

=ICS 67.160.10  
X 61



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 10345—201X  
代替 GB/T10345—2007

## 白酒分析方法

Method of analysis for baijiu

(征求意见稿)

201X - XX - XX 发布

201X - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 录

目 录.....	I
前 言.....	II
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 总酸 .....	3
7 总酯 .....	4
8 酸酯总量.....	6
9 固形物.....	7
10 乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 $\beta$ -苯乙醇 .....	7
11 乙酸 .....	9
12 己酸 .....	10
13 丙酸乙酯.....	14
14 二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯 .....	15
附 录 A（资料性附录） 白酒中酒精度的测定 仪器法 .....	17

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准代替GB/T 10345—2007《白酒分析方法》。本标准与GB/T 10345—2007相比主要技术变化如下：

- 增加了酸酯总量的测定方法；
- 增加了乙酸、己酸的测定方法；
- 修改了乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 $\beta$ -苯乙醇的测定方法；
- 修改了丙酸乙酯、二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯的测定方法；
- 附录中增加了酒精度的测定方法 仪器法。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国白酒标准化技术委员会（SAC/TC358）归口。

本标准起草单位：。

本标准主要起草人：。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 10345—1994，GB/T 10345—2007。

# 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，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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所有制剂及制品的制备
- GB 5009.225—2016 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

## 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。
- 3.3 本标准中所用的水，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.）。
- 3.4 本标准中的“溶液”，除另有说明外，均指水溶液。
- 3.5 同一检测项目，有两个或两个以上分析方法时，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，有效数字应与技术要求相一致。
- 4.2 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。
- 4.3 恒重系指样品经干燥，前后两次称量值之差在 2mg 以下。

## 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，对白酒样品的色泽和外观、香气、口味、口感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 16 °C-26 °C，湿度 40 %-70 % 为宜。室内空气流动清新，不应有任何气味。

## 5.3 评酒要求

5.3.1 品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。

单位为毫米

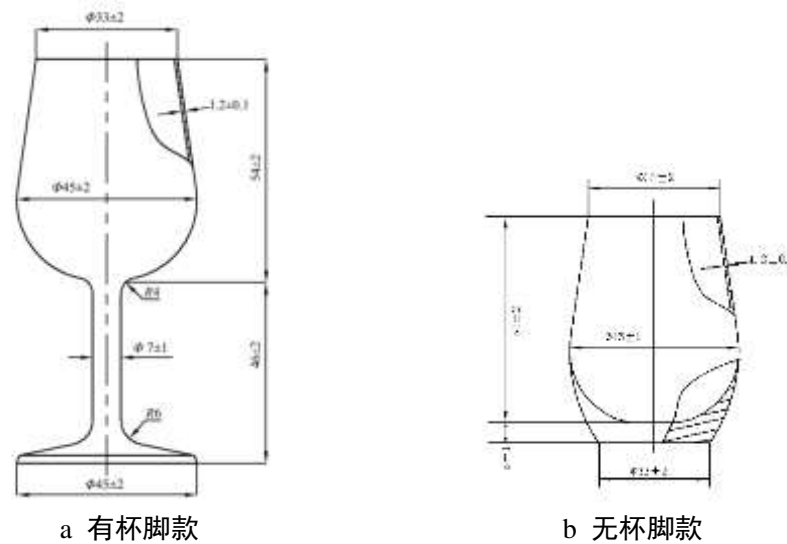


图1 白酒品酒杯

## 5.4 品评

### 5.4.1 样品的准备

将样品放置于 20 °C-25 °C 环境下或（20 °C-25 °C 水浴中保温）平衡温度后，采取密码标记后进行感官品评，品评前将样品注入洁净、干燥的品酒杯中，量为 15mL~20mL。

### 5.4.2 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。

### 5.4.3 香气

5.4.3.1 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，嗅闻时只能对酒吸气，不要呼气。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。

5.4.3.2 特殊情况下，将酒液倒空，放置一段时间后嗅闻空杯留香。

#### 5.4.4 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，记下口味特征。

#### 5.4.5 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）。

### 6 总酸

#### 6.1 指示剂法

##### 6.1.1 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。

##### 6.1.2 试剂和溶液

6.1.2.1 酚酞指示剂（10g/L）：按 GB/T 603 配制。

6.1.2.2 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。

##### 6.1.3 分析步骤

吸取样品 50.0mL 于 250mL 锥形瓶中，加入酚酞指示剂（6.1.2.1）2 滴；以氢氧化钠标准滴定溶液（6.1.2.2）滴定至微红色 30s 不褪色，即为其终点。

##### 6.1.4 结果计算

样品中的总酸含量按式（1）计算

$$X = \frac{c \times V \times 60}{50.0} \dots\dots\dots(1)$$

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

##### 6.1.5 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%。

#### 6.2 电位滴定法

##### 6.2.1 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，当滴定接近等当点时，利用 pH 变化指示终点。

### 6.2.2 试剂和溶液

同 6.1.2。

### 6.2.3 仪器

电位滴定仪（或酸度计）：精度为 2mV。

### 6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 按使用说明书安装调试仪器，根据液温进行校正定位。

6.2.4.2 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（6.1.2.2），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。

### 6.2.5 结果计算

同 6.1.4。

### 6.2.6 精密度

同 6.1.5。

## 7 总酯

### 7.1 指示剂法

#### 7.1.1 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。

#### 7.1.2 仪器

7.1.2.1 全玻璃蒸馏器：500mL。

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

7.1.2.3 碱式滴定管：25mL 或 50mL。

7.1.2.4 酸式滴定管：25mL 或 50mL。

#### 7.1.3 试剂和溶液

7.1.3.1 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。

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

7.1.3.3 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。

7.1.3.4 乙醇（无酯）溶液[40%（体积分数）]：量取 95%乙醇 600mL 于 1 000mL 回流瓶（7.1.2.2）中，加氢氧化钠标准溶液（7.1.3.2）5mL，加热回流皂化 1h。然后移入蒸馏器中重蒸，再配成乙醇溶液（40%，体积分数）。

7.1.3.5 酚酞指示剂（10g/L）：按 GB/T 603 配制。

#### 7.1.4 分析步骤

吸取样品 50.0mL 于 250mL 回流瓶中，加 2 滴酚酞指示剂（7.1.3.5），以氢氧化钠标准滴定溶液（7.1.3.1）滴定至微红色 30s 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）。再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液（7.1.3.1）25.00mL（若样品总酯含量高时，可加入 50.00mL），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 30min，取下，冷却。然后，用硫酸标准滴定溶液（7.1.3.3）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（7.1.3.4）50mL，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。

#### 7.1.5 结果计算

样品中的总酯含量按式（2）计算

$$\dots \dots X_1 = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times 88}{50.0} \dots \dots (2)$$

式中：

$X_1$ ——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。

#### 7.1.6 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%。

### 7.2 电位滴定法

#### 7.2.1 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。

#### 7.2.2 仪器

7.2.2.1 同 7.1.2.1。

7.2.2.2 同 7.1.2.2。

7.2.2.3 同 7.1.2.3。

7.2.2.4 同 7.1.2.4。

7.2.2.5 电位滴定仪（或酸度计）：精度为 2mV。

#### 7.2.3 试剂和溶液

同 7.1.3。

#### 7.2.4 分析步骤

7.2.4.1 按使用说明书安装调试仪器，根据液温进行校正定位。



7.2.4.2 吸取样品 50.0mL 于 250mL 回流瓶中，加 2 滴酚酞指示剂（7.1.3.5），以氢氧化钠标准滴定溶液（7.1.3.1）滴定至微红色 30s 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）。再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液（7.1.3.1）25.00mL（若样品总酯含量高时，可加入 50.00mL），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 30min，取下，冷却。将样液移入 100mL 小烧杯中，用 10mL 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（7.1.3.3），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（7.1.3.4）50.00mL，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。

### 7.2.5 结果计算

同 7.1.5。

### 7.2.6 精密度

同 7.1.6。

## 8 酸酯总量

### 8.1 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。

### 8.2 分析步骤

8.2.1 以碱中和试样中的游离酸，试剂和溶液、仪器、分析步骤同 6.1.2、6.1.3 或 6.2.2 至 6.2.4，记录消耗的氢氧化钠体积  $V_1$ 。

8.2.2 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  $V_2$ 。

### 8.3 结果计算

样品中的酸酯总量按式（3）计算

$$X = \frac{[C_1 \times V_1 + C_2 \times (V_0 - V_2)] \times 1000}{50.0} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X_2$ ——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。

## 8.4 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%。

## 9 固形物

### 9.1 原理

白酒经蒸发、烘干后，不挥发性物质残留于皿中，用称量法测定。

### 9.2 仪器

9.2.1 电热干燥箱：控温精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

9.2.2 分析天平：感量 0.1mg。

9.2.3 瓷蒸发皿：100mL。

9.2.4 干燥器：用变色硅胶作干燥剂。

### 9.3 分析步骤

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

### 9.4 结果计算

样品中的固形物含量按式（4）计算

$$X = \frac{m - m_1}{50.0} \times 1000 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$X_3$ ——样品中固形物的质量浓度，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）。

所得结果应表示至两位小数。

## 9.5 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%。

## 10 乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 $\beta$ -苯乙醇

### 10.1 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。

### 10.2 试剂和材料

10.2.1 乙醇：色谱纯。

10.2.2 乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 $\beta$ -苯乙醇等标准物质纯度 $\geq 99\%$ 。

10.2.3 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸等内标标准物质纯度 $\geq 99\%$ 。

10.2.4 乙醇溶液(40%，体积分数)：量取40 mL乙醇(10.2.1)，用水定容至100 mL，混匀。

10.2.5 醇类混合储备液(正丙醇为10000 mg/L， $\beta$ -苯乙醇为500 mg/L)：分别准确称取1.0 g(精确至1 mg)正丙醇、0.05 g  $\beta$ -苯乙醇(精确至1 mg)至100 mL容量瓶中，用乙醇溶液(40%，体积分数)(10.2.4)定容，混匀。置0 °C~4 °C低温冰箱密封保存。

10.2.6 酯类混合储备液(乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯均为25000 mg/L，丁酸乙酯为2500 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)的丁酸乙酯至100 mL容量瓶中，用乙醇溶液(40%，体积分数)(10.2.4)定容，混匀。置0 °C~4 °C低温冰箱密封保存。

10.2.7 叔戊醇、乙酸正戊酯和2-乙基丁酸内标混合储备液(2%，体积分数)：分别吸取2.0 mL叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸至100 mL容量瓶中，用乙醇溶液(40%，体积分数)(10.2.4)定容，混匀。置0 °C~4 °C低温冰箱密封保存。

10.2.8 酯类、醇类系列混合标准工作液：分别吸取0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、1.0 mL醇类、酯类的标准储备液于4个10 mL容量瓶中，用乙醇溶液(40%，体积分数)(10.2.4)定容混匀，依次配制成乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯为500 mg/L、1000 mg/L、1500 mg/L、2500 mg/L；丁酸乙酯为50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、250 mg/L；正丙醇为200 mg/L、400 mg/L、600 mg/L、1000 mg/L； $\beta$ -苯乙醇为10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、50 mg/L的系列标准曲线，现配现用。

### 10.3 仪器和设备

10.3.1 气相色谱仪，配氢火焰离子化检测器(FID)。

10.3.2 分析天平：感量为0.1 mg和感量为0.01 mg。

10.3.3 移液器：0.1 mL~1.0 mL。

### 10.4 分析步骤

#### 10.4.1 色谱参考条件

气相色谱柱：聚乙二醇极性毛细管柱(60 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m)或(50 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.20  $\mu$ m)等效色谱柱。

——升温程序：初温35 °C，保持1 min，以3.5 °C/min升到180 °C，再以15 °C/min升到210 °C，保持6 min；

——检测器温度：250 °C；

——进样口温度：250 °C；

——恒流模式：1.0 mL/min；

——进样量：1.0  $\mu$ L；

——分流比：40:1。

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。

#### 10.4.2 绘制标准曲线

准确移取10 mL酯类、醇类和酸类系列混合标准工作液(10.2.8)，分别加入0.1 mL叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸三内标混合储备液(10.2.7)，充分摇匀，按照参考色谱条件进样测定，以各酯类、醇类组分标准品色谱峰的保留时间为依据进行定性，以各酯类、醇类的浓度为横坐标，各酯类、醇类组分的峰面积与对应的内标峰面积之比为纵坐标，其中丙醇、 $\beta$ -苯乙醇以叔戊醇为内标；乙酸乙酯、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。

### 10.4.3 样品测定

准确吸取10mL样品至10mL容量瓶中，加入0.1mL叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸三内标混合储备液（10.2.7），充分摇匀，按照色谱参考条件（10.4.1）测定待测液中各挥发性组分峰面积与对应的内标峰面积之比，由标准工作曲线得到待测液中各组分( $c_i$ )的浓度。

### 10.5 结果计算

样品中各挥发性组分的含量按式（5）计算：

$$X_4 = \frac{c_i}{1000} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$X_4$ —样品中各酯类、醇类组分的含量，单位为克每升（g/L）；

$c_i$ —从标准曲线得到待测液中各酯类、醇类组分的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

结果保留至小数后三位。

### 10.6 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%。

## 11 乙酸

### 11.1 原理

样品被气化，经色谱柱分离后，根据被测定组分在气液两相中具有不同的分配系数，分离后的组分先后流出色谱柱，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

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

#### 11.2.1 乙醇。

#### 11.2.2 乙酸：纯度≥99%。

#### 11.2.3 2-乙基丁酸：纯度≥99%。

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

#### 11.2.5 乙酸标准储备液（20.0 g/L）：称取 2.0g（精确至 1mg）乙酸至 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（50%，体积分数）（11.2.4）定容，混匀。0℃~4℃低温冰箱密封保存。

#### 11.2.6 2-乙基丁酸内标溶液（2%，体积分数）：吸取 1.0mL 的 2-乙基丁酸至 50 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（50%，体积分数）（11.2.4）定容，混匀。0℃~4℃低温冰箱密封保存。

#### 11.2.7 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 乙酸标准储备液（11.2.5）于 10 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（50%，体积分数）（11.2.4）定容，摇匀，配置成 0.4 g/L，0.8 g/L，1.2 g/L，1.6 g/L，2.0g/L 的乙酸系列标准工作溶液。

### 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。

#### 11.3.2 分析天平：感量为 0.1 mg。

#### 11.3.3 移液器：0.1mL~1.0mL。

## 11.4 分析步骤

### 11.4.1 样品测定

准确吸取样品 10.0 mL 于 10.0 mL 容量瓶中，加入 0.1 mL 2-乙基丁酸内标溶液（11.2.6），混匀，用于气相色谱测定。

### 11.4.2 参考色谱条件

同10.4.1。

### 11.4.3 绘制标准曲线

在配制好的乙酸系列标准工作溶液（11.2.7）中分别加入0.1 mL 2-乙基丁酸内标溶液，充分摇匀，按照参考色谱条件测定，以乙酸系列标准工作溶液浓度为横坐标，乙酸与2-乙基丁酸内标峰面积之比为纵坐标绘制标准曲线。

### 11.4.4 样品测定

准确吸取10mL样品至10mL容量瓶中，加入0.1mL 2-乙基丁酸内标溶液，充分摇匀，按照参考色谱条件测定，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，由标准曲线查得待测液中乙酸的含量。

## 11.5 结果计算

样品中乙酸的含量按式（6）计算：

$$\dots X_5 = c \dots \dots \dots (6)$$

式中：

$X_5$ ——样品中乙酸的含量，单位为克每升（g/L）；

$c$ ——从标准曲线查得待测液中乙酸的含量，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。

## 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10%。

## 12 己酸

### 12.1 气相色谱法（第一法）

#### 12.1.1 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。

#### 12.1.2 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。

##### 12.1.2.1 无水乙醇。

##### 12.1.2.2 己酸：纯度≥99.5%。

12.1.2.3 2-乙基丁酸：纯度≥99%。

12.1.2.4 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。

12.1.2.5 己酸储备液（5.0 g/L）：称取 0.5 g（称准至 0.1 mg）己酸于 100 mL 容量瓶，用乙醇溶液（50%，体积分数）（12.1.2.4）定容，摇匀。

12.1.2.6 己酸系列标准工作溶液：分别准确吸取 0.5mL，1.0mL，1.5mL，2.0mL 己酸储备液（12.1.2.5）于 10 mL 容量瓶中，用 50%乙醇溶液（12.1.2.4）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。

12.1.2.7 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（12.1.2.4）定容，混匀。

### 12.1.3 仪器和设备

12.1.3.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器。

12.1.3.2 分析天平：感量 0.1 mg。

12.1.3.3 聚乙二醇极性气相色谱柱（60 m×0.25 mm×0.25μm）或（50 m×0.25 mm×0.25μm）或等效色谱柱。

### 12.1.4 分析步骤

#### 12.1.4.1 参考色谱条件

同10.4.1。

#### 12.1.4.2 绘制标准曲线

在配制好的己酸系列标准工作溶液（12.1.2.6）中分别加入0.1 mL 2-乙基丁酸内标溶液（12.1.2.7），充分摇匀，按照参考色谱条件(12.1.4.1)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。

#### 12.1.4.3 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（12.1.3.7），充分摇匀，按照参考色谱条件(12.1.4.1)测定，测定样品中己酸与2-乙基丁酸内标的峰面积比值。

### 12.1.5 结果计算

样品中己酸的含量按式（7）计算：

$$X_5 = c \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$X_5$ ——样品中己酸的含量，单位为克每升（g/L）；

$c$ ——从标准曲线查得待测液中己酸的含量，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。

### 12.1.6 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%。

## 12.2 离子色谱法（第二法）

### 12.2.1 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。

### 12.2.2 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。

12.2.2.1 无水乙醇：色谱纯。

12.2.2.2 碳酸钠。

12.2.2.3 碳酸氢钠。

12.2.2.4 氢氧化钠。

12.2.2.5 己酸：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

12.2.2.6 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。

12.2.2.7 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（12.2.2.6）和 0.168 g 碳酸氢钠，用适量水溶解，定容至 1000 mL，混匀。

12.2.2.8 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。

12.2.2.9 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。

12.2.2.10 己酸标准储备液（1000 mg/L）：称取 0.1g（称准至 0.1 mg）己酸于 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（50%，体积分数）（12.2.2.9）溶解并定容，混匀。

12.2.2.11 己酸系列标准工作溶液：分别移取适量的己酸标准储备液（12.2.2.10），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。

### 12.2.3 仪器和设备

12.2.3.1 离子色谱仪：配电导检测器和梯度淋洗系统。

12.2.3.2 分析天平：感量 0.1 mg。

### 12.2.4 分析步骤

#### 12.2.4.1 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。

#### 12.2.4.2 参考色谱条件

##### 12.2.4.2.1 碳酸根/碳酸氢根淋洗体系

——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 $\times$ 250mm（带相同类型保护柱 4.0mm $\times$ 5 mm），或性能相当的离子色谱柱；

——淋洗液：A:碳酸钠溶液（12.2.2.6），B: 碳酸钠和碳酸氢钠混合溶液（12.2.2.7）；

——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  $\mu$ 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

## 12.2.4.2.2 氢氧根淋洗体系

——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，4.0mm×250mm（带相同类型保护柱 4.0mm×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 °C；

——进样体积：20 μL；

——检测器：电导检测器；

——检测池温度：35°C；

——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

## 12.2.4.3 标准曲线绘制

取己酸系列标准工作溶液（12.2.2.11），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。

## 12.2.4.4 样品测定

将制备的样品（12.2.4.1）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。

## 12.2.4.5 结果计算

样品中己酸的含量按式（8）进行计算：

$$\dots X_7 = \frac{C}{1000} \times n \dots \dots \dots (8)$$

式中：

$X_6$ ——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。

### 12.2.5 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%。

## 13 丙酸乙酯

### 13.1 原理

同 10.1。

### 13.2 试剂和材料

13.2.1 乙醇：色谱纯。

13.2.2 丙酸乙酯、叔戊醇（内标）的标准物质：纯度 $\geq 99\%$ 。

13.2.3 乙醇溶液（40%，体积分数）：同 10.2.4。

13.2.4 叔戊醇储备液（2%，体积分数）：分别吸取 2.0mL 叔戊醇至 100 mL 容量瓶中，用（40%，体积分数）（10.2.4）定容，混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

13.2.5 丙酸乙酯储备液（1000 mg/L）：准确称取 0.1g（精确至 1mg）丙酸乙酯至 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（10.2.4）定容，混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

13.2.6 丙酸乙酯中间液（100 mg/L）：吸取 10.0mL 丙酸乙酯储备液（11.2.5）至 100 mL 容量瓶中，用（40%，体积分数）（10.2.4）定容，混匀。置 0℃~4℃低温冰箱密封保存。

13.2.7 丙酸乙酯标准工作液：分别吸取 0.1mL、0.2mL、0.4mL、0.6mL 丙酸乙酯中间液（100 mg/L）储备液于 10 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（10.2.4）定容混匀，逐级稀释，依次配制成 10 mg/L、20mg/L、40mg/L、60mg/L 系列标准曲线，现配现用。

### 13.3 仪器和设备

同 10.3。

### 13.4 分析步骤

#### 13.4.1 参考色谱条件

——毛细管气相色谱柱：中极性固定相 6% 氰丙基苯、94% 二甲基硅氧烷（30 m $\times$ 0.53 mm $\times$ 0.3 $\mu$ m）等效色谱柱；

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

——检测器温度：230℃；

——进样口温度：230℃；

——载气流速：2.0 mL/min；

——进样量：1.0  $\mu$ L；

——分流比：20：1。

13.4.2 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。

#### 13.4.3 绘制标准曲线

同 10.4.2。

#### 13.4.4 样品测定

同10.4.3。

#### 13.5 结果计算

同10.5。

#### 13.6 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10%。

### 14 二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯

#### 14.1 原理

同 10.1。

#### 14.2 试剂和材料

14.2.1 乙醇：色谱纯。

14.2.2 二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯、十四醇（内标）标准物质：纯度 $\geq 99\%$ 。

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

14.2.4 二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯混合储备液（200mg/L）：分别称取 0.02 g（精确至 0.01mg）的二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯组分至 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（14.2.1）定容至 100 mL，混匀。0℃~4℃低温冰箱密封保存。

14.2.5 十四醇内标储备液（1000mg/L）：称取 0.1g（精确至 0.01mg）的十四醇至 100mL 容量瓶中，用乙醇（14.2.1）定容，混匀。0℃~4℃低温冰箱密封保存。

14.2.6 二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯中间液（200mg/L）：二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯中间液（20mg/L）：吸取 1mL 的二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯混合储备液（200mg/L）（14.2.4），于 10mL 容量瓶中，用乙醇溶液（30%，体积分数）（14.2.3）定容，混匀，0℃~4℃低温冰箱密封保存。

14.2.7 二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯系列混合标准工作液：分别吸取 0.2mL、0.4mL、0.6mL、1.0mL 的二酸二乙酯混标中间液（12.2.6），于 4 个 10mL 容量瓶中，用乙醇溶液（30%，体积分数）（14.2.3）定容混匀，逐级稀释，依次配制成 0.40mg/L、0.80 mg/L、1.2mg/L、2.0mg/L、5.0mg/L 系列标准曲线，现配现用。

#### 14.3 仪器和设备

同10.3。

#### 14.4 分析步骤

##### 14.4.1 色谱参考条件（一）

同10.4.1

##### 14.4.2 色谱参考条件（二）

——色谱柱：聚乙二醇气相色谱柱（30 m×0.32 mm×0.25 $\mu$ m）或等效色谱柱；

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

——检测器温度：250℃；

- 进样口温度：250℃；
- 恒压模式-色谱柱压力：12psi；
- 进样量：1.0 μL；
- 分流比：20:1。

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。

#### 14.4.3 绘制标准曲线

同10.4.2。

#### 14.4.4 样品测定

同10.4.3。

### 14.5 结果计算

14.5.1 样品中二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯的含量按式（9）计算：

$$X_9 = c_i \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$X_9$ ——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）；

$c_i$ 从标准曲线得到待测液中二元酸（庚二酸、辛二酸、壬二酸）二乙酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

14.5.2 样品中二元酸二乙酯总量按式（10）计算：

$$X_{Total} = \sum X_i \dots\dots\dots (10)$$

式中：

$X_{Total}$ ——样品中二元酸二乙酯总量,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）；

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。

#### 14.6 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10%。

### 15 其他

可按照附录A规定的方法测定样品中的酒精度。

附 录 A  
(资料性附录)  
白酒中酒精度的测定 仪器法

## A.1 仪器法一

### A.2.1 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.2.2 试剂

A.1.2.1 消泡剂。

A.1.2.2 蒸馏缓冲液：蒸馏仪器专用。

A.1.2.3 乙醇标准溶液（40 % vol）：购买有证书的国家标准物质。

### A.2.3 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 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### A.2.4 分析步骤

#### A.1.4.1 仪器校正

使用前用乙醇标准溶液按仪器说明书对全自动天平密度仪进行校正。

#### A.1.4.2 样品蒸馏

——用 100 mL 容量瓶量取试样 100 mL（液温 20 $^{\circ}\text{C}$ ），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 蒸馏缓冲液和 2-3 滴消泡剂；

——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 $^{\circ}\text{C}$ ），启动快速蒸馏器，用原 100 mL 容量瓶接收馏出液。蒸馏结束后，待馏出液恢复至 20 $^{\circ}\text{C}$ ，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中，仪器测定该溶液的温度和密度，自动换算出 20 $^{\circ}\text{C}$ 时样品的酒精度，记录测定值。

### A.2.5 结果表示

20 $^{\circ}\text{C}$ 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.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得超过 0.5%vol。

## A.2 仪器法二

### A.2.1 原理

直接把静置过的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 仪器

A. 2. 2. 1 数字密度计（配近红外烈酒分析模块）。

A. 2. 2. 2 过压或常压进样装置。

## A. 2. 3 分析步骤

### A. 2. 3. 1 试样制备

刚摇晃过的白酒需静置，一般试样可直接测量。

### A. 2. 3. 2 样品测定

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 40-45%的酒精/水溶液（高点）对酒精分析模块进行校正。将试样导入数字密度计（配近红外烈酒分析模块）进行测定，系统会自动显示并保存酒精度。

## A. 2. 4 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. 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得超过 0.5%vol。

---