



中华人民共和国国家标准

GB/T 10345—202×
代替 GB/T 10345—2007

白酒分析方法

Method of analysis for baijiu

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
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 术语和定义	1
4 总则	1
5 基本要求	1
6 感官评定	2
7 总酸	3
8 总酯	4
9 酸酯总量	6
10 固形物.....	7
11 乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、β-苯乙醇	8
12 乙酸	10
13 己酸	11
14 丙酸乙酯	14
15 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯	16
16 其他分析项目	18
附录 A (资料性) 白酒中酒精度的测定 仪器法	19

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 10345—2007《白酒分析方法》，与 GB/T 10345—2007 相比，主要技术变化如下：

- a) 增加了酸酯总量的测定方法(见第 9 章)；
- b) 增加了乙酸、己酸的测定方法(见第 12 章、第 13 章)；
- c) 更改了乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇的测定方法(见第 11 章，2007 年版的第 10 章、第 13 章、第 11 章、第 12 章、第 15 章、第 16 章)；
- d) 更改了丙酸乙酯、二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯的测定方法(见第 14 章、第 15 章，2007 年版的第 14 章、第 18 章)；
- e) 删除了 3-甲硫基丙醇的测定方法(见 2007 年版的第 17 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国白酒标准化技术委员会(SAC/TC 358)归口。

本文件起草单位：中国食品发酵工业研究院有限公司、泸州老窖股份有限公司、安徽古井贡酒股份有限公司、宜宾五粮液股份有限公司、贵州茅台酒股份有限公司、广东省食品工业研究所有限公司、四川剑南春(集团)有限责任公司、山西杏花村汾酒厂股份有限公司、湖北白云边酒业股份有限公司、安徽口子酒业股份有限公司、济南趵突泉酿酒有限责任公司、四川省古蔺郎酒厂有限公司、河北衡水老白干酒业股份有限公司、劲牌有限公司、中轻食品检验认证有限公司、四特酒有限责任公司、贵州茅台酒厂(集团)习酒有限责任公司、上海市酒类产品质量检验中心有限公司、湖北稻花香酒业股份有限公司、广东省九江酒厂有限公司、北京顺鑫农业股份有限公司牛栏山酒厂、四川省绵阳市丰谷酒业有限责任公司、古贝春集团有限公司、江苏洋河酒厂股份有限公司、普研(上海)标准技术服务股份有限公司、山东景芝酒业股份有限公司、广电计量检测(成都)有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、安徽国泰众信检测技术有限公司、贵州董酒股份有限公司、食药环检验研究院(山东)集团有限公司、山东扳倒井股份有限公司、四川赛纳斯分析检测有限公司、无限极(中国)有限公司。

本文件主要起草人：高红波、孟镇、张宿义、王莉、徐占成、冯志强、郭文杰、陈洪坤、郭新光、王凤仙、杨团园、徐钦祥、吕志远、沈毅、张煜行、雷明明、吴生文、钟方达、王敏峰、陈萍、何松贵、魏金旺、卢中明、钟其顶、杜新勇、钟雨、吴海平、杨仁君、蒋剑、黄一帆、陈洪周、王祎、孙学文、张锋国、孙红梅、罗进、周芳梅、高晓娟、尹昌伟、陈彦和、常迪、刘伟德、姬钰。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1989 年首次发布为 GB/T 10345.1—1989～ GB/T 10345.8—1989；
- 2007 年第一次修订为 GB/T 10345—2007；
- 本次为第二次修订。

白酒分析方法

1 范围

本文件规定了白酒分析的总则、基本要求和详细试验步骤。

本文件适用于各种白酒的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所有制剂及制品的制备

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 总则

4.1 本文件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。

4.2 本文件中的仪器,为分析中所必需的仪器,一般实验室仪器不再列入。

4.3 本文件中所用的水,色谱分析试验用水为 GB/T 6682—2008 规定的二级水或二级以上水,在未注明其他要求时,应符合 GB/T 6682—2008 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(A.R.)。

4.4 本文件中的溶液,除另有说明外,均指水溶液。

4.5 色谱分析试验中色谱参考条件可根据仪器和色谱柱情况,通过试验选择最佳色谱条件,使内标物色谱峰、待测组分峰分别完全分离,标准工作溶液系列浓度可根据样品中待测组分的含量适当调整。

4.6 同一检测项目,有两个或两个以上分析方法时,以第一法为仲裁法。

5 基本要求

5.1 测定样品,应做平行试验。以实测数据的算术平均值报告其分析结果,不需要按酒精度折算,有效位数应与技术要求相一致。

5.2 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。

5.3 恒重系指样品经干燥,前后两次称量值之差在 2 mg 以下。

6 感官评定

6.1 原理

品酒员通过眼、鼻、口等感觉器官,对白酒样品的色泽和外观、香气、口味口感及风格特征进行分析评价。

6.2 品酒环境

品酒室应光线充足、柔和、适宜;以温度 $16\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 26\text{ }^{\circ}\text{C}$,相对湿度 $30\%\sim 70\%$ 为宜;室内应空气新鲜,无香气及邪杂气味。

6.3 评酒要求

6.3.1 品酒员感觉器官应灵敏,经过专门训练与考核,符合感官评定要求,熟悉白酒的感官品评用语,掌握相关香型白酒的特征。

6.3.2 评语应公正、科学、准确。

6.3.3 标准品酒杯外形尺寸见图 1,分有杯脚款[见图 1a)]和无杯脚款[见图 1b)],均为无色透明玻璃材质,满容量 $50\text{ mL}\sim 55\text{ mL}$,最大液面处容量为 $15\text{ mL}\sim 20\text{ mL}$ 。有条件的,可在杯壁上增加容量刻度。

单位为毫米

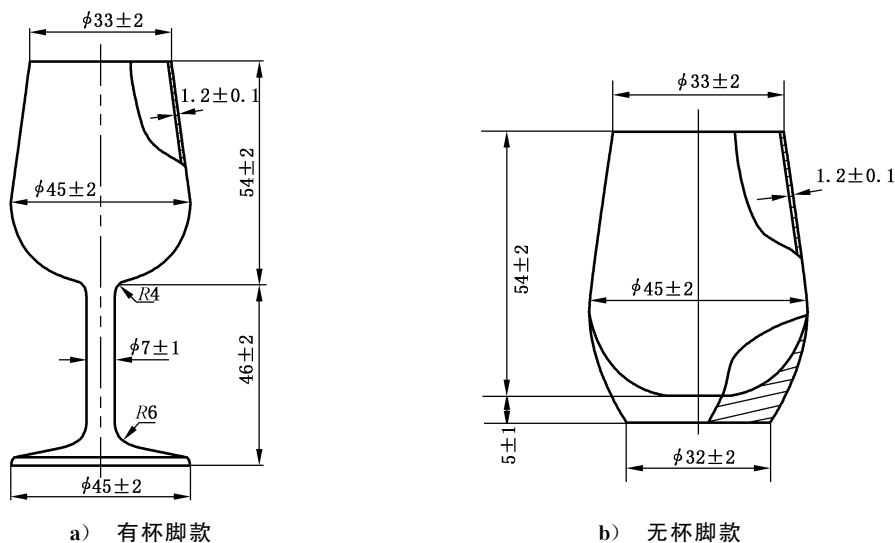


图 1 白酒品酒杯示意图

6.4 品评

6.4.1 样品的准备

将白酒样品放置于 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 环境下(或 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温)平衡温度后,采取密码标记后进行感官品评,品评前将白酒样品注入洁净、干燥的品酒杯中,注入量为 $15\text{ mL}\sim 20\text{ mL}$ 。

6.4.2 色泽和外观

将酒杯拿起,以白色评酒桌或白纸为背景,采用正视、俯视及仰视方式,观察酒样有无色泽及色泽深

浅。然后轻轻摇动,观察酒液澄清度、有无悬浮物和沉淀物,记录其色泽和外观情况。

6.4.3 香气

6.4.3.1 一般嗅闻:首先将酒杯举起,置酒杯于鼻下 10 mm~20 mm 左右处微斜 30°,头略低,采用匀速、舒缓的吸气方式嗅闻其静止香气,嗅闻时只可对酒吸气,不应呼气。再轻轻摇动酒杯,增大香气挥发聚集,然后嗅闻,记录其香气情况。

6.4.3.2 特殊情况:将酒液倒空,放置一段时间后嗅闻空杯留香。

6.4.4 口味、口感

将样品注入洁净、干燥的酒杯中,喝入少量样品 0.5 mL~2.0 mL 于口中,以味觉器官仔细品尝,记下口味、口感特征。

6.4.5 风格

综合香气、口味、口感等特征感受,结合各香型白酒风格特点,做出总结性评价,判断其是否具备典型风格,或独特风格(个性)。

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,采用氢氧化钠标准滴定溶液进行中和滴定,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 酚酞指示液(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 试验步骤

吸取样品 50.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加入酚酞指示液(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 30 s 不褪色,即为其终点,记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

7.1.4 结果计算

样品中的总酸含量按公式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c_1 \times V_1 \times 60}{50.0} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_1 ——样品中总酸含量,以质量浓度表示(以乙酸计),单位为克每升(g/L);

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——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(CH_3COOH)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

50.0——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

7.1.5 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 2%。

7.2 电位滴定法

7.2.1 原理

白酒中的有机酸,采用氢氧化钠标准滴定溶液进行中和滴定,以 $\text{pH}=9.00$ 为指示终点,以消耗氢氧化钠标准滴定溶液的量计算总酸的含量。

7.2.2 溶液

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。

7.2.3 仪器

7.2.3.1 电位滴定仪(或酸度计):精度 0.01 pH,附磁力搅拌装置。

7.2.3.2 pH 玻璃酸碱电极。

7.2.4 试验步骤

7.2.4.1 按使用说明书安装调试仪器,根据溶液温度校正 pH 电极。

7.2.4.2 吸取样品 50.0 mL(若用复合电极可酌情增加取样量)于 100 mL 烧杯中,插入 pH 玻璃酸碱电极(7.2.3.2),放入一枚磁力搅拌子,置于磁力搅拌装置上,开始搅拌,初始阶段可快速滴加氢氧化钠标准滴定溶液(7.2.2),当样液 $\text{pH}=8.00$ 后,放慢滴定速度,每次滴加半滴溶液,直至 $\text{pH}=9.00$ 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,用硫酸标准滴定溶液进行中和滴定,通过消耗酸的量计算总酯的含量。

8.1.2 仪器

8.1.2.1 全玻璃蒸馏器:500 mL。

8.1.2.2 全玻璃回流装置:回流瓶 1 000 mL、250 mL(冷凝管不短于 45 cm)。

8.1.2.3 碱式滴定管:25 mL 或 50 mL。

8.1.2.4 酸式滴定管:25 mL 或 50 mL。

8.1.3 溶液

8.1.3.1 乙醇(95%):量取 950 mL 乙醇,加入 50 mL 水混匀。

8.1.3.2 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。

8.1.3.3 氢氧化钠溶液 $[c(\text{NaOH})=3.5 \text{ mol/L}]$:称取 77 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,摇匀,注入聚乙烯容器中,密闭放置至溶液清亮,用量取上层清液 18.9 mL,用无二氧化碳的水稀释至 100 mL,摇匀。

8.1.3.4 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。

8.1.3.5 乙醇(无酯)溶液(40%,体积分数):量取乙醇(95%)(8.1.3.1)600 mL 于 1 000 mL 回流瓶(8.1.2.2)中,加氢氧化钠溶液(8.1.3.3)5 mL,加热回流皂化 1 h。然后移入全玻璃蒸馏器(8.1.2.1)中重蒸,再配成乙醇(无酯)溶液(40%,体积分数)。

8.1.3.6 酚酞指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

8.1.4 试验步骤

8.1.4.1 吸取样品 50.0 mL 于 250 mL 回流瓶中,加 2 滴酚酞指示液(8.1.3.6),以氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.2)滴定至微红色 30 s 不褪色(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)。

8.1.4.2 再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.2)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 °C),于沸水浴上回流 30 min,取下,冷却。

8.1.4.3 用硫酸标准滴定溶液(8.1.3.4)进行滴定,使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(40%,体积分数)(8.1.3.5)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公式(2)计算:

$$X_2 = \frac{c_2 \times (V_0 - V_2) \times 88}{50.0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_2 ——样品中总酯含量,以质量浓度表示(以乙酸乙酯计),单位为克每升(g/L);

c_2 ——硫酸标准滴定溶液的实际摩尔浓度,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_2 ——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($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

50.0——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

8.1.6 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 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,以 $\text{pH}=8.70$

为指示终点,以消耗硫酸标准滴定溶液的量计算总酯的含量。

8.2.2 仪器

见 8.1.2 和 7.2.3。

8.2.3 试剂和溶液

同 8.1.3。

8.2.4 试验步骤

8.2.4.1 按使用说明书安装调试仪器,根据溶液温度进行校正定位。

8.2.4.2 吸取样品 50.0 mL 于 250 mL 回流瓶中,加 2 滴酚酞指示液(8.1.3.6),以氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.2)滴定至微红色 30 s 不褪色(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)。

8.2.4.3 再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液(8.1.3.2) 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 °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。

8.2.4.4 插入电极,放入一枚磁力搅拌子,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(8.1.3.4),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。

8.2.4.5 同时吸取乙醇(无酯)溶液(40%,体积分数)(8.1.3.5) 50.00 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。

8.2.5 结果计算

同 8.1.5。

8.2.6 精密度

同 8.1.6。

9 酸酯总量

9.1 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。

9.2 试验步骤

9.2.1 以碱中和试样中的游离酸,试剂和溶液、仪器、试验步骤同 7.1.2、7.1.3 或 7.2.2~7.2.4,记录消耗的氢氧化钠体积 V_1 。

9.2.2 加热回流及中和剩余碱,试剂和溶液、仪器、试验步骤同 8.1.2~8.1.4 或 8.2.2~8.2.4,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 。

9.3 结果计算

样品中的酸酯总量按公式(3)计算:

$$X_3 = \frac{[c_3 \times V_3 + c_4 \times (V_0 - V_4)] \times 1\,000}{50.0} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- X_3 ——样品中的酸酯总量,以摩尔浓度表示,单位为毫摩尔每升(mmol/L)；
 - c_3 ——氢氧化钠标准溶液的实际摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
 - V_3 ——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_4 ——硫酸标准溶液的实际摩尔浓度,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_4 ——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)。
- 计算结果表示到小数点后一位。

9.4 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 2%。

10 固形物

10.1 原理

白酒经蒸发、烘干后,不挥发性物质残留于皿中,经恒重后,用称量法测定。

10.2 仪器

- 10.2.1 电热干燥箱:控温精度 $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 10.2.2 分析天平:感量 0.1 mg。
- 10.2.3 瓷蒸发皿或玻璃蒸发皿:100 mL。
- 10.2.4 干燥器:用变色硅胶作干燥剂。

10.3 试验步骤

吸取样品 50.0 mL,注入已烘干至恒重的 100 mL 瓷蒸发皿或玻璃蒸发皿内,置于沸水浴上,蒸发至干,然后将蒸发皿放入 $(103 \pm 2)\text{ }^\circ\text{C}$ 电热干燥箱内,烘 2 h,取出,置于干燥器内 30 min,称量。再放入 $(103 \pm 2)\text{ }^\circ\text{C}$ 电热干燥箱内,烘 1 h,取出,置于干燥器内 30 min,称量。重复上述操作,直至恒重。

10.4 结果计算

样品中的固形物含量按公式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m - m_1}{50.0} \times 1\,000 \dots\dots\dots(4)$$

式中：

- X_4 ——样品中固形物含量,以质量浓度表示,单位为克每升(g/L)；
 - m ——固形物和蒸发皿的质量,单位为克(g)；
 - m_1 ——蒸发皿的质量,单位为克(g)；
 - 50.0——取样品的体积,单位为毫升(mL)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

10.5 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 5%。

11 乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇

11.1 原理

样品被气化后,经色谱柱分离,由于被测定组分在气液两相中具有不同的分配系数,分离后的各待测组分按先后顺序流出色谱柱,进入氢火焰离子化检测器检测,内标法定量分析。

11.2 试剂和材料

11.2.1 乙醇:色谱纯。

11.2.2 乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇等标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

11.2.3 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸、乙酸正丁酯内标标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

11.2.4 乙醇溶液(50%,体积分数):量取 50 mL 乙醇(11.2.1),用水定容至 100 mL,混匀。

11.2.5 正丙醇储备溶液(10 000 mg/L):准确称取 1.0 g(精确至 1 mg)正丙醇于 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(11.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

11.2.6 β -苯乙醇储备溶液(500 mg/L):准确称取 0.05 g β -苯乙醇(精确至 1 mg)置 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(11.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

11.2.7 酯类混合储备溶液(乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯均为 25 000 mg/L,丁酸乙酯为 2 500 mg/L):分别准确称取 2.50 g(精确至 1 mg)乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯,0.25 g(精确至 1 mg)的丁酸乙酯,置 100 mL 容量瓶中,用乙醇(11.2.1)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

11.2.8 叔戊醇、乙酸正戊酯和 2-乙基丁酸内标混合储备溶液(20 000 mg/L):使用毛细管气相色谱柱时作内标用。分别准确称取 2.0 g 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸置 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(11.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

11.2.9 乙酸正丁酯内标储备溶液(20 000 mg/L):使用填充柱时作内标用。准确称取乙酸正丁酯 2.0 g,用乙醇溶液(50%,体积分数)(11.2.4)定容至 100 mL。

11.2.10 酯类、醇类系列混合标准工作溶液 1:分别吸取 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、1.0 mL 正丙醇、 β -苯乙醇、酯类的标准储备溶液于 5 个 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(11.2.4)定容混匀,依次配制成乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯为 250 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L、1 500 mg/L、2 500 mg/L;丁酸乙酯为 25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、250 mg/L;正丙醇为 100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、1 000 mg/L; β -苯乙醇为 5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、50 mg/L 的系列标准曲线,现配现用。

11.2.11 酯类、醇类系列混合标准工作溶液 2:分别吸取 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、1.0 mL 正丙醇、酯类的标准储备溶液于 5 个 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(11.2.4)定容,混匀。依次配制成乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯为 250 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L、1 500 mg/L、2 500 mg/L;丁酸乙酯为 25 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、250 mg/L;正丙醇为 100 mg/L、200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、1 000 mg/L 系列标准曲线,现配现用。

11.3 仪器和设备

11.3.1 气相色谱仪,配氢火焰离子化检测器(FID)。

11.3.2 分析天平:感量为 0.1 mg、0.01 mg。

11.3.3 移液器:0.1 mL~1.0 mL。

11.4 试验步骤

11.4.1 色谱参考条件

11.4.1.1 毛细管柱

11.4.1.1.1 聚乙二醇极性毛细管柱(60 m×0.25 mm×0.25 μm)或(50 m×0.25 mm×0.20 μm)或其他具有同等分析效果的色谱柱。

11.4.1.1.2 升温程序:初温 35 °C,保持 1 min,以 3.0 °C/min 升到 70 °C,以 3.5 °C/min 升到 180 °C,再以 15 °C/min 升到 210 °C,保持 6 min。

11.4.1.1.3 检测器温度:250 °C。

11.4.1.1.4 进样口温度:250 °C。

11.4.1.1.5 恒流模式:1.0 mL/min。

11.4.1.1.6 进样量:1.0 μL。

11.4.1.1.7 分流比:40 : 1。

11.4.1.2 填充柱

11.4.1.2.1 填充柱:柱长不短于 2 m。

11.4.1.2.2 载体:Chromosorb W(AW)或白色担体 102(酸洗,硅烷化),80 目~100 目(0.18 mm~0.125 mm)。

11.4.1.2.3 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)1 500 或 PEG 20M。

11.4.1.2.4 载气(高纯氮):流速为 150 mL/min。

11.4.1.2.5 氢气:流速为 40 mL/min。

11.4.1.2.6 空气:流速为 400 mL/min。

11.4.1.2.7 检测器温度:150 °C。

11.4.1.2.8 进样口温度:150 °C。

11.4.1.2.9 柱温:90 °C,等温。

11.4.2 绘制标准曲线

11.4.2.1 毛细管色谱柱标准曲线

准确移取 10 mL 酯类、醇类系列混合标准工作溶液 1(11.2.10),加入 0.1 mL 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸内标混合储备溶液(11.2.8),充分摇匀,按照色谱参考条件(11.4.1.1)进样测定,以各酯类、醇类组分单标准品色谱峰的保留时间为依据进行定性,以各酯类、醇类浓度与对应内标浓度的比值为横坐标,各酯类、醇类组分峰面积与对应内标峰面积的比值为纵坐标,其中正丙醇、β-苯乙醇以叔戊醇为内标;乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯以乙酸正戊酯为内标;乳酸乙酯以 2-乙基丁酸为内标,绘制标准工作曲线。

11.4.2.2 绘制填充柱标准曲线

准确移取 10 mL 酯类、醇类系列混合标准工作溶液 2(11.2.11),加入 0.1 mL 乙酸正丁酯内标储备溶液(11.2.9),充分摇匀,按照色谱参考条件(11.4.1.2)进样测定,以各酯类、醇类组分单标准品色谱峰的保留时间为依据进行定性,以各酯类、醇类浓度与乙酸正丁酯内标浓度的比值为横坐标,各酯类、醇类组分峰面积与乙酸正丁酯内标峰面积的比值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

11.4.3 样品测定

准确吸取 10 mL 样品置 10 mL 容量瓶中,加入 0.1 mL 内标溶液(11.2.8 或 11.2.9),充分摇匀,按照色谱参考条件(11.4.1)测定待测液中各挥发性组分峰面积与对应的内标峰面积,由标准工作曲线得到待测液中各组分浓度与对应内标浓度的比值,再根据待测组分对应内标的浓度,计算样品中各待测组分的含量。

11.5 结果计算

样品中各待测组分的含量按公式(5)计算:

$$X_i = \frac{I_i \times \rho_i}{1\ 000} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X_i ——样品中各待测组分的含量,以质量浓度表示,单位为克每升(g/L);

I_i ——从标准曲线得到待测液中各待测组分浓度与对应的内标浓度的比值;

ρ_i ——各待测组分对应的内标的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

1 000——单位换算系数。

计算结果表示到小数点后两位。

11.6 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 5%。

12 乙酸

12.1 原理

同 11.1。

12.2 试剂和材料

12.2.1 乙醇:色谱纯。

12.2.2 乙酸:纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

12.2.3 2-乙基丁酸:纯度 $\geq 99\%$ 。

12.2.4 乙醇溶液(50%,体积分数):同 11.2.4。

12.2.5 乙酸标准储备溶液(20 000 mg/L):准确称取 2.0 g(精确至 1 mg)乙酸置 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(12.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

12.2.6 2-乙基丁酸内标溶液(20 000 mg/L):称取 2.0 g 2-乙基丁酸置 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(12.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

12.2.7 乙酸系列标准工作溶液:分别准确吸取 0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL 乙酸标准储备溶液(12.2.5)于 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(12.2.4)定容,摇匀,配制成 400 mg/L、800 mg/L、1 200mg/L、1 600mg/L、2 000 mg/L 的乙酸系列标准工作溶液。

12.3 仪器和设备

同 11.3。

12.4 试验步骤

12.4.1 色谱参考条件

同 11.4.1.1。

12.4.2 绘制标准曲线

准确移取 10 mL 乙酸系列标准工作溶液(12.2.7)于 10 mL 容量瓶中,分别加入 0.1 mL 2-乙基丁酸内标溶液(12.2.6),充分摇匀,按照色谱参考条件(12.4.1)测定,以乙酸系列标准工作溶液浓度与 2-乙基丁酸内标浓度的比值为横坐标,乙酸与 2-乙基丁酸内标峰面积的比值为纵坐标绘制标准曲线。

12.4.3 样品测定

准确吸取 10 mL 样品置 10 mL 容量瓶中,加入 0.1 mL 2-乙基丁酸内标溶液(12.2.6),充分摇匀,按照色谱参考条件(12.4.1)测定,根据乙酸标准物质的保留时间,与待测样品中乙酸的保留时间进行定性。根据待测液中乙酸与 2-乙基丁酸内标的峰面积之比,由标准工作曲线得到待测液中乙酸与 2-乙基丁酸内标浓度的比值,再根据 2-乙基丁酸内标的浓度,计算样品乙酸的含量。

12.5 结果计算

同 11.5。

12.6 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%。

13 己酸

13.1 气相色谱法

13.1.1 原理

同 11.1。

13.1.2 试剂

13.1.2.1 无水乙醇:色谱纯。

13.1.2.2 己酸:纯度 $\geq 99.5\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

13.1.2.3 2-乙基丁酸:纯度 $\geq 99\%$ 。

13.1.2.4 乙醇溶液(50%,体积分数):同 11.2.4。

13.1.2.5 己酸标准储备溶液(10 000 mg/L):称取 1.0 g(称准至 1 mg)己酸(13.1.2.2)于 100 mL 容量瓶,用乙醇溶液(50%,体积分数)(13.1.2.4)定容,摇匀。

13.1.2.6 2-乙基丁酸内标溶液(20 000 mg/L):同 12.2.6。

13.1.2.7 己酸系列标准工作溶液:分别准确吸取 0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL 己酸标准储备溶液(13.1.2.5)于 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(13.1.2.4)定容,摇匀,配制成 200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、800 mg/L、1 000 mg/L 的己酸系列标准工作溶液。

13.1.3 仪器和设备

同 11.3。

13.1.4 试验步骤

13.1.4.1 色谱参考条件

同 11.4.1.1。

13.1.4.2 绘制标准曲线

除标准品改为己酸系列标准工作溶液(13.1.2.7),其他操作同 12.4.2。

13.1.4.3 样品测定

除标准品改为己酸系列标准工作溶液(13.1.2.7),其他操作同 12.4.3。

13.1.5 结果计算

同 11.5。

13.1.6 精密度

同 12.6。

13.2 离子色谱法

13.2.1 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。

13.2.2 试剂或材料

13.2.2.1 无水乙醇:色谱纯。

13.2.2.2 碳酸钠。

13.2.2.3 碳酸氢钠。

13.2.2.4 氢氧化钠。

13.2.2.5 己酸:同(13.1.2.2)。

13.2.2.6 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 1 000 mL,混匀。

13.2.2.7 碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液(碳酸钠 13 mmol/L,碳酸氢钠 2 mmol/L):准确称取 1.378 g 碳酸钠溶液(13.2.2.6)和 0.168 g 碳酸氢钠,用适量水溶解,定容至 1 000 mL,混匀。

13.2.2.8 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 1 000 mL,混匀。也可使用自动淋洗液发生器 OH-型制备。

13.2.2.9 乙醇溶液(50%,体积分数):同 11.2.4。

13.2.2.10 己酸标准储备溶液(1 000 mg/L):称取 0.1 g(称准至 1 mg)己酸于 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(13.2.2.9)溶解并定容,混匀。

13.2.2.11 己酸系列标准工作溶液:分别移取适量的己酸标准储备溶液(13.2.2.10),用乙醇溶液(50%,体积分数)(13.2.2.9)配制成 5.0 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L 的系列标准工作溶液。

13.2.3 仪器和设备

13.2.3.1 离子色谱仪: 电导检测器和梯度淋洗系统。

13.2.3.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

13.2.4 试验步骤

13.2.4.1 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, 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。

13.2.4.2 色谱参考条件

13.2.4.2.1 碳酸根/碳酸氢根淋洗体系

碳酸根/碳酸氢根淋洗体系色谱参考条件如下:

- 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×250 mm (带相同类型保护柱 4.0 mm×5 mm), 或性能相当的离子色谱柱;
- 淋洗液: A 为碳酸钠溶液(13.2.2.6), B 为碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液(13.2.2.7);
- 抑制器: 超微填充嵌体结构;
- 流速: 0.7 mL/min;
- 柱温箱温度: 室温;
- 进样体积: 20 μ L;
- 检测器: 电导检测器;
- 检测池温度: 35 $^{\circ}$ C;
- 梯度洗脱程序见表 1。

表 1 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

13.2.4.2.2 氢氧根淋洗体系

氢氧根淋洗体系色谱参考条件如下:

- 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×250 mm(带相同类型保护柱 4.0 mm×5 mm), 或性能相当的离子色谱柱;
- 淋洗液: 由氢氧根淋洗液在线发生器产生;
- 抑制器: 自循环模式或相当性能抑制器, 抑制电流 93 mA;
- 流速: 1.5 mL/min;

- 柱温箱温度:35 ℃;
- 进样体积:20 μL;
- 检测器:电导检测器;
- 检测池温度:35 ℃;
- 梯度洗脱程序见表 2。

表 2 梯度洗脱程序

序号	时间/min	淋洗浓度/(mmol/L)
1	0	5
2	15	5
3	20	60
4	25	60
5	26	5
6	33	5

13.2.4.3 标准曲线绘制

取己酸系列标准工作溶液(13.2.2.11),按照色谱参考条件(13.2.4.2)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。

13.2.4.4 样品测定

将制备的样品(13.2.4.1)注入离子色谱仪中,按照色谱参考条件(13.2.4.2)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。

13.2.4.5 结果计算

样品中己酸的含量按公式(6)进行计算:

$$X_6 = \frac{\rho_1}{1\ 000} \times n \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X_6 ——样品中己酸的含量,以质量浓度表示,单位为克每升(g/L);

ρ_1 ——从标准曲线上查得待测液中己酸的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

n ——样品稀释倍数。

计算结果表示到小数点后两位。

13.2.5 精密度

同 12.6。

14 丙酸乙酯

14.1 原理

同 11.1。

14.2 试剂和材料

14.2.1 乙醇:色谱纯。

14.2.2 丙酸乙酯:纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

14.2.3 叔戊醇内标的标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

14.2.4 乙醇溶液(50%,体积分数):同 11.2.4。

14.2.5 叔戊醇内标储备溶液(20 000 mg/L):称取 1.0 g 的叔戊醇置 50 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(14.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

14.2.6 丙酸乙酯储备溶液(1 000 mg/L):准确称取 0.1 g(精确至 1 mg)丙酸乙酯置 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(14.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

14.2.7 丙酸乙酯系列标准工作溶液:分别吸取 0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.4 mL 丙酸乙酯储备溶液(14.2.6)储备溶液于 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(50%,体积分数)(14.2.4)定容混匀,逐级稀释,依次配制成 5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L、40.0 mg/L 系列标准曲线,现配现用。

14.3 仪器和设备

同 11.3。

14.4 试验步骤

14.4.1 色谱参考条件

14.4.1.1 中极性固定相 6%氰丙基苯、94%二甲基硅氧烷(30 m×0.53 mm×0.3 μ m)或其他具有同等分析效果的色谱柱。

14.4.1.2 色谱柱温度:初温 35℃,保持 8 min,以 10.0℃/min 升到 160℃,保持 5 min。

14.4.1.3 检测器温度:230℃。

14.4.1.4 进样口温度:230℃。

14.4.1.5 载气流速:1.0 mL/min。

14.4.1.6 进样量:1.0 μ L。

14.4.1.7 分流比:40:1。

14.4.2 绘制标准曲线

准确移取 10 mL 丙酸乙酯系列标准工作溶液(14.2.7),加入 0.1 mL 叔戊醇内标储备溶液(14.2.5),充分摇匀,按照色谱参考条件(14.4.1)进样测定,以丙酸乙酯标准品色谱峰的保留时间为依据进行定性,以丙酸乙酯的浓度与叔戊醇内标浓度的比值为横坐标,丙酸乙酯峰面积与叔戊醇内标峰面积的比值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

14.4.3 样品测定

准确吸取 10 mL 样品置 10 mL 容量瓶中,加入 0.1 mL 叔戊醇内标储备溶液(14.2.5),充分摇匀,按照色谱参考条件(14.4.1)测定待测液中丙酸乙酯峰面积与叔戊醇内标峰面积,根据待测液中丙酸乙酯与叔戊醇内标峰面积的比值,由标准工作曲线得到待测液中丙酸乙酯与叔戊醇内标的浓度的比值,再根据叔戊醇内标的浓度,计算样品中丙酸乙酯的含量。

14.5 结果计算

样品中丙酸乙酯的含量按式(7)进行计算:

$$X_7 = I \times \rho_2 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X_7 ——样品中丙酸乙酯的含量,以质量浓度表示,单位为毫克每升(mg/L);

I ——从标准曲线得到待测液中丙酸乙酯浓度与叔戊醇内标浓度的比值;

ρ_2 ——叔戊醇内标的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果表示到小数点后两位。

14.6 精密度

同 11.6。

15 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯

15.1 原理

同 11.1。

15.2 试剂和材料

15.2.1 乙醇:色谱纯。

15.2.2 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯标准物质:纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

15.2.3 十四醇(内标)标准物质:纯度 $\geq 99\%$ 。

15.2.4 乙醇溶液(30%,体积分数):量取 30 mL 乙醇,用水定容至 100 mL,混匀。

15.2.5 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯混合储备溶液(200 mg/L):分别称取 0.02 g(精确至 0.01 mg)的二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯组分置 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(30%,体积分数)(15.2.4)定容至 100 mL,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

15.2.6 十四醇内标储备溶液(1 000 mg/L):称取 0.1 g(精确至 0.01 mg)的十四醇置 100 mL 容量瓶中,用乙醇(15.2.1)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

15.2.7 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯中间溶液(20 mg/L):吸取 1 mL 的二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯混合储备溶液(15.2.5),于 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(30%,体积分数)(15.2.4)定容,混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

15.2.8 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯系列混合标准工作溶液:分别吸取 0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、1.0 mL、2.0 mL 的二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯中间溶液(15.2.7),于 5 个 10 mL 容量瓶中,用乙醇溶液(30%,体积分数)(15.2.4)定容混匀,逐级稀释,依次配制成 0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L 系列标准曲线,现配现用。

15.3 仪器和设备

同 11.3。

15.4 试验步骤

15.4.1 色谱参考条件

15.4.1.1 色谱参考条件 1

同 11.4.1.1。

15.4.1.2 色谱参考条件 2

15.4.1.2.1 色谱柱:聚乙二醇气相色谱柱(30 m×0.32 mm×0.25 μm)或等效色谱柱。

15.4.1.2.2 色谱柱温度:初温 50 ℃,保持 3 min,以 10.0 ℃/min 升到 170 ℃,然后以 5 ℃/min 升到 180 ℃,保持 5 min,再以 20 ℃/min 升到 210 ℃,保持 3 min。

15.4.1.2.3 检测器温度:250 ℃。

15.4.1.2.4 进样口温度:250 ℃。

15.4.1.2.5 恒压模式-色谱柱压力:82.74 kPa (12 psi)。

15.4.1.2.6 进样量:1.0 μL。

15.4.1.2.7 分流比:20:1。

15.4.2 绘制标准曲线

准确移取 10 mL 二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯系列混合标准工作溶液(15.2.8),加入 0.1 mL 十四醇内标储备溶液(15.2.6),充分摇匀,按照色谱参考条件(15.4.1) 进样测定,以各二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯标准品色谱峰的保留时间为依据进行定性,以各二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯浓度与十四醇内标浓度的比值为横坐标,各二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯峰面积与十四醇内标峰面积的比值为纵坐标,绘制标准工作曲线。

15.4.3 样品测定

准确吸取 10 mL 样品置 10 mL 容量瓶中,加入 0.1 mL 十四醇内标储备溶液(15.2.6),充分摇匀,按照色谱参考条件(15.4.1)测定待测液中各组分峰面积与十四醇内标峰面积。根据待测液中各组分与十四醇内标的峰面积的比值,由标准工作曲线得到待测液中各组分与十四醇内标的浓度的比值,再根据十四醇内标的浓度,计算样品中各组分的含量。

15.5 结果计算

15.5.1 样品中二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯的含量按公式(8)计算:

$$X_8 = I_i \times \rho_3 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

X_8 ——样品中二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯的含量,以质量浓度表示,单位为毫克每升(mg/L);

I_i ——从标准曲线得到待测液中各待测组分浓度与十四醇内标浓度的比值;

ρ_3 ——十四醇内标的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果表示到小数点后两位。

15.5.2 样品中二元酸二乙酯总量按公式(9)计算:

$$X_{\text{Total}} = \sum X_i \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X_{Total} ——样品中二元酸二乙酯总量,以质量浓度表示,单位为毫克每升(mg/L);

X_i ——样品中二元酸(庚二酸、辛二酸、壬二酸)二乙酯的含量,单位为毫克每升(mg/L)。

计算结果表示到小数点后两位。

15.6 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超过算术平均值的 20%。

16 其他分析项目

企业对白酒中酒精度的测定内控方法,可参照附录 A 进行。

附录 A

(资料性)

白酒中酒精度的测定 仪器法

A.1 仪器法一

A.1.1 原理

试样经快速蒸馏器蒸馏后,注入全自动天平密度仪中测定试样的酒精度。

A.1.2 试剂

A.1.2.1 乙醇:色谱纯。

A.1.2.2 消泡剂。

A.1.2.3 氧化钙。

A.1.2.4 氧化钙乳悬浮液(12%):称取 12.0 g 氧化钙(精确至 0.01 g),用水溶解定容至 100 mL。

A.1.2.5 乙醇标准溶液(40% vol):准确量取 400.0 mL,加入 600.0 mL 水,混匀。

A.1.3 仪器和设备

A.1.3.1 快速蒸馏器。

A.1.3.2 全自动天平密度仪(或其他同等功能仪器):测量精度为 $\pm 0.05\%$ vol。

A.1.3.3 恒温水浴:温控精度 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.4 试验步骤

A.1.4.1 仪器校正

使用前用乙醇标准溶液(40% vol)(A.1.2.5)按仪器说明书对全自动天平密度仪(或其他同等功能仪器)进行校正。

A.1.4.2 样品蒸馏

A.1.4.2.1 用 100 mL 容量瓶量取试样 100 mL(液温 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$),移入快速蒸馏器的蒸馏瓶中。用 100 mL 水分次洗涤容量瓶,洗液并入蒸馏瓶中,在蒸馏瓶中依次加入约 2 mL 氧化钙乳悬浮液(12%)和 2~3 滴消泡剂。

A.1.4.2.2 将快速蒸馏器的馏出液重量设置为 85 g,开启冷却水(冷却水温度宜低于 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$),启动快速蒸馏器,用原 100 mL 容量瓶接收馏出液。蒸馏结束后,将该容量瓶放到恒温水浴中 30min 待馏出液恢复至 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$,用水定容,摇匀。

A.1.4.3 样品测定

将定容后的馏出液注入全自动天平密度仪(或其他同等功能仪器)中,仪器测定该溶液的温度和密度,自动换算出 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时样品的酒精度,记录测定值。

A.1.5 结果表示

$20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时样品的酒精度,以体积分数“% vol”表示,结果保留至小数点后一位。

A.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超过 0.5% vol。

A.2 仪器法二

A.2.1 原理

直接把白酒试样导入数字密度计(配近红外烈酒分析模块),进入 U-型振荡管密度计中,测定其密度;进入近红外酒精测量池,测定试样的酒精度。

A.2.2 试剂

A.2.2.1 乙醇:色谱纯。

A.2.2.2 乙醇溶液(40% vol):准确量取 400.0 mL,加入 600.0 mL 水,混匀。

A.2.3 仪器

A.2.3.1 数字密度计(配近红外烈酒分析模块)。

A.2.3.2 过压或常压进样装置。

A.2.4 试验步骤

按仪器的使用说明,依次用空气和水对密度计进行检查(必要时进行校正),然后再依次使用水(零点)和乙醇溶液(40% vol)对仪器进行校正。将试样导入数字密度计(配近红外烈酒分析模块)进行测定,系统能自动显示并保存酒精度。

A.2.5 结果表示

样品的酒精度,以体积分数“% vol”表示,结果保留至小数点后一位。

A.2.6 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超过 0.5% vol。
