

中华人民共和国国家标准

GB/T 10781.1—201X 代替 GB/T10781.1—2006

白酒质量要求 第1部分:浓香型白酒

Quality requirements for baijiu— Part 1:Nongxiangxing baijiu

(报批稿)

XXXX - XX - XX 实施

引 言

酯和有机酸是白酒中重要的呈香、呈味物质。在自然条件下,有机酸和醇与酯发生可逆的转化反应,在一定时间内,有利于产品质量风格趋于稳定,口感更加醇厚。

本标准在修订过程中,遵循浓香型白酒产品中酸酯变化的客观规律,对自生产日期一年内和一年后的产品提出不同的理化指标要求。

前 言

GB/T 10781《白酒质量要求》标准拟分为如下几部分:

- ——GB/T 10781.1 浓香型白酒;
- ——GB/T 10781.2 清香型白酒;
- ——GB/T 10781.3 米香型白酒;

....

本部分为 GB/T 10781.1 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替GB/T 10781.1—2006《浓香型白酒》。本部分与GB/T 10781.1—2006 相比主要变化如下:

- ——修改了标准名称;
- ——修改了浓香型白酒的英文名称;
- ——增加了引言;
- ——修改了浓香型白酒的定义;
- ——增加了酸酯总量的术语和定义;
- ——酒精度调整为: 高度酒: 40%vol<酒精度≤68%vol; 低度酒: 25%vol≤酒精度≤40%vol;
- ——修改了感官要求;
- ——理化指标增加了酸酯总量和己酸+己酸乙酯;
- ——修改了理化指标:按产品自生产日期一年内和一年后分别进行要求;
- ——增加了附录 A 白酒中酸酯总量的测定方法和附录 B 白酒中己酸含量的测定方法。

本部分由中国轻工业联合会提出。

本部分由全国白酒标准化技术委员会(SAC/TC358)归口。

本部分起草单位:四川省宜宾五粮液集团有限公司、泸州老窖股份有限公司、安徽古井贡酒股份有限公司、江苏洋河酒厂股份有限公司、四川剑南春(集团)有限责任公司、湖北稻花香酒业股份有限公司、山东景芝酒业股份有限公司、山东扳倒井股份有限公司、济南趵突泉酿酒有限责任公司、湖北枝江酒业股份有限公司、泰山酒业集团股份有限公司、江苏今世缘酒业股份有限公司、古贝春集团有限公司、四川沱牌舍得集团有限公司、河南省宋河酒业股份有限公司、四川水井坊股份有限公司、新疆伊力特实业股份有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、中国酒业协会。

本部分主要起草人:李曙光、宋全厚、宋书玉、彭智辅、王明、徐占成、周新虎、周庆伍、赵德义、张锋国、吕志远、李志斌、刘艳林、吴建峰、谢永文、杜新勇、李家民、李学思、范威、刘新宇、郭新光、甘权、高杰楷、钟其顶、刘凤翔、孟镇、高红波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- ——GB/T 10781.1—1989、GB/T 11859.1—1989;
- ——GB/T 10781.1—2006。

白酒质量要求 第1部分:浓香型白酒

1 范围

本部分规定了浓香型白酒的质量要求,包括术语和定义、产品分类、要求、分析方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本部分适用于浓香型白酒的生产、检验与销售。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。 凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 5009.225 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 10345-2007 白酒分析方法

GB/T 10346 白酒检验规则和标志、包装、运输、贮存

GB/T 15109 白酒工业术语

QB/T 4259 浓香大曲

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

国家质量监督检验检疫总局[2005]第75号令定量包装商品计量监督管理办法

3 术语和定义

GB/T 15109、QB/T 4259界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3. 1

浓香型白酒 nongxiangxing baijiu

以粮谷为原料,采用浓香大曲为糖化发酵剂,经泥窖固态发酵,固态蒸馏,陈酿、勾调而成的,不直接或间接添加食用酒精及非自身发酵产生的呈色呈香呈味物质的白酒。

3. 2

酸酯总量 sum of total acid and total ester

单位体积白酒中总酸和总酯的总含量。

4 产品分类

按产品的酒精度分为:

高度酒: 40%vol<酒精度≤68%vol;

低度酒: 25%vol≤酒精度≤40%vol。

5 要求

5.1 感官要求

高度酒和低度酒的感官要求分别应符合表 1、表 2 的规定。

表1 高度酒感官要求

项目	优级	一级	
色泽和外观	无色或微黄,清亮透明,无悬浮物,无沉淀 a		
香气	具有以浓郁窖香为主的、舒适的复合香气	具有以较浓郁窖香为主的、舒适的复合香气	
口味口感	绵甜醇厚,谐调爽净,余味悠长	较绵甜醇厚,谐调爽净,余味悠长	
风格	具有本品典型的风格	具有本品明显的风格	
^a 当酒的温度低于 10℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光。10℃以上时应逐渐恢复正常。			

表2 低度酒感官要求

项目	优级	一级
色泽和外观	无色或微黄,清亮透明,无悬浮物,无沉淀 a	
香气	具有较浓郁的窖香为主的复合香气	具有以窖香为主的复合香气
口味口感	绵甜醇和, 谐调爽净, 余味较长	较绵甜醇和, 谐调爽净
风格	具有本品典型的风格	具有本品明显的风格
^a 当酒的温度低于 10℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光。10℃以上时应逐渐恢复正常。		

5.2 理化要求

高度酒和低度酒的理化要求分别应符合表 3、表 4 的规定。

表3 高度酒理化要求

项目			优级	一级
酒精度/(%vol)			40°~68	
固形物/(g/L)		\leq	0.40 ^b	
总酸/(g/L)	产品自生产日期≤一年的执行的指标		0.40	0.30
总酯/(g/L)		//	2.00	1.50
己酸乙酯/(g/L)			1.20	0.60
酸酯总量/(mmol/L)	キロムルマロ州へ ケルケムシ		35.0	30.0
己酸+己酸乙酯/(g/L)	产品自生产日期>一年执行的指标	\	1.50	1.00
a 不含 40% vol。				
^b 酒精度在 40 %vol~49%vol 的酒,固形物可小于等于 0.50g/L。				

表4 低度酒理化要求

项目			优级	一级
酒精度/(%vol)			25~40	
固形物/(g/L) ≤			0.70	
总酸/(g/L)	产品自生产日期≤一年的执行的指标	\geqslant	0.30	0.25
总酯/(g/L)		\geqslant	1.50	1.00
己酸乙酯/(g/L)		\geqslant	0.70	0.40
酸酯总量/(mmol/L)	产品自生产日期>一年执行的指标	\geqslant	25.0	20.0
己酸+己酸乙酯/(g/L)		\geqslant	0.80	0.50

5.3 净含量

按国家质量监督检验检疫总局[2005]第75号令执行。

6 分析方法

6.1 感官要求

按GB/T 10345-2007执行。

6.2 理化要求

酒精度按GB 5009.225执行,酸酯总量按附录A执行,己酸按附录B执行,总酸、总酯、己酸乙酯、固形物按GB/T10345-2007执行。

6.3 净含量

按JJF 1070执行。

7 检验规则和标志、包装、运输、贮存

- 7.1 检验规则和标志、包装、运输、贮存按 GB/T 10346 执行。
- 7.2 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0% vol。

附 录 A (规范性附录) 白酒中酸酯总量的测定方法

A. 1 原理

以碱中和试样中的游离酸,再加入一定量的碱,加热回流使酯类皂化,以酸中和剩余的碱。通过计算碱的总消耗量得出酸酯总量。

A. 2 分析步骤

- A. 2. 1 以碱中和试样中的游离酸,试剂和溶液、仪器、分析步骤同GB/T 10345-2007中的7.1.2、7.1.3 或7.2.2至7.2.4,记录消耗的氢氧化钠体积 V_{L} 。
- A. 2. 2 加热回流及中和剩余碱,试剂和溶液、仪器、分析步骤同GB/T 10345-2007中的8.1.2至8.1.4或8. 2.2至8.2.4,记录空白试验样品消耗硫酸标准溶液体积 V_0 、样品消耗硫酸标准溶液体积 V_2 。

A. 3 结果计算

样品中的酸酯总量按式(A.1)计算

$$X = \frac{\left[C_1 \times V_1 + C_2 \times (V_0 - V_2)\right] \times 1000}{50.0} \quad \dots (A.1)$$

式中:

- X—样品中的酸酯总量,单位为毫摩尔每升(mmol/L);
- C_1 —氢氧化钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 —样品中总酸所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- C_2 —硫酸标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 —空白试验样品消耗硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —样品消耗硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 50.0—吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果保留至一位小数。

A. 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2%。

附 录 B (规范性附录) 白酒中己酸含量的测定方法

B.1 气相色谱法(第一法,仲裁法)

B. 1. 1 原理

样品气化后随同载气进入色谱柱,被测组分在两相中分配系数的不同而得到分离,分离后进入氢火焰离子化检测器产生响应值,以保留时间定性,内标法定量。

B. 1. 2 试剂或材料

除另有说明外,所有试剂均为色谱纯,水为GB/T 6682-2008规定的二级或二级以上水。

- B. 1. 2. 1 无水乙醇。
- B. 1. 2. 2 己酸: 纯度≥99.5%。
- B. 1. 2. 3 2-乙基丁酸。
- B. 1. 2. 4 乙醇溶液(50%,体积分数):量取250 mL无水乙醇于500 mL容量瓶中,用水定容,混匀。
- B. 1. 2. 5 己酸储备液(5.0 g/L): 称取0.5 g(称准至1 mg)己酸于100 mL容量瓶,用50%乙醇溶液(B.1.2.4) 定容,摇匀。
- B. 1. 2. 6 己酸系列标准工作溶液: 分别准确吸取0.5mL,1.0mL,1.5mL,2.0mL已酸储备液(B. 1. 2. 5)于10 mL容量瓶中,用50%乙醇溶液(B. 1. 2. 4)定容,摇匀,配置成0.25 g/L,0.50 g/L,0.75 g/L,1.00 g/L的己酸系列标准工作溶液。
- B. 1. 2. 7 2-乙基丁酸内标溶液 (2%, 体积分数): 吸取1.0 mL 2-乙基丁酸于50 mL容量瓶中,用50% 乙醇溶液 (B 1.2.4) 定容至50 mL,混匀。

B. 1. 3 仪器和设备

- B. 1. 3. 1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器。
- B. 1. 3. 2 分析天平: 感量0.1 mg。
- B. 1. 3. 3 聚乙二醇毛细管柱 (50 m×0.25 mm×0.20 μm) 或等效色谱柱。
- B. 1. 4 分析步骤
- B. 1. 4. 1 参考色谱条件
- B. 1. 4. 1. 1 载气流量: 1 mL/min。
- B. 1. 4. 1. 2 分流比20:1。
- B. 1. 4. 1. 3 氢气流量: 30 mL/min。
- B. 1. 4. 1. 4 空气流量: 300 mL/min。

- B. 1. 4. 1. 5 检测器温度: 250 ℃。
- B. 1. 4. 1. 6 进样口温度: 250 ℃。
- B. 1. 4. 1. 7 升温程序见表B.1。

表B.1 升温程序

升温速率/ ℃/min	数值/℃	保持时间/min
0	35	1
3.5	180	0
15	210	6

B. 1. 4. 2 绘制标准曲线

在配制好的己酸系列标准工作溶液(B.1.2.6)中分别加入0.1 mL 2-乙基丁酸内标溶液(B.1.2.7),充分摇匀,按照参考色谱条件(B.1.4.1)测定,以己酸系列标准工作溶液浓度为横坐标,以对应的己酸与2-乙基丁酸内标峰面积比值为纵坐标绘制标准曲线。

B. 1. 4. 3 样品测定

准确吸取10mL样品至10mL容量瓶中,加入0.1mL内标溶液(B.1.3.7),充分摇匀,按照参考色谱条件(B.1.4.1)测定,测定样品中己酸与2-乙基丁酸内标的峰面积比值。

B. 1. 5 样品中己酸的含量

以测得的样品中己酸与2-乙基丁酸内标的峰面积比值为纵坐标值,从绘制的标准曲线上对应查得样品中己酸的含量,单位为克每升(g/L),以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留至小数后两位。

B.1.6 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的10%。

B. 2 离子色谱法(第二法)

B. 2. 1 原理

样品用水稀释后,经过阴离子交换色谱柱分离,电导检测器测定,以保留时间定性,外标法定量。

B. 2. 2 试剂或材料

除另有说明外,所有试剂均为优级纯,水为GB/T 6682-2008规定的一级水。

- B. 2. 2. 1 无水乙醇:色谱纯。
- B. 2. 2. 2 碳酸钠。
- B. 2. 2. 3 碳酸氢钠。
- B. 2. 2. 4 氢氧化钠。
- B. 2. 2. 5 己酸: 纯度≥99.5%。

- B. 2. 2. 6 碳酸钠溶液 (1 mmol/L): 准确称取0.106 g 碳酸钠溶液,用适量水溶解,定容至1000 mL,混匀。
- B. 2. 2. 7 碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液 (碳酸钠13mmol/L,碳酸氢钠2mmol/L): 准确称取1.378 g碳酸钠溶液 (B.2.2.6) 和0.168 g碳酸氢钠,用适量水溶解,定容至1000 mL,混匀。
- B. 2. 2. 8 氢氧化钠溶液(100 mmol/L): 称取4.0 g氢氧化钠,用适量水溶解,定容至1000 mL,混匀。也可使用自动淋洗液发生器OH型制备。
- B. 2. 2. 9 乙醇溶液(50%, 体积分数):量取250 mL无水乙醇于500 mL容量瓶中,用水定容,混匀。
- B. 2. 2. 10 己酸标准储备液(1000 mg/L): 称取0.1g(称准至1 mg)己酸于100 mL容量瓶中,用50% 乙醇溶液(B.2.2.10)溶解并定容,混匀。
- B. 2. 2. 11 己酸系列标准工作溶液:分别移取适量的己酸标准储备液(B.2.2.11),用水配制成 $5.0\,$ mg/L, $10.0\,$ mg/L, $15.0\,$ mg/L, $20.0\,$ mg/L的系列标准工作液。

B. 2. 3 仪器和设备

- B. 2. 3. 1 离子色谱仪:配电导检测器和梯度淋洗系统。
- B. 2. 3. 2 分析天平: 感量1 mg。

B. 2. 4 分析步骤

B. 2. 4. 1 样品前处理

准确移取1.0 mL 样品于50 mL容量瓶中,用水定容至50 mL,混匀;稀释后的样品用有机系微孔滤膜过滤,收集1 mL过滤后的样品于样品瓶中,待测。

B. 2. 4. 2 参考色谱条件

- B. 2. 4. 2. 1 碳酸根/碳酸氢根淋洗体系
- B. 2. 4. 2. 1. 1 阴离子交换柱色谱柱:聚苯乙烯及二乙烯基苯共聚物填料,季铵盐活性基团 4.0 mm×25 0mm (带相同类型保护柱4.0mm×5 mm),或性能相当的离子色谱柱。
- B. 2. 4. 2. 1. 2 淋洗液: A:碳酸钠溶液(B.2.2.6), B: 碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液(B.2.2.7)。
- B. 2. 4. 2. 1. 3 抑制器: 超微填充嵌体结构。
- B. 2. 4. 2. 1. 4 流速: 0.7 mL/min。
- B. 2. 4. 2. 1. 5 柱温箱温度: 室温。
- B. 2. 4. 2. 1. 6 进样体积: 20 μL。
- B. 2. 4. 2. 1. 7 检测器: 电导检测器
- B. 2. 4. 2. 1. 8 检测池温度: 35℃。
- B. 2. 4. 2. 1. 9 梯度洗脱程序见表B.2:

表 B. 2 梯度洗脱程序

序号	时间 (min)	A (%)	B (%)
1	0	100	0
2	18	100	0

3	18	0	100
4	23	0	100
5	23	100	0
6	45	100	0

B. 2. 4. 2. 2 氢氧根淋洗体系

- B. 2. 4. 2. 2. 1 阴离子色谱柱: 二乙烯基苯-乙基乙烯基苯共聚物填料, 烷醇基季铵盐交换官能团, 4.0 mm×250mm (带相同类型保护柱4.0mm×5 mm), 或性能相当的离子色谱柱。
- B. 2. 4. 2. 2. 2 淋洗液: 由氢氧根淋洗液在线发生器产生。
- B. 2. 4. 2. 2. 3 抑制器: 自循环模式或相当性能抑制器,抑制电流: 93 mA。
- B. 2. 4. 2. 2. 4 流速: 1.5 mL/min。
- B. 2. 4. 2. 2. 5 柱温箱温度: 35 ℃。
- B. 2. 4. 2. 2. 6 进样体积: 20 μL。
- B. 2. 4. 2. 2. 7 检测器: 电导检测器。
- B. 2. 4. 2. 2. 8 检测池温度: 35℃。
- B. 2. 4. 2. 2. 9 梯度洗脱程序见表B.3:

序号 时间 (min) 淋洗浓度 (mmol/L) 1 0 5 2 15 5 20 60 4 25 60 5 5 26 5 33

表B. 3 梯度洗脱程序

B. 2. 4. 3 标准曲线绘制

取己酸系列标准工作液(B.2.2.11),按照参考色谱条件进行测定,以己酸色谱峰的保留时间为依据进行定性,以己酸系列标准工作溶液的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

B. 2. 4. 4 样品测定

将制备的样品(B.2.4.1)注入到离子色谱仪中,按照参考色谱条件测定己酸色谱峰面积,根据标准工作曲线得到待测液中己酸的含量。

B. 2. 4. 5 结果计算

样品中己酸的含量按式(B.1)进行计算:

$$X_1 = \frac{c}{1000} \times n \qquad (B.1)$$

式中:

- X_1 ——样品中己酸的含量,单位为克每升(g/L);
- c——从标准曲线上查得待测液中己酸的含量,单位为毫克每升(mg/L);
- n——样品稀释倍数。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留至小数后两位。

B. 2. 5 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的10%。