

《老白干香型发酵酒醅常规指标快速测定 近红外光谱分析法》编制说明

一、工作简况

任务来源：河北省食品工业协会

起草单位：中国食品发酵工业研究院有限公司

二、主要工作过程：

1、2020年4月30日，河北省食品工业协会批准该项团体标准立项计划（冀食协[2020]14号文件），计划编号：T/HBFIA-JH202003。

2、成立了由河北衡水老白干酒业股份有限公司组织，由中国食品发酵工业研究院有限公司协助的标准起草组，起草组成员有：

序号	姓名	单位	职务	职称	主要工作内容
1	李泽霞	河北衡水老白干酒业股份有限公司	部门主任	正高级工程师	技术研究及指导
2	张福艳	河北衡水老白干酒业股份有限公司	副主任	高级工程师	技术研究及指导
3	李宗朋	中国食品发酵工业研究院有限公司	科室副主任	工程师	定标模型的建立及优化
4	胡铁功	河北衡水老白干酒业股份有限公司	科员	高级工程师	样品光谱采集及模型验证
5	周慧	河北衡水老白干酒业股份有限公司	科员	助理工程师	样品理化检测及数据收集
6	杨丽晔	河北衡水老白干酒业股份有限公司	科员	助理工程师	样品理化检测及数据收集
7	杜惠丽	河北衡水老白干酒业股份有限公司	化验管理员	高级工程师	样品理化检测
8	于帅华	河北衡水老白干酒业股份有限公司	化验员	助理工程师	样品理化检测

3、起草组通过两年的研究完成标准制定工作。课题依据标准制定程序和要求，查阅了国内外相关资料，本着标准应符合行业现状、实用性强的原则，对标准的适用性进行了研讨，按标准化工作导则编

写标准和编制说明。

二、 标准编制原则

本标准的制定是根据 GB/T 20825-2007、GB/T 24895-2010、GB/T 25219、GB/T 29858-2013 等有关标准和资料为基础，同时结合河北衡水老白干酒业股份有限公司多年固态白酒发酵酒醅理化指标检测的成熟经验，利用具有代表性的酒醅样品构成样品组，在设定的建模条件下对于样品组中各类样品分别获得其近红外波段光谱信息，并利用标准化学测定方法获得其理化指标化学测定值。将近红外波段光谱信息和理化指标化学测定值一一对应，利用化学计量学软件建立所需理化指标的定标模型，提供一种近红外快速检测老白干发酵酒醅理化指标的测定方法，利用近红外光谱实现老白干发酵酒醅常规理化指标的快速检测。

三、 标准主要内容的确定

3.1 确定标准主要内容的论据

酒醅传统理化检测方法：水分、酸度、淀粉、还原糖、酒精度均按照河北衡水老白干酒业股份有限公司固态白酒发酵半成品试验方法（Q/HJ·J05·001—2016）。

近红外光谱分析方法：样品放入近红外光谱仪样品皿中，应确保不漏光，照射面平整无缝隙，不析出液体。仪器预热完成并通过 SST 测试的状态下，进行样品扫描。

酒醅检测模型的建立：特征谱图进行预处理、提取特征信息、确定关键波长、比较算法，然后建立相应的定量检测模型。

酒醅检测模型的验证：将近红外光谱模型扫描结果与传统理化检测结果进行对比验证模型的准确性。

(1) 标准差法：标准差是一种度量数据分布的分散程度标准，用以衡量数据值偏离算数平均值的程度。标准差越小，这些值偏离平均值就越少，反之亦然。

标准差计算公式如下：

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (X_i - \mu)^2}$$

μ 代表总体 X 的均值

(2) 相对偏差统计法：因为近红外模型是以理化检测数据为基础建立，所以其检测偏差应与理化检测相当。

$$\text{近红外光谱检测相对偏差} = \frac{|X - Y|}{X} \times 100\%$$

注：X—理化检测值；

Y—近红外光谱检测值。

$$\text{理化检测相对偏差} = \frac{X_{\max} - X_{\min}}{\bar{X}} \times 100\%$$

注： X_{\max} —理化检测最大值；

X_{\min} —理化检测最小值；

\bar{X} —理化检测平均值。

3.2 主要实验（或验证）的分析、综述报告

3.2.1 老白干固态发酵酒醅样品的取样及采集

(1) 利用取样器进行酒醅取样，每个样品在化验室室温放置 20 分钟，记录室温。酒醅样品搅拌均匀，均分为 3 份作为平行，每份同时进行近红外光谱扫描和理化数据检测。

(2) 酒醅取样分为老五甑和三排净两种工艺，其中老五甑工艺

分大茬和糠活出池，三排净工艺分大茬、二茬和糠活出池。不同工艺酒醅取样：入池、出池、过程。

3.2.2 老白干固态发酵酒醅模型的建立及验证

(1) 老白干固态发酵酒醅模型将检测指标分类：

指标	样品范围
水分(%)	三排净大茬入池
	其余样品
酸度(mmol/10g)	三排净大茬入池
	其余样品
淀粉(%)	三排净大茬入池
	其余样品
还原糖(%)	三排净大茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程
	三排净大茬出池、三排净二茬入池
酒精度(%VOL)	三排净糠活出池、老五甑糠活出池
	三排净大茬入池、三排净大茬出池、三排净二茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程

备注：其余样品包括三排净大茬出池、三排净二茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净糠活出池、老五甑糠活出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程。

(2) 定标模型准确性验证

定标模型的准确性采用验证样品（未参与建模的独立样品）近红外测定值和理化标准值之间的标准差（SEP）说明。

发酵酒醅检测定标模型准确性统计表

指标	样品范围	检测范围	模型标准差（SEP）
水分(%)	三排净大茬入池	45-52	0.74
	其余样品	45-70	0.93
酸度(mmol/10g)	三排净大茬入池	0.1-0.4	0.02
	其余样品	0.2-4.0	0.18

淀粉(%)	三排净大茬入池	30.0-36.0	1.71
	其余样品	7.0-36.0	1.21
还原糖(%)	三排净大茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程	0.5-9.0	0.67
	三排净大茬出池、二茬入池(SDC/SER)	1.0-8.0	0.63
酒精度(%VOL)	三排净糠活出池、老五甑糠活出池	1.5-5.0	0.42
	三排净大茬入池、三排净大茬出池、三排净二茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程	0-9.0	0.51

备注：其余样品包括三排净大茬出池、三排净二茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净糠活出池、老五甑糠活出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程。

从表中可以看出，模型 SEP 均满足建模准确性要求，说明模型准确性较高。

同时对同一样品进行理化和近红外模型检测，统计其相对偏差。

发酵酒醅理化和近红外检测模型验证汇总表

项目	类别	测量范围	相对偏差	所占比例
水分 (三排净大茬入池)	近红外	45-52	<5%	98.5%
	理化		<5%	93.5%
水分 (其余)	近红外	45-70	<5%	96.0%
	理化		<5%	93.8%
酸度 (三排净大茬入池)	近红外	0.1-0.4	<15%	87.7%
	理化		<15%	52.6%
酸度 (其余)	近红外	1.7-3.7	<15%	92.2%
	理化		<15%	82.5%
淀粉 (三排净大茬入池)	近红外	30-36	<10%	100.0%
	理化		<10%	79.2%
淀粉 (其余)	近红外	7-36	<15%	95.9%
	理化		<15%	87.9%
还原糖 (三排净大茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程)	近红外	0.5-9.0	<20%	85.4%
	理化		<20%	58.8%
还原糖 (三排净大茬出池、三排净二茬入池)	近红外	1.0-8.0	<20%	87.3
	理化		<20%	50.3

酒精度 (三排净糠活出池、老五甑糠活出池)	近红外	1.5-5.0	<20	85.0
	理化		<20	54.9
酒精度 (三排净大茬入池、三排净大茬出池、三排净二茬入池、三排净二茬出池、老五甑入池、老五甑出池、三排净大茬过程、三排净二茬过程、老五甑过程)	近红外	0-9	<20	96.5%
	理化		<20	81.9

从以上统计表可以看出，近红外检测模型的准确性较高，且指标检测的准确性明显高于理化检测，满足酒醅检测要求。

(3) 定标模型重复性验证

在同一实验室，由同一操作者操作同一设备，对同一样品进行测定，获得的六次测定结果的标准差应不大于相应准确性(SEP)要求的1/2。

同时对同一样品进行理化检测，获得的六次测定结果的标准差与模型检测标准差进行对比。

理化检测与近红外光谱检测的标准差统计如下：

理化与近红外光谱检测标准差统计表

指标	项目	标准偏差
水分	近红外	0.2343
	理化	0.7650
酸度	近红外	0.0463
	理化	0.1313
淀粉	近红外	0.2703
	理化	1.0122
还原糖	近红外	0.1007
	理化	0.4657
酒精度	近红外	0.0570
	理化	0.6150

注：统计样品量为 150

从酒醅理化和近红外光谱检测的标准差统计可以看出，近红外光谱检测的标准差均满足 $\leq 1/2$ SEP 的要求，且明显小于理化检测，说

明近红外光谱检测的重复性符合建模要求，且明显好于理化检测。理化检测由于仪器设备、操作手法及其它误差等原因导致样品的标准差较大。

3.3 技术经济论证、预期的经济效果

标准通过老白干固态发酵酒醅理化数据的大量采集，同时进行近红外光谱的扫描，建立了近红外酒醅检测模型。经验证，该模型准确度能满足酒醅检测要求，且模型的重复性明显优于常规检测。

本标准的贯彻实施经济效益是显著的。本标准通过对老白干固态发酵酒醅模型的建立，可大幅度提高检测效率，降低检测成本，提高检测及时性，与传统理化分析相比降低了对操作人员的技术要求，在检测过程中实现了快速、无污染、绿色的质量控制检测，对基酒质量稳定和提高提供技术支持。

通过建立近红外酒醅检测模型验证方法和近红外光谱仪操作规程，为该检测技术的推广使用奠定了基础。本标准的制定对规范老白干香型白酒过程质量管理、稳定提高产品质量等方面均将产生良好的社会效益和经济效益。

3.4 解决的主要问题

标准建立了应用近红外光谱技术快速检测老白干固态发酵酒醅水分、酸度、淀粉、还原糖、酒精度方法。检测效率由每天 8 个样品增加到 100 个样品以上，降低了检测成本，提高了检测及时性，为酒醅样品的在线监测提供技术基础。

四、 与国际、国内同类标准水平的对比情况

2015 年安徽省质量技术监督局发布的 DB34/T 2561—2015 固态发酵酒醅常规指标的快速测定 近红外法为地方性标准，其中固态发酵酒醅为浓香型酒醅，检测指标仅有水分、酸度和淀粉。2018 年中国酒业协会发布的 T/CBJ004-2018 固态发酵酒醅通用分析方法为团体标准，其中检测指标为水分、酸度、淀粉、糖分、酒精度和总酯，并对不同检测指标的准确性进行了规定。

本标准与以上两个标准相比，更具有针对性、实施性、参考性、科学性，本标准针对老白干发酵工艺较为复杂的特点，经过多年实验，探索优化了按照不同工艺和发酵阶段对酒醅进行了分类的近红外应用方法，符合近红外模型开发的科学原理，检测结果准确性、稳定性更高，而以上两个的标准的方法并不适用于本标准所涉及的老白干香型的发酵酒醅。

五、 与国内相关标准的关系

本标准使用了与 DB34/T 2561—2015 固态发酵酒醅常规指标的快速测定 近红外法和 T/CBJ004-2018 固态发酵酒醅通用分析方法相同的近红外光谱分析方法。近红外模型开发流程有相似之处；对固态发酵酒醅按照不同工艺和发酵阶段进行分类其余两个标准中没有出现。

六、 重大意见分歧的处理经过和依据

无

七、 其他应予说明的事项

无