液

7.1.2.1 酚酞指示剂(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

7.1.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$]：按 GB/T 601 配制与标定。

7.1.3 分析步骤

吸取样品 50.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加入酚酞指示剂(7.1.2.1)2 滴;以氢氧化钠标准滴定溶液(7.1.2.2)滴定至微红色,即为其终点。

7.1.4 结果计算

样品中的总酸含量按式(2)计算。

式中...

X——样品中总酸的质量浓度(以乙酸计),单位为克每升(g/L);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V—测定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

60——乙酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\text{CH}_3\text{COOH})=60]$ ：

50.0 吸取样品的体积 单位为毫升(mL)

所得结果应表示至两位小数

7.1.5 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 2%。

7.2 电位滴定法

7.2.1 原理

白酒中的有机酸,以酚酞为指示剂,采用氢氧化钠溶液进行中和滴定,当滴定接近等当点时,利用pH变化指示终点。

7.2.2 试剂和溶液

同7.1.2。

7.2.3 仪器

电位滴定仪(或酸度计):精度为2mV。

7.2.4 分析步骤

按使用说明书安装调试仪器,根据液温进行校正定位。

吸取样品50.0mL(若用复合电极可酌情增加取样量)于100mL烧杯中,插入电极,放入一枚转子,置于电磁搅拌器上,开始搅拌,初始阶段可快速滴加氢氧化钠标准滴定溶液(7.1.2.2),当样液pH=8.00后,放慢滴定速度,每次滴加半滴溶液,直至pH=9.00为其终点,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

7.2.5 结果计算

同7.1.4。

7.2.6 精密度

同7.1.5。

8 总酯

8.1 指示剂法

8.1.1 原理

用碱中和样品中的游离酸,再准确加入一定量的碱,加热回流使酯类皂化。通过消耗碱的量计算出总酯的含量。

8.1.2 仪器

8.1.2.1 全玻璃蒸馏器:500mL;

8.1.2.2 全玻璃回流装置:回流瓶1000mL、250mL(冷凝管不短于45cm);

8.1.2.3 碱式滴定管:25mL或50mL;

8.1.2.4 酸式滴定管:25mL或50mL。

8.1.3 试剂和溶液

8.1.3.1 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$]:按GB/T 601配制与标定。

8.1.3.2 氢氧化钠标准溶液[$c(\text{NaOH})=3.5\text{ mol/L}$]:按GB/T 601配制。

8.1.3.3 硫酸标准滴定溶液[$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$]:按GB/T 601配制与标定。

8.1.3.4 乙醇(无酯)溶液[40%(体积分数)]:量取95%乙醇600mL于1000mL回流瓶(8.1.2.2)中,加氢氧化钠标准溶液(8.1.3.2)5mL,加热回流皂化1h。然后移入蒸馏器中重蒸,再配成40%(体积分数)乙醇溶液。

8.1.3.5 酚酞指示剂(10g/L):按GB/T 603配制。

8.1.4 分析步骤

吸取样品50.0mL于250mL回流瓶中,加2滴酚酞指示剂(8.1.3.5),以氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.1)滴定至粉红色(切勿过量),记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数(也可作为总酸含量计

算)。再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.1)25.00 mL(若样品总酯含量高时,可加入 50.00 mL),摇匀,放入几颗沸石或玻璃珠),装上冷凝管(冷却水温度宜低于 15℃),于沸水浴上回流 30 min,取下,冷却。然后,用硫酸标准滴定溶液(8.1.3.3)进行滴定,使微红色刚好完全消失为其终点,记录消耗硫酸标准滴定溶液的体积。同时吸取乙醇(无酯)溶液(8.1.3.4)50 mL,按上述方法同样操作做空白试验,记录消耗硫酸标准滴定溶液的体积。

8.1.5 结果计算

样品中的总酯含量按式(3)计算。

$$X = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times 88}{50.0} \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中：

X——样品中总酯的质量浓度(以乙酸乙酯计),单位为克每升(g/L);

c——硫酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 ——空白试验样品消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——样品消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

88——乙酸乙酯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)〔 $M(\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5)=88$ 〕:

50.0——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至两位小数。

8.1.6 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 2%。

8.2 电位滴定法

8.2.1 原理

用碱中和样品中的游离酸，再加入一定量的碱，回流皂化。用硫酸溶液进行中和滴定，当滴定接近等当点时，利用 pH 变化指示终点。

8.2.2 仪器

8.2.2.1 同 8.1.2.1;

8.2.2.2 同 8.1.2.2;

8, 2, 2, 3 同 8, 1, 2, 3;

8.2.2.4 同 8.1.2.4:

8.2.2.5 电位滴定仪(或酸度计);精度为2 mV。

8.2.3 试剂和溶液

同 8.1.3。

8.2.4 分析步骤

按使用说明书安装调试仪器，根据液温进行校正定位。

吸取样品 50.0 mL 于 250 mL 回流瓶中, 加两滴酚酞指示剂(8.1.3.5), 以氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.1)滴定至粉红色(切勿过量), 记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数(也可作为总酸含量计算)。再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.1)25.00 mL(若样品总酯含量高时, 可加入 50.00 mL), 摆匀, 放入几颗沸石或玻璃珠), 装上冷凝管(冷却水温度宜低于 15°C), 于沸水浴上回流 30 min, 取下, 冷却。将样液移入 100 mL 小烧杯中, 用 10 mL 水分次冲洗回流瓶, 洗液并入小烧杯。插入电极, 放入一枚转子, 置于电磁搅拌器上, 开始搅拌, 初始阶段可快速滴加硫酸标准滴定溶液(8.1.3.3), 当样液 pH=9.00 后, 放慢滴定速度, 每次滴加半滴溶液, 直至 pH=8.70 为其终点, 记录消耗硫酸标准滴定溶液的体积。同时吸取乙醇(无酯)溶液(8.1.3.4)50.00 mL, 按上述方法同样操作做空白试验, 记录消耗

11.3.2 己酸乙酯溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取己酸乙酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(11.3.1)定容至100 mL。

11.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(11.3.1)定容至100 mL。

11.3.4 乙酸正丁酯溶液[2%(体积分数)]:使用填充柱时作内标用。吸取乙酸正丁酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(11.3.1)定容至100 mL。

11.4 分析步骤

除标样改为己酸乙酯溶液(11.3.2)外,其他操作同10.4。

11.5 结果计算

同10.5。

11.6 精密度

同10.6。

12 乳酸乙酯

12.1 原理

同10.1。

12.2 仪器和材料

12.2.1 气相色谱仪

备有氢火焰离子化检测器(FID)。

12.2.2 色谱柱

12.2.2.1 毛细管柱:ZP-930 白酒分析专用柱(柱长18 m,内径0.53 mm)或PEG 20M毛细管色谱柱(柱长35 m~50 m,内径0.25 mm,涂层0.2 μm),或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

12.2.2.2 填充柱:柱长不短于2 m。

12.2.2.2.1 载体:Chromosorb W(AW)或白色担体102(酸洗,硅烷化)。80目~100目。

12.2.2.2.2 固定液:20%DNP(邻苯二甲酸二壬酯)加7%吐温80,或10%PEG(聚乙二醇)1500或PEG 20M。

12.2.3 微量注射器

10 μL、1 μL。

12.3 试剂和溶液

12.3.1 乙醇溶液[60%(体积分数)]:用乙醇(色谱纯)加水配制。

12.3.2 乳酸乙酯溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取乳酸乙酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(12.3.1)定容至100 mL。

12.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(12.3.1)定容至100 mL。

12.3.4 乙酸正丁酯溶液[2%(体积分数)]:使用填充柱时作内标用。吸取乙酸正丁酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(12.3.1)定容至100 mL。

12.4 分析步骤

除标样改为乳酸乙酯溶液(12.3.2)外,其他操作同10.4。

12.5 结果计算

同10.5。

12.6 精密度

同10.6。

13 丁酸乙酯

13.1 原理

同 10.1。

13.2 仪器和材料

13.2.1 气相色谱仪

备有氢火焰离子化检测器(FID)。

13.2.2 色谱柱

13.2.2.1 毛细管柱:LZP-930 白酒分析专用柱(柱长 18 m, 内径 0.53 mm)或 PEG 20M 毛细管色谱柱(柱长 35 m~50 m, 内径 0.25 mm, 涂层 0.2 μm), 或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

13.2.2.2 填充柱:柱长不短于 2 m。

13.2.2.2.1 载体:Chromosorb W(AW)或白色担体 102(酸洗, 硅烷化)。80 目~100 目。

13.2.2.2.2 固定液:20% DNP(邻苯二甲酸二壬酯)加 7% 吐温 80, 或 10% PEG(聚乙二醇)1500 或 PEG 20M。

13.2.3 微量注射器

10 μL 、1 μL

13.3 试剂和溶液

13.3.1 乙醇溶液[60%(体积分数)]:用乙醇(色谱纯)加水配制。

13.3.2 丁酸乙酯溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取丁酸乙酯(色谱纯)2 mL, 用乙醇溶液(13.3.1)定容至 100 mL。

13.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL, 用乙醇溶液(13.3.1)定容至 100 mL。

13.3.4 乙酸正丁酯溶液[2%(体积分数)]:使用填充柱时作内标用。吸取乙酸正丁酯(色谱纯)2 mL, 用乙醇溶液(13.3.1)定容至 100 mL。

13.4 分析步骤

除标样改为丁酸乙酯溶液(13.3.2)外, 其他操作同 10.4。

13.5 结果计算

同 10.5。

13.6 精密度

同 10.6。

14 丙酸乙酯

14.1 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。

当采用邻苯二甲酸二壬酯+吐温 80 混合柱测定时, 丙酸乙酯与乙缩醛完全重叠, 为此, 要先将酒样加酸水解, 使其中的乙缩醛分解, 该组分峰的剩余部分即为丙酸乙酯, 再按常规法加以测定。

14.2 仪器和材料

14.2.1 气相色谱仪

备有氢火焰离子化检测器(FID)。

14.2.2 色谱柱

14.2.2.1 毛细管柱:LZP-930 白酒分析专用柱(柱长 18 m,内径 0.53 mm),或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

14.2.2.2 填充柱:柱长不短于 2 m。

14.2.2.2.1 载体:Chromosorb W(AW)或白色担体 102(酸洗,硅烷化)。80 目~100 目。

14.2.2.2.2 固定液:20%DNP(邻苯二甲酸二壬酯)加 7%吐温 80,或 10%PEG(聚乙二醇)1500 或 PEG 20M。

14.2.3 微量注射器

10 μL、1 μL。

14.3 试剂和溶液

14.3.1 乙醇溶液[60%(体积分数)]:用乙醇(色谱纯)加水配制。

14.3.2 丙酸乙酯溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取丙酸乙酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(14.3.1)定容至 100 mL。

14.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(14.3.1)定容至 100 mL。

14.3.4 乙酸正丁酯溶液[2%(体积分数)]:使用填充柱时作内标用。吸取乙酸正丁酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(14.3.1)定容至 100 mL。

14.3.5 盐酸溶液[10%(体积分数)]。

14.4 分析步骤

14.4.1 色谱参考条件

14.4.1.1 毛细管柱

载气(高纯氮):流速为 0.5 mL/min~1.0 mL/min,分流比:约 37 : 1,尾吹约 20 mL/min~30 mL/min;

氢气:流速为 40 mL/min;

空气:流速为 400 mL/min;

检测器温度(T_D):220°C;

注样器温度(T_J):220°C;

柱温(T_C):起始温度 60°C,恒温 3 min,以 3.5°C/min 程序升温至 180°C,继续恒温 10 min。

14.4.1.2 填充柱

载气(高纯氮):流速为 150 mL/min;

氢气:流速为 40 mL/min;

空气:流速为 400 mL/min;

检测器温度(T_D):150°C;

注样器温度(T_J):150°C;

柱温(T_C):90°C,等温。

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,以内标峰与酒样中其他组分峰获得完全分离为准。

14.4.2 校正因子(f 值)的测定

吸取丙酸乙酯溶液(14.3.2)1.00 mL,移入 100 mL 容量瓶中,加入内标溶液(14.3.3 或 14.3.4)1.00 mL,用乙醇溶液(14.3.1)稀释至刻度。上述溶液中丙酸乙酯和内标的浓度均为 0.02%(体积分数)。待色谱仪基线稳定后,用微量注射器进样,进样量随仪器的灵敏度而定。记录丙酸乙酯和内标峰

15.2.3 微量注射器

10 μL、1 μL。

15.3 试剂和溶液

15.3.1 乙醇溶液[60%(体积分数)]:用乙醇(色谱纯)加水配制。

15.3.2 正丙醇溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取正丙醇(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(15.3.1)定容至100 mL。

15.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(15.3.1)定容至100 mL。

15.3.4 乙酸正丁酯溶液[2%(体积分数)]:使用填充柱时作内标用。吸取乙酸正丁酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(15.3.1)定容至100 mL。

15.4 分析步骤

除标样改为正丙醇溶液(15.3.2)外,其他操作同10.4。

15.5 结果计算

同10.5。

15.6 精密度

同10.6。

16 β-苯乙醇

16.1 原理

同10.1。

16.2 仪器和材料

16.2.1 气相色谱仪:备有氢火焰离子化检测器(FID)。

16.2.2 色谱柱:LZP-930白酒分析专用柱(柱长18 m,内径0.53 mm)或PEG 20M毛细管色谱柱(柱长35 m~50 m,内径0.25 mm,涂层0.2 μm),或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

16.2.3 微量注射器:10 μL、1 μL。

16.3 试剂和溶液

16.3.1 乙醇溶液[60%(体积分数)]:用乙醇(色谱纯)加水配制。

16.3.2 β-苯乙醇溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取β-苯乙醇(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(16.3.1)定容至100 mL。

16.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(16.3.1)定容至100 mL。

16.4 分析步骤

除标样改为β-苯乙醇溶液(16.3.2)外,其他操作同10.4。

16.5 结果计算

同10.5。

16.6 精密度

同10.6。

17 3-甲硫基丙醇

17.1 原理

同10.1。

17.2 仪器和材料

17.2.1 气相色谱仪:备有氢火焰离子化检测器(FID)。

17.2.2 色谱柱 :FFAP、PEG 20M 毛细管色谱柱(柱长 35 m~50 m, 内径 0.25 mm, 涂层 0.2 μm)或 LZP-930 白酒分析专用柱(柱长 18 m, 内径 0.53 mm),或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

17.2.3 微量注射器:10 μL 、1 μL 。

17.3 试剂和溶液

17.3.1 乙醇溶液[60%(体积分数)]:用乙醇(色谱纯)加水配制。

17.3.2 3-甲硫基丙醇溶液[2%(体积分数)]:作标样用。吸取 3-甲硫基丙醇(色谱纯)2 mL, 用乙醇溶液(17.3.1)定容至 100 mL。

17.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL, 用乙醇溶液(17.3.1)定容至 100 mL。

17.4 分析步骤

17.4.1 色谱参考条件

载气(高纯氮),流速为 0.5 mL/min~1.0 mL/min,分流比:约 37:1,尾吹约 20 mL/min~30 mL/min。

氢气:流速为 40 mL/min。

空气:流速为 400 mL/min。

检测器温度(T_d):220°C。

注样器温度(T_s):220°C。

柱温(T_c):PEG 20M 柱起始温度 60°C, 恒温 2 min, 以 3.5°C/min 程序升温至 180°C, 继续恒温 15 min。

FFAP 柱起始温度 50°C, 恒温 2 min, 以 3.5°C/min 程序升温至 70°C, 再以 6°C/min 程序升温至 100°C, 然后以 15°C/min 程序升温至 210°C, 再继续恒温 10 min。

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,以内标峰与酒样中其他组分峰获得完全分离为准。

17.4.2 校正因子(f 值)和样品的测定

除标样改为 3-甲硫基丙醇溶液(17.3.2)外,其他操作同 10.4.2 和 10.4.3。

17.5 结果计算

同 10.5。

17.6 精密度

同 10.6。

18 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯

18.1 原理

同 10.1。

18.2 仪器和材料

18.2.1 气相色谱仪:备有氢火焰离子化检测器(FID)。

18.2.2 色谱柱 :FFAP 毛细管色谱柱(柱长 35 m~50 m, 内径 0.25 mm, 涂层 0.2 μm)或其他具有同等分析效果的毛细管色谱柱。

18.2.3 微量注射器:10 μL 、1 μL 。

18.3 试剂和溶液

18.3.1 乙醇溶液[60% (体积分数)]：用乙醇(色谱纯)加水配制。

18.3.2 庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯混合标准溶液[1%(体积分数)]:作标样用。吸取庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯(色谱纯)各1mL,用乙醇溶液(18.3.1)定容至100mL。

18.3.3 乙酸正戊酯溶液[2%(体积分数)]:使用毛细管柱时作内标用。吸取乙酸正戊酯(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(18.3.1)定容至100 mL。

18.4 分析步骤

18.4.1 色谱参考条件

载气(高纯氮):流速为 0.5 mL/min~1.0 mL/min,分流比:约 37:1,尾吹约 20 mL/min~30 mL/min;

氢气:流速为 40 mL/min;

空气:流速为 400 mL/min;

检测器温度(T_D): 220°C;

注样器温度(T_1):220°C;

柱温(T_c):起始温度120℃,恒温1 min,以20℃/min程序升温至220℃,继续恒温10 min。

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，以内标峰与酒样中其他组分峰获得完全分离为准。

18.4.2 校正因子(f 值)的测定

吸取庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯混合标准溶液(18.3.2)1.00 mL,移入100 mL容量瓶中,加入内标溶液(18.3.3)1.00 mL,用60%乙醇溶液稀释至刻度。上述溶液中庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯和内标的浓度均为0.01%(体积分数)。待色谱仪基线稳定后,用微量注射器进样,进样量随仪器的灵敏度而定。记录庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯和内标峰的保留时间及其峰面积(或峰高),用其比值计算出庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的相对校正因子。

校正因子按式(9)计算。

式中：

f ——庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的相对校正因子；

A_1 ——标样 f 值测定时内标的峰面积(或峰高);

A_1 ——标样 f 值测定时庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的峰面积(或峰高)；

d_2 —庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的相对密度；

d_1 —内标物的相对密度。

18.4.3 样品的测定

吸取样品 10.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,加入内标溶液(18.3.3)0.20 mL,混匀后,在与 *f* 值测定相同的条件下进样,根据保留时间确定庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯峰的位置,并测定庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯与内标峰面积(或峰高),求出峰面积(或峰高)之比,计算出样品中庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的含量。

18.5 结果计算

18.5.1 样品中的庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯含量按式(10)计算。

式中：

X_1 ——样品中庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的质量浓度，单位为克每升(g/L)；

f——庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的相对校正因子；

A_3 —样品中庚二酸二乙酯、辛二酸二乙酯、壬二酸二乙酯的峰面积(或峰高);

A_4 ——添加于酒样中内标的峰面积(或峰高);

I——内标物的质量浓度(添加在酒样中),单位为毫克每升(mg/L)。

18.5.2 样品中的二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯含量按式(11)计算。

式中：

X——样品中二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯的质量浓度,单位为克每升(g/L);

$X_{\text{庚}}$ ——庚二酸二乙酯的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$X_{\text{辛}}$ ——辛二酸二乙酯的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

X_壬——壬二酸二乙酯的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

所得结果应表示至两位小数。

18.6 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 5%。

中华人民共和国
国家标准
白酒分析方法
GB/T 10345—2007

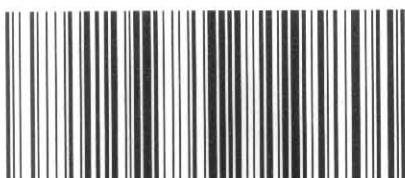
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 5.5 字数 160 千字
2007 年 5 月第一版 2007 年 5 月第一次印刷

*
书号：155066·1-29427 定价 50.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权所有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 10345—2007