

仁怀产区大曲酱香酒

技术标准体系

仁怀酱香白酒研究所
贵州省产品质量监督检验院仁怀分院 编

中国质量标准出版传媒有限公司
中国标准出版社

北京

图书在版编目(CIP)数据

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系/仁怀酱香白酒
科研所,贵州省产品质量监督检验院仁怀分院编. —北
京:中国标准出版社,2020.9

ISBN 978-7-5066-9717-0

I. ①仁… II. ①仁…②贵… III. ①大曲酒—酱
香型白酒—酿酒—标准体系—仁怀 IV. ①TS262.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2020)第 113622 号

中国质量标准出版传媒有限公司 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 11 字数 322 千字

2020 年 9 月第一版 2020 年 9 月第一次印刷

*

定价 65.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

编委会

顾问：黄兴文 汪能科 徐 岩
主任：喻阳洪 邓 帆 陈晋朝 郭 礼
主编：季克良 吕云怀 吕玉华 田志强 陈仁远 王 迁
编委：彭 茵 曹大明 徐 强 曾佐益 丁 勇 戴庆中
郭坤亮 李 武 张春林 周祈飞 何秀明 袁图强
陈 刚 唐平华 何 菲 先 春 玉光惠 赵文武
李小波 黄 亿 陈梦元 王程成 朱 珠 王 林
王 蕾 高远丽

序

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系

贵州白酒酿造历史悠久、工艺独特、文化厚重。以贵州茅台酒为代表的酱香型白酒主导的白酒产业是贵州最重要的支柱产业,其工业增加值、利润总额均位居全国前列,作为贵州“五张名片”之首被重点打造。同时,多年来以贵州茅台为引领的仁怀酱香型白酒的产量、产值、利税及营业收入等均占仁怀市工业总量的90%以上,占贵州省白酒行业总量的75%以上。随着酱香酒产业规模快速发展,对酱香酒质量和标准的要求不断提高,广大消费者对优质、安全酱香酒的要求越来越高。但与此同时,酱香酒地方标准体系的建设还没能及时跟上生产、流通、消费的快速的发展,还没能有效地建立适用于地方酱香型白酒生产企业和政府市场监管的产品质量等级评定体系,也缺少第三方评估机构对基酒、年份酒等白酒产品的估值评价依据,这既影响了仁怀地方酱香基酒的上市流通交易,又导致了不法酒商以次充好、以假乱真、蒙骗消费者、扰乱市场的现象出现。仁怀酱香酒地方标准体系建设迫在眉睫!

近年来,从国家到地方都非常重视标准化建设及改革工作,国务院在《深化标准化工作改革方案》(国发[2015]13号)中指出:培育发展团体标准,鼓励具备相应能力的学会、协会、商会、联合会等社会组织和产业技术联盟协调相关市场主体共同制定满足市场和创新需要的标准。其核心就是保障并提高产品质量,实现上市产品的有效性、安全性、质量可控性,以及政府市场监管的可行性,更好地满足市场需求。2017年11月4日,新修订的《中华人民共和国标准化法》由第十二届全国人大常委会通过,并于2018年1月1日起施行。新标准化法提出了“国家鼓励学会、协会、商会、联合会、产业技术联盟等社会团体协调相关市场

主体共同制定满足市场和创新需要的团体标准,由本团体成员约定采用或者按照本团体的规定供社会自愿采用。”这为团体标准的良性发展提供了政策保障,同时也明确了团体标准是满足市场和创新需要的总基调和发展思路。2019年1月9日,国家标准化管理委员会、民政部联合发布了《团体标准管理规定》,为规范、引导和监督团体标准化工作提供了政策和法律依据。

回顾我国酱香型白酒标准化的发展历程,早在1965年,轻工业部在山西召开的茅台酒试点论证会就肯定了茅台酒的酱香、窖底、醇甜三种典型体的划分是正确的。茅台酒的分型是业内认可的,是我国白酒香型划分的雏形。1979年,全国白酒评酒会明确了中国白酒划分为五种香型——酱香、浓香、清香、米香、其他香。这个时期,茅台酒厂为稳定和提高茅台酒产量、质量,也开始对相关技术和标准及时总结。二十世纪八十年代初,全国食品发酵标准化中心组织制定了主体香型已明确的浓香、清香和米香型白酒3项部颁标准。因茅台酒的酿造工艺独特、香型主体成分复杂,白酒界虽然做了大量的检测和研究工作,但直到二十世纪七八十年代,才有了正式的企业标准,并获贵州省省级优秀标准化二等奖。2001年,茅台酒被国家质检总局批准为地理标志保护产品,但直到2007年国家标准GB/T 18356—2007《地理标志产品 贵州茅台酒》才发布。同年,贵州省质量技术监督局发布了贵州省地方标准DB52/526—2007《酱香型白酒》。与此同时,贵州省产品质量监督检验院向国家标准化管理委员会提出了制定《酱香型白酒》国家标准的申请。2008年,国家标准化管理委员会批准《酱香型白酒》国家标准立项后,贵州省产品质量监督检验院联合多家酱香白酒企业随即开展了标准的研究和起草工作。2009年年底,全国白酒标准化技术委员会酱香型白酒分技术委员会成立,为我国酱香型白酒标准化技术加快发展构建了高层次的统筹指导、合作协调的平台。2010年,地方标准DB511500/T 11—2010《宜宾酒(酱香型白酒)》发布,从大曲、生产工艺、感官要求、理化指标等方面对宜宾酒进行了相关规范。2011年7月,

国家标准化委员会发布了贵州省起草的国家标准 GB/T 26760—2011《酱香型白酒》，该标准分别从产品分类、产品分级，以及技术要求等方面对广义的酱香型白酒进行了定义，并于当年 12 月 1 日起实施。同年，《贵州酱香型白酒技术标准体系》由贵州省质量技术监督局开始组织编制，并于 2014 年 1 月正式发布和实施。该体系由 65 项标准组成，分别从基本定义、原辅料、生产技术、产品、包装、运输等方面对酱香型白酒产业发展的技术和管理要求进行了界定和规范，形成了具有较为全面的产前、产中、产后全流程的全国首个酱香型白酒技术标准体系。

2014 年年底，在贵州省委、省政府的高度重视下，在省质监局、省卫生计生委、省经济和信息化委等各部门的帮助和支持下，仁怀市开始启动酱香型白酒地方技术标准体系建设工作。具体编制任务由仁怀酱香白酒研究所、贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、贵州茅台酒股份有限公司、贵州国台酒业有限公司等 20 多家单位联合组成的工作小组承担。工作小组在参考《贵州酱香型白酒技术标准体系》的基础上，广泛征集并采纳省内外多位白酒专家和仁怀当地百余家酱香酒企业意见，在完成前期企业调研、标样制作、样品感官品评、检验分析验证等基础工作后，参考相关文献、国内外相关标准，起草并制定了《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》草案稿，并组织召开多次草案修改工作会，统一修改意见并加以补充和完善。2015 年 9 月，在第五届中国（贵州）国际酒类博览会上，仁怀市举行新闻发布会，正式发布《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》，并授权仁怀市酒业协会将其作为仁怀白酒行业的团体标准使用。2016 年 8 月，中国酒业协会发布团体标准 T/CBJ 003—2016《固态法酱香型白酒原酒》。2017 年，遵义市被评为世界十大烈酒产区之首，在标准建设方面立足产区制定了团体标准 T/GZSX 030—2018《遵义大曲酱香型白酒》，该标准于 2018 年 6 月发布。综上所述，这几年来酱香型白酒的标准化工作更多倾向于团体标准的制修订，这与国家标准化工作改革方向、重视团体标准建设工作等密不可分。

2015年发布的《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》虽然还存在缺乏具体详细的感官指标、缺少地方独有的特征性理化指标、体系不够完善等不足,但发布和实施4年多来,在引导和规范仁怀白酒生产企业安全生产、提升仁怀酱香酒的产品质量、促进仁怀酱香酒产业创新和转型升级等方面发挥了积极的作用。技术在进步,酱香酒产业也在发展中壮大。2018年,白酒产业已被列入贵州省十大千亿级工业产业振兴行动方案中,2019年,贵州省委、省政府也提出了将赤水河流域产业带打造成世界酱香酒的核心区,这对以仁怀产区为核心的贵州白酒而言至关重要,因此在标准化建设方面也提出了新的要求。在此背景下,仁怀市开展了大曲酱香酒标准体系的修订工作。

《仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系》是《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》的修订版本。在修订过程中考虑到仁怀产区酱香型白酒的生产实际,从酱香型白酒生产技术规范、基酒和成品酒质量及安全指标、风味轮、原料检测方法等方面对《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》进行了修订。相对《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》而言,本书的7项团体标准构成的标准体系具备了一定的科学性、实用性及可操作性,更有利于指导传统酱香型白酒的生产实践,有利于传统大曲酱香工艺的传承和发展,有利于指导大宗酱香基酒的上市流通交易,有利于消费者对酱香型白酒的直观认识,亦可用于行业监管部门在一定程度上对地方白酒的生产流通等进行有效管控,对于共同打造贵州省十大千亿级工业产业、打造世界酱香白酒产业基地核心区必将起到重要的推动作用。

季克良

2019年11月11日

前 言

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系

在中国白酒版图中,仁怀市位于贵州省西北部,赤水河流域中游,大娄山北侧,以其独特的地理位置、人文环境和自然资源优势为白酒酿造产业提供了重要的基础保障,孕育出的以贵州茅台酒为典型代表的酱香型白酒驰名中外、享誉世界,深受国内外消费者喜爱,同时也造就了一批知名的地方酱香型白酒生产企业,成为了贵州白酒的核心产区、全国酱香型白酒的重要生产基地。

一直以来,从国家到地方政府都高度重视贵州白酒产业发展。2012年发布的《国务院关于进一步促进贵州经济社会又好又快发展的若干意见》(国发〔2012〕2号)支持贵州“利用赤水河流域资源和技术优势,适度发展名优白酒,确保产品质量,维护品牌声誉,推动建设全国重要的白酒生产基地。”同时,贵州省委、省政府也制定了《贵州省推动白酒行业供给侧结构性改革促进产业转型升级的实施意见》等系列政策措施支持贵州省和仁怀产区白酒产业发展。

2019年,贵州省委、省政府提出了将赤水河流域产业带打造成世界酱香型白酒产业基地核心区的战略定位,仁怀市也出台了《关于打造世界酱香白酒产业基地核心区推动工业经济高质量发展的意见》,为酱香白酒核心区建设指明了方向。仁怀是酱香型白酒的原产地和主产区,以酱香型白酒为主的白酒产业是仁怀优势特色产业,在全国酱香型白酒酿造产业知名品牌创建示范区的基础上,仁怀最有基础、最有条件、最有优势打造“生态基础最牢固、生产工艺最独特、产品品质最卓越、标准体系最权威、产区品牌最响亮、酱酒文化最鲜明”的世界酱香白酒产业基地核心区。在打造“最权威”标准体系工作中,仁怀着力健全覆盖酱香白酒全产业链的标准体系,在2015年9月发布了全国首个酒

类团体标准体系《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》，在 2018 年 12 月发布了贵州省食品安全地方标准 DBS52/035—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香一至七轮次基酒》和 DBS52/036—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香综合基酒》，并于 2019 年开展了《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》的修订工作。

《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》发布和实施 4 年多以来，在省、市有关部门的帮助和指导下，在有关企业的共同努力下，发挥了重要作用，规范并促进了仁怀酱香白酒的生产和发展。随着酱香酒业发展壮大及技术进步，该标准体系的部分内容与生产实际脱节，且不符合现行团体标准相关规定要求。为牢牢把握酱香型白酒标准话语权，打造世界酱香白酒产业基地核心区，夯实标准基础，更好地适应团体标准工作需要，针对该标准体系建设工作中出现的新情况、新问题，根据新修订的《中华人民共和国标准化法》《团体标准管理规定》，以及 2019 年仁怀市人民政府工作报告提出的推广“仁怀酱香酒”团体标准，完善仁怀大曲酱香酒技术标准体系工作要求，通过征求有关企业及专家的意见和建议，由仁怀酱香白酒研究所和贵州省产品质量监督检验院仁怀分院联合牵头，组织贵州省产品质量监督检验院（国家酒类及饮料质量监督检验中心）、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂（集团）有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业（集团）有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业（集团）有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒（集团）有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业（集团）有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇夜

郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司、陈仁远技能大师工作室等有关单位和专家对《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》进行修订,完成了《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》等7项团体标准的制修订工作。

《仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系》是贵州省首个团体标准体系《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》的修订版,在体系名称上增加了“产区”二字,凸显仁怀酱香酒特有的产区特色,同时为进一步打造“仁怀酱香酒”产区品牌建立较完善的标准体系依据和技术支撑。该体系是在《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》和贵州省食品安全地方标准 DBS52/035—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香一至七轮次基酒》、DBS52/036—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香综合基酒》的基础上,进一步深入企业调研,考察标准体系与生产实际相结合的情况,了解企业生产中涉及的相关标准需求和存在的问题,多次组织专题会议研讨标准体系结构和内容,最终确定了体系中包括7项标准:3项产品标准,即《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》《仁怀产区大曲酱香综合基酒》和《仁怀产区大曲酱香酒》;1项指南标准,即《仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南》;3项生产技术标准,即《仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范》《仁怀产区酱香大曲生产技术规范》和《仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范》。

《仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系》的编制延续并创新了标准化工作的理念和方法,完善和补充了《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》,是以标准化服务地方经济社会发展的有益探索和具体实践。在编制过程中,一是严格遵照国家法律法规和标准编制工作的要求,按照跟踪国标、面向全国,立足仁怀产区大曲酱香酒产业发展现状和现实需求,突出特色、引导规范安全生产、保障质量安全的原则,兼顾质量品质提升、

经济效益提升、生产技术指导,具有较强的可操作性、规范性和科学性。二是将系统原理应用到体系建设全过程中,着眼服务仁怀产区酱香酒产业的健康发展,突破了单个标准编制仅立足于某个方面的局限性,覆盖仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范、酱香大曲生产技术规范,一至七轮次大曲酱香基酒、大曲酱香综合基酒、大曲酱香酒成品酒等产品标准,配套了部分酿造原料、基酒及成品酒的感官、理化指标和安全指标等检验检测方法,各标准间的协调性、系统性和配套性较强。三是新制定了仁怀产区大曲酱香酒标准样品制备规范和风味轮应用指南。一方面,大曲酱香酒标准样品制备是全国酒类行业建立产区实物标准酒样的首创,大曲酱香酒标准样品制备规范的编制为有效制备实物标准样品提供了科学理论和先进经验,为技术支撑白酒比对营销探索了新的路径,为消费者提供了仁怀产区大曲酱香型白酒参比标准,为打击假冒伪劣、以次充好提供了有效措施;另一方面,大曲酱香酒风味轮应用指南的编制,为大曲酱香酒基酒、成品酒的分型分级和感官风味描述奠定了坚实的基础。

《仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系》形成以生产工艺技术规范、产品标准为主,感官、理化等检验检测技术为辅的较完整的标准体系,但在涉及酱香型白酒全产业链的有关标准编制上还存在一些不足,在后续的工作中将加以总结、补充和完善。总体而言,该标准体系立足仁怀产区、服务仁怀产区,进一步补充和完善了仁怀市、贵州省以及全国酱香型白酒技术标准体系,在促进酱香白酒产业的整体技术水平和工艺水平的提高,进一步规范仁怀白酒的生产及流通,促进产业升级,健康稳定、可持续以及高质量发展等方面必将发挥其应有的作用。

在此,特别感谢为《仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系》编制工作付出辛勤劳动的所有单位和工作人员。

编 者

2019年11月15日

编制说明

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系

一、工作简况

(一) 任务来源

根据中共仁怀市委《关于打造世界酱香白酒产业基地核心区推动工业经济高质量发展的意见》(仁发〔2019〕1号)中提出的“建立健全酱香白酒全产业链的标准体系,把握世界酱香酒的标准话语权,修订并完善《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》”,以及2019年仁怀市政府工作报告中提出的“推广‘仁怀酱香酒’团体标准,完善仁怀大曲酱香酒技术标准体系”工作要求,严格按照国家标准化管理委员会、民政部印发的《团体标准管理规定》和团体标准全过程管理工作中标准制修订、审查、报批程序等要求,由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所牵头申请立项制修订《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》等7项团体标准,补充和完善贵州省仁怀市酒业协会团体标准《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》。

(二) 主要工作过程

在贵州省食品安全地方标准 DBS52/035—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香一至七轮次基酒》、DBS52/036—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香综合基酒》和《仁怀大曲酱香酒技术标准体系》等现有标准和体系的基础上,由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所作为联合牵头标准起草单位,组织有关单位和企业作为标准起草工作组,开展以下工作:

第一阶段:项目调研。深入企业调研,考察仁怀产区酱香白酒生产企业使用团体标准体系的实际情况,了解企业生产中涉及的相关标准需求和存在的问题。通过总结前期标准制定和实施实际情况,制定工

作方案,多次组织专题会议研讨标准体系结构和内容,基本确认制修订标准共计7项,其中包含3项产品标准,1项指南标准和3项生产技术标准。

第二阶段:数据采集和统计分析。收集整理国内外现有有关标准,对仁怀产区内具有代表性的酱香白酒生产企业进行了抽样、检测。共对300余批次轮次基酒、综合基酒和大曲酱香酒进行数据检测,并对其进行数据统计和分析。初步制定及修改形成了轮次基酒、综合基酒和大曲酱香酒的感官指标和理化指标要求。在数据采集过程中,组织了白酒、葡萄酒、茶叶、香料等不同领域的国家级专家评委对不同轮次、不同年份、不同类型的酱香酒的香味描述特征进行了感官品鉴和记录,形成了仁怀产区大曲酱香酒风味轮及其应用指南。同时,制定了《仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范》,并修订了《仁怀产区酱香大曲生产技术规范》和《仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范》。

第三阶段:标准验证。通过组织论证各个标准中需要修订和增加的技术要求和内容,评价其与现有标准的协调性和合理性,形成标准征求意见稿。为验证征求意见稿中已制定的感官指标、理化指标和工艺参数的合理性、科学性,项目组向仁怀产区内酱香白酒生产企业发布验证样品征集通知,最终共收集并采集了仁怀大曲酱香轮次基酒、综合基酒(半成品酒)和大曲酱香酒(成品酒)1000余批次以及原辅料样品450余批次样本数据,随后按标准中各项技术要求对样本数据进行参数验证和综合判定,各项技术指标的符合率达到了预期目标。

第四阶段:意见征求及处理。在全国团体标准信息平台上发布征求意见稿,通过网络公开征求社会各界的意见和建议,同时向有关行业部门、协会,生产、销售、科研、检测等单位印发征求意见稿,组织32家企业现场讨论,广泛征求意见。最终,项目组收集反馈意见和建议70条(采纳57条,未采纳13条),起草小组成员对获得的征求意见稿逐一审核、讨论、验证,经修改、完善后形成了标准评审稿。

第五阶段:标准体系评审验收。2019年12月2日,组织来自贵州食品工程职业学院、贵州省产品质量监督检验院、贵州省疾病控制中

心、《酿酒科技》杂志社、贵州大学酿酒与食品工程学院及贵州董酒股份有限公司的6位专家以及仁怀市市场监督管理局、仁怀市酒业协会、贵州国台酒业有限公司、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司等企业代表在贵阳召开仁怀产区大曲酱香酒团体标准专家评审会。与会专家对《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》等7项标准逐一进行了全面、认真和细致的审查,对每项标准都提出了技术性、指导性和实用性较强的修改意见和建议,且与参会各单位、人员进行了充分讨论并形成专家意见,评审专家组一致通过了7项团体标准的审定。根据专家组评审意见和建议修改后,将7项团体标准报贵州省仁怀市酒业协会审阅,定稿后编号并公示发布。

二、编制原则和依据

(一) 编制原则

1. 跟踪国际、面向全国。通过广泛检索国内外相关技术标准和法规,特别是国际标准、国外先进标准和强制性、限制性的法规规定,制定出符合国内、国际相关法规规定的仁怀大曲酱香酒等相关标准。

2. 立足仁怀、突出特色,具有科学性、先进性、适用性和可操作性。结合仁怀白酒产业实际,总结、继承和发扬仁怀大曲酱香酒的传统工艺,突出仁怀大曲酱香酒独特风格和技术创新,促进产业健康有序发展。

3. 引导规范生产,确保白酒安全,保障品质提升。通过充分调研、分析和研究仁怀大曲酱香酒生产企业现状和传统工艺,在保障质量安全的基础上,制定适宜的标准,引导企业规范生产,确保白酒安全,促进仁怀大曲酱香轮次基酒、综合基酒以及成品酒的品质提升,维护仁怀酱香酒产区品牌,逐步增强仁怀大曲酱香酒的技术影响力和市场竞争力。

(二) 编制依据

1. 标准按 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》、GB/T 20001.10—2014《标准编写规则 第10部分:产品标准》、GB/T 20001.7—2017《标准编写规则 第7部分:指南标准》、GB/T 20001.5—2017《标准编写规则 第5部分:规范标准》的相

应要求进行编写。其技术内容力求体现科学性、先进性和实用性。

2. 标准中涉及的安全、质量等重要指标均执行现行有效的强制性国家标准要求。

3. 主要技术内容根据国家法律法规及现有有关标准要求,仁怀产区大曲酱香酒生产技术和经验总结。

三、标准体系主要内容

(一) 产品标准

在原团体标准体系基础上,新制定了《仁怀产区大曲酱香酒》,修订了《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》和《仁怀产区大曲酱香综合基酒》,3项标准配套使用,产品涵盖了大曲酱香一至七轮次基酒、大曲酱香综合基酒(半成品酒)和大曲酱香酒(成品酒)。

轮次基酒和综合基酒标准在原有的基础上增加了小盘勾、大盘勾、勾调、风味成分、风味轮、标准样品等术语和定义,生产过程的卫生要求,生产区域范围等内容。修订了分级及感官和理化要求。为了实现品质与价位对标,将原有基酒标准的优级、一级、二级重新划分为优级、一级、二级、三级共4个等级。其中,感官要求在原基础上增加了各等级的评分范围,将酒体允许出现白色絮状沉淀或失光的临界温度由原来的10℃修订为15℃;将感官检验方法由原来的采用GB/T 10345《白酒分析方法》修订为采用GB/T 33404《白酒感官品评导则》和T/GZRHJX 004《仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南》。理化指标要求在原基础上,将一至七轮次基酒优级的总酸,由原来的 ≥ 3.50 g/L、 ≥ 2.80 g/L、 ≥ 2.00 g/L、 ≥ 1.80 g/L、 ≥ 1.80 g/L、 ≥ 1.60 g/L、 ≥ 1.60 g/L依次修订为 ≥ 3.20 g/L、 ≥ 2.80 g/L、 ≥ 2.40 g/L、 ≥ 2.00 g/L、 ≥ 1.80 g/L、 ≥ 1.60 g/L、 ≥ 1.60 g/L;将一至七轮次基酒优级的总酯,由原来的 ≥ 6.50 g/L、 ≥ 4.50 g/L、 ≥ 4.00 g/L、 ≥ 3.50 g/L、 ≥ 3.50 g/L、 ≥ 3.00 g/L、 ≥ 3.00 g/L依次修订为 ≥ 5.20 g/L、 ≥ 4.50 g/L、 ≥ 4.00 g/L、 ≥ 3.20 g/L、 ≥ 3.00 g/L、 ≥ 2.60 g/L、 ≥ 2.60 g/L;将一至七轮次基酒一级的总酸,由原来的 ≥ 2.50 g/L、 ≥ 2.20 g/L、 ≥ 1.80 g/L、 ≥ 1.60 g/L、 ≥ 1.50 g/L、 ≥ 1.50 g/L、 ≥ 1.40 g/L依次修订为 ≥ 2.80 g/L、 ≥ 2.60 g/L、

≥ 2.00 g/L、 ≥ 1.60 g/L、 ≥ 1.40 g/L、 ≥ 1.40 g/L、 ≥ 1.40 g/L；将一至七轮次基酒一级的总酯，由原来的 ≥ 5.50 g/L、 ≥ 4.00 g/L、 ≥ 3.50 g/L、 ≥ 3.00 g/L、 ≥ 3.00 g/L、 ≥ 2.50 g/L、 ≥ 2.50 g/L依次修订为 ≥ 4.50 g/L、 ≥ 4.20 g/L、 ≥ 3.20 g/L、 ≥ 2.60 g/L、 ≥ 2.20 g/L、 ≥ 2.20 g/L、 ≥ 2.20 g/L；另外，一至七轮次基酒标准中增加了吡嗪总量指标，要求一至二轮次基酒吡嗪总量 ≥ 1.00 mg/L，三至五轮次基酒吡嗪总量 ≥ 2.50 mg/L，六至七轮次基酒吡嗪总量 ≥ 4.50 mg/L。将综合基酒优级的总酸，由原来的 2.20 g/L修订为 ≥ 2.00 g/L，总酯由原来的 3.60 g/L修订为 3.20 g/L；将综合基酒一级的总酸，由原来的 1.80 g/L修订为 ≥ 1.60 g/L，总酯由原来的 3.00 g/L修订为 2.60 g/L。

大曲酱香酒标准填补了仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系成品酒标准的空白，标准对成品酒详细界定和规定了生产范围、术语和定义、产品分类分级、技术要求（包含原料要求、感官要求、理化指标、真实性要求和食品安全要求）、生产过程的卫生要求、检验规则、标志、包装、运输和贮存等内容。

为验证技术要求的科学性和实用性，项目组整理分析了近1000批次抽样检测数据。按照标准要求，对133家企业严格按照传统大曲酱香工艺生产的1025批次样品进行感官和理化参数验证，结果如下：

1) 一轮次基酒的优级产品符合率为23.07%，一级以上产品符合率为91.11%，二级以上产品符合率为91.83%，三级以上产品符合率为96.42%；

2) 二轮次基酒的优级产品符合率为17.86%，一级以上产品符合率为86.95%，二级以上产品符合率为97.22%，三级以上产品符合率为98.00%；

3) 三轮次基酒的优级产品符合率为20.00%，一级以上产品符合率为90.91%，二级以上产品符合率为98.57%，三级以上产品符合率为98.73%；

4) 四轮次基酒的优级产品符合率为17.86%，一级以上产品符合率为85.42%，二级以上产品符合率为98.52%，三级以上产品符合率

为 98.78%；

5) 五轮次基酒的优级产品符合率为 19.35%，一级以上产品符合率为 85.96%，二级以上产品符合率为 93.59%，三级以上产品符合率为 98.82%；

6) 六轮次基酒的优级产品符合率为 21.21%，一级以上产品符合率为 87.76%，二级以上产品符合率为 97.40%，三级以上产品符合率为 100.00%；

7) 七轮次基酒的优级产品符合率为 20.69%，一级以上产品符合率为 93.75%，二级以上产品符合率为 98.25%，三级以上产品符合率为 100.00%；

8) 综合基酒(半成品酒)的优级产品符合率为 48.91%，一级以上产品符合率为 86.62%，二级以上产品符合率为 95.16%，三级以上产品符合率为 98.09%；

9) 大曲酱香酒(成品酒)各类中特级产品符合率为 4.83%，优级以上产品符合率为 51.31%，一级以上产品符合率为 89.67%，二级以上产品符合率为 94.28%。

综上所述，团体标准编制的目的在于实现以标准提升品质，引领产业发展，鼓励更多企业按标准执行，生产更多高质量的产品。同时，在真实性要求中，拟通过探索建立风味气相/气质指纹图谱数据库和¹³C/¹²C 同位素质谱数据库溯源产品的真实信息，有利于防止假冒伪劣产品扰乱市场，保护消费者根本利益。

(二) 指南标准

在原团体标准体系基础上，新制定了《仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南》。本标准参考了国内外酒类风味轮的编制方法，绘制了仁怀产区大曲酱香酒风味轮，将大曲酱香酒的香气和味觉特征以轮盘的形式直观呈现出来。本标准以大曲酱香酒风味轮为核心，对轮盘上的感官描述语、风味轮的运用和感官质量评价进行了详细的阐述。本标准将风味轮与大曲酱香酒感官质量评价有机结合为一个整体，为仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒、大曲酱香综合基酒和大曲酱香酒的感官

特征描述与质量评价提供了科学的溯源依据,初步构建了酱香酒质量等级的评价体系。

(三) 生产技术标准

在原团体标准体系基础上,新制定了《仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范》,修订了《仁怀产区酱香大曲生产技术规范》和《仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范》。

《仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范》为体系新制定标准。依托实物标准样品来源基地建设,通过不断试验和经验总结,本标准规定了标准样品的制备过程,包括原料选取、样品制备、包装、标签和标识、证书、有效期、使用和保管等,为标准样品的研制(复制)提供了操作性较强的文字依据,确保了标准样品满足其独特的溯源性和不确定度准则要求,确保了标准样品与实际生产的产品质量相似或相同,同时与产品标准对照使用,保障了产品质量等级的真实性。

通过调研生产实际,在原团体标准基础上,总结修改了《仁怀产区酱香大曲生产技术规范》中的工艺流程图,更加详细地规范了入仓发酵的一次和二次翻仓工序;增加了曲仓(发酵仓和干燥仓)的要求,对发酵仓和干燥仓结构进行了详细描述。同时,对生产用曲的感官和理化要求进行了大量的样本验证,符合生产实际需求。

通过调研生产实际,在原团体标准基础上,对《仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范》中的工艺流程图进行了工艺规范整理,改为由制酒、贮存勾兑、调味贮存和包装 4 大流程组成;同时,增加了小盘勾、大盘勾、分型分级(初次检验和复核)等工序和控制要求,由以前的“先贮存后勾兑”修改为“先勾兑后贮存”和“先贮存后勾兑”同时并存;通过对高粱理化要求的大量的样品验证,将高粱单宁要求由原来的 1.0%~1.5%修改为 $\geq 1.0\%$,更加符合高粱的实际情况。此外,增加了制酒生产现场环境管理制度、白酒贮存容器管道技术要求等 2 个资料性附录,调整了制酒生产的工艺参数要求、制酒生产工序作业操作规范、生产过程中关键控制点和生产过程中不合格项目的处理等 4 个资料性附录,供生产企业参考并灵活使用。

四、与国际、国外、国内标准对比情况

1. 本标准体系没有采用国际标准和国外先进标准。

2. 本标准体系参考、借鉴及引用了多项现行有效的国家标准、行业标准、地方标准、团体标准及企业标准等。

3. 轮次基酒、综合基酒标准与 DBS52/035—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香一至七轮次基酒》、DBS52/036—2018《食品安全地方标准 仁怀大曲酱香综合基酒》、T/CBJ 003—2016《固态法酱香型白酒原酒》相比,在 DBS52/035 和 DBS52/036 的基础上,增加了产品质量等级,补充增加到 4 个质量等级,对相应等级的感官和理化要求进行了更加详细的规定;另外,参考 T/CBJ 003,增加了真实性要求用于溯源基酒样本的真实性。最后,考虑到食品安全指标要求的严谨性,标准对甲醇、氰化物、铅、添加剂、真菌毒素等食品安全指标不作其他限量要求,仍执行 GB 2757—2012《食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒》的相关要求。

4. 成品酒标准与 GB/T 26760—2011《酱香型白酒》、GB/T 18356—2007《地理标志产品 贵州茅台酒》、DB52/T 877—2014《大曲酱香型白酒》、T/GZSX 030—2018《遵义大曲酱香型白酒》、DB511500/T 11—2010《宜宾酒(酱香型白酒)》相比,规定了成品酒按酒精度分为高度酒和低度酒,其中高度酒分为特级、优级、一级和二级,在 GB/T 26760 和 DB52/T 877 的基础上优化了感官和理化要求,将酒精度修改为 45%vol~55%vol,更加符合仁怀产区大曲酱香酒的实际生产情况;低度酒分为优级、一级和二级,感官要求整理了 GB/T 26760 和 DB52/T 877 的要求,理化要求与 DB52/T 877 保持一致。相对于其他大曲酱香酒标准,更加详细地规定了原料来源要求,勾兑、调味等传统工艺要求,更能体现仁怀产区大曲酱香酒特色,促使成品酒标准与轮次、综合基酒标准连贯使用,形成产品标准链。

5. 风味轮应用指南标准与 GB/T 33405—2016《白酒感官品评术语》相比,在白酒风味轮基础上,根据仁怀产区大曲酱香酒特有的感官特点和风格特征,绘制了仁怀产区大曲酱香酒风味轮。本标准在感官

术语描述上对仁怀产区大曲酱香酒的窖香、鲜、咸、苦等重要感官描述语进行了补充和完善,更贴合实际;在风味轮的运用上做了详细阐述,在标准中提供了大曲酱香酒杯测法评分规则、感官定量描述分析等资料性附录。本标准适用于仁怀产区大曲酱香轮次基酒、综合基酒和大曲酱香成品酒的感官质量评价,使仁怀产区大曲酱香基酒和成品酒产品标准对应的特级、优级、一级、二级和三级的感官要求有了定性和定量描述的依据和准则。

6. 标准样品制备规范借鉴国内外实物标准样品的制备技术规范的经验,主要参考借鉴了 GB/T 18795—2012《茶叶标准样品制备技术条件》的部分技术内容,并结合仁怀产区大曲酱香酒实际情况进行了整理和修改,同时增加了标准样品制备工艺流程图和标准样品分类分级要求,首次提出以配对和配制方式进行样品制备等技术路线。本标准主要技术内容满足国家法律法规及现有标准要求,是全国酒类行业建立覆盖大区域实物标准酒样的首创,为有效推广制定实物标准样品提供了科学理论和先进经验,为技术支撑白酒比对营销探索了新的路径,为消费者采购高性价比产品创立了可靠参比标准,为打击假冒伪劣、以次充好提供了有效措施。

7. 制曲和制酒规范与 DB52/T 873—2018《大曲酱香型白酒生产技术规范》、DB52/T 1298—2018《酱香大曲生产技术规范》相比,制曲部分优化补充了生产工艺流程中的翻仓流程,补充增加了曲仓要求,尤其是对发酵仓进行了详细规定,如增加制曲生产厂房结构图资料性附录。制酒部分更加强化产酒计划、酿酒原辅料用量预算;调整了工艺流程图结构,加入并优化了综合基酒前后工序;增加了小盘勾、大盘勾、分型分级(初次检验和复核)等新的控制要求,并放宽了贮存时间的要求。总体上看,制曲和制酒规范相较于 DB52/T 873 和 DB52/T 1298,更加详细地介绍了工序过程和控制要求,操作性更强,便于酒厂一线生产工人学习和掌握。

8. 本标准体系与《贵州酱香型白酒技术标准体系》相比,在原有体系的名称中增加了“产区”二字,凸显仁怀酱香酒特有的产区特色,适合

在贵州仁怀大曲酱香酒产区内使用,而《贵州酱香型白酒技术标准体系》包括基础标准、原辅料标准、生产技术标准、产品标准、检验检测标准和安全环保及销售服务标准等,适用于贵州省酱香酒的生产;另外,本标准体系增加了一至七轮次基酒、综合基酒产品标准,大曲酱香酒风味轮应用指南标准,大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范,故本标准体系是对《贵州酱香型白酒技术标准体系》的补充和完善。

五、重大分歧意见的处理经过和依据

在产品标准《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》《仁怀产区大曲酱香综合基酒》和《仁怀产区大曲酱香酒》中,征求意见稿增加了吡嗪总量要求,作为仁怀产区大曲酱香酒重要质量要求参考指标。经征求有关企业及评审专家的意见和建议,一致认为应将《仁怀产区大曲酱香综合基酒》和《仁怀产区大曲酱香酒》中的吡嗪总量要求删除,保留《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》中的吡嗪总量指标要求。主要依据是该特征成分指标属非限制性测定指标,有关数据的采集和稳定性分析等工作还需进一步研究,为保护仁怀产区传统大曲酱香酒生产工艺及打造产区品牌,避免可能存在的人为添加该成分物质的掺杂使假行为,造成不良影响等,编制工作组采纳了企业及专家的意见和建议,删除了《仁怀产区大曲酱香综合基酒》和《仁怀产区大曲酱香酒》中的吡嗪总量要求,保留《仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒》中的吡嗪总量指标要求。

六、其他应予说明的事项

本标准体系不涉及专利;本标准体系按《团体标准管理规定》及仁怀市酒业协会有关规定发布和实施。

《仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系》起草工作组

2019年12月9日



目 录

一、产品标准

T/GZRHJX 001—2019	仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒	3
T/GZRHJX 002—2019	仁怀产区大曲酱香综合基酒	13
T/GZRHJX 003—2019	仁怀产区大曲酱香酒	19

二、指南标准

T/GZRHJX 004—2019	仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南	27
-------------------	------------------	----

三、生产技术标准

T/GZRHJX 005—2019	仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范	39
T/GZRHJX 006—2019	仁怀产区酱香大曲生产技术规范	45
T/GZRHJX 007—2019	仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范	59

四、附录

QB/T 4257—2011	酿酒大曲通用分析方法	91
T/CBJ 004—2018	固态发酵酒醅通用分析方法	109
	高粱中直链淀粉、支链淀粉的测定	123
	小麦、高粱中粗淀粉的测定	131
	酱香型白酒中风味成分的测定	137



一、产品标准

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系

团 体 标 准

T/GZRHJX 001—2019

代替 TB52/RHJX 001.1—2015, TB52/RHJX 001.2—2015, TB52/RHJX 001.3—2015,
TB52/RHJX 001.4—2015, TB52/RHJX 001.5—2015, TB52/RHJX 001.6—2015,
TB52/RHJX 001.7—2015

仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒

**The first to seventh cycle base Daqu Jiang-xiang Baijiu of
Renhuai production region**

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》和 GB/T 20001.10—2014《标准编写规则 第10部分:产品标准》给出的规则起草。

本标准代替 TB52/RHJX 001.1—2015《仁怀大曲酱香基酒 第1部分:一轮次基酒》、TB52/RHJX 001.2—2015《仁怀大曲酱香基酒 第2部分:二轮次基酒》、TB52/RHJX 001.3—2015《仁怀大曲酱香基酒 第3部分:三轮次基酒》、TB52/RHJX 001.4—2015《仁怀大曲酱香基酒 第4部分:四轮次基酒》、TB52/RHJX 001.5—2015《仁怀大曲酱香基酒 第5部分:五轮次基酒》、TB52/RHJX 001.6—2015《仁怀大曲酱香基酒 第6部分:六轮次基酒》、TB52/RHJX 001.7—2015《仁怀大曲酱香基酒 第7部分:七轮次基酒》。

本标准与 TB52/RHJX 001.1~001.7—2015 相比,除编辑性修改外,主要变化如下:

- 标准名称修改为“仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒”;
- 增加了小盘勾,大曲酱香酒风味成分、风味轮、轮次基酒标准样品等术语;
- 修改了感官要求、理化要求、食品安全要求、检验方法等;
- 增加了产品质量等级三级、真实性要求、生产过程的卫生要求等;
- 修改了检验规则、标志、包装、运输和贮运等要求。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位:贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒研究所。

本标准参与起草单位:贵州省产品质量监督检验院(国家酒类及饮料质量监督检验中心)、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评(品酒师)技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂(集团)有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业(集团)有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒(集团)有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人:陈仁远、何菲、赵文武、玉光惠、先春、李小波、唐平华、彭茵、王程成、陈梦元、王迁、寻思颖、吴天祥、王莉、丁勇、朱珠、王林、骆茂香、母光刚、付宇豪、任义平、胡永才、郭松波、李长文、谭丁夫、桂豹、江河、王书伟。

仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒

1 范围

本标准规定了仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒的术语和定义、产品分类分级与标准样品、技术要求、生产过程的卫生要求、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒的生产、检验及销售。

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 1351 小麦
- GB 2757 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒
- GB 5009.225 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB/T 8231 高粱
- GB 8951 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒生产卫生规范
- GB/T 10345 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 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB/T 33404 白酒感官品评导则
- SB/T 10713 白酒原酒及基酒流通技术规范
- DB52/T 871 酱香型白酒酿酒用大曲
- T/GZRHJX 004 仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南
- T/GZRHJX 005 仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范
- T/GZRHJX 006 仁怀产区酱香大曲生产技术规范
- T/GZRHJX 007 仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

仁怀产区大曲酱香轮次基酒

在仁怀区域范围自然酿酒生态圈内,以优质糯高粱、小麦、水为原料,以高温酱香大曲为糖化发酵剂,经传统固态双边发酵、蒸馏、分轮次贮存的,不直接或间接添加食用酒精及非自身固态发酵产生的呈香、呈味、呈色物质,具有大曲酱香轮次特征风格的白酒。

3.2

一轮次基酒

经过下沙、造沙两次投粮加曲发酵后,酒醅第一次蒸馏摘取的酒。

3.3

二轮次基酒

第一次蒸馏后的酒醅再次加曲发酵后,第二次蒸馏摘取的酒。

3.4

三轮次基酒

第二次蒸馏后的酒醅再次加曲发酵后,第三次蒸馏摘取的酒。

3.5

四轮次基酒

第三次蒸馏后的酒醅再次加曲发酵后,第四次蒸馏摘取的酒。

3.6

五轮次基酒

第四次蒸馏后的酒醅再次加曲发酵后,第五次蒸馏摘取的酒。

3.7

六轮次基酒

第五次蒸馏后的酒醅再次加曲发酵后,第六次蒸馏摘取的酒。

3.8

七轮次基酒

第六次蒸馏后的酒醅再次加曲发酵后,第七次蒸馏摘取的酒。

3.9

小盘勾

将同轮次、同类型、同等级的具有相同特征的基酒组合在一起的操作工艺。

3.10

大曲酱香酒风味成分

大曲酱香型白酒酿造过程中经过发酵、代谢、物理、化学、缔合过程而形成的呈香、呈味、呈色物质。

3.11

大曲酱香酒风味轮

将大曲酱香酒、综合基酒、轮次基酒的风味感官特征,以轮盘的形式,用多层次描述语表现出来的图形。

3.12

大曲酱香轮次基酒标准样品

具有足够的广泛性、稳定性、权威性,且具备大曲酱香轮次基酒特征风格,经过感官鉴定和技术鉴定,并附有关性能特征数据的标准样品。

4 产品分类分级

按基酒摘酒顺次分为一至七轮七个轮次,各轮次按质量等级分为优级、一级、二级、三级。

5 技术要求

5.1 酿造环境

5.1.1 地理特征

仁怀市位于贵州省西北部,地处赤水河中游,大娄山脉西段北侧。地理坐标为北纬 27°33'30"~

28°10'19",东经 105°59'49"~106°35'50",以高山、丘陵为主,河谷坡地和水域兼备。适于酿酒区域紧靠赤水河流域,海拔为 420 m~890 m。

5.1.2 气候特征

仁怀市的气候属中亚热带湿润季风气候,四季分明,冬无严寒,夏无酷暑,雨量适中,气候垂直差异较大,无霜期长,光、水、热同季。年平均降水量为 1 019.8 mm,年平均温度为 15.8℃,极端最低温度为 -3.8℃,极端最高温度为 38℃,日照率约为 26%,年平均相对湿度约为 78%,年平均风速约为 1.2 m/s,形成赤水河谷流域适于酿造优质酱香型白酒的独特的小气候生态环境。

5.2 原料要求

5.2.1 高粱

品种为糯高粱,单宁含量 $\geq 1.0\%$,其他指标应符合 GB/T 8231 的要求。

5.2.2 小麦

应符合 GB 1351 的要求。

5.2.3 水

应符合 GB 5749 的要求。

5.2.4 大曲

应符合 DB52/T 871 及 T/GZRHJX 006 的要求。

5.3 发酵设备要求

采用紫红泥底砂条石壁石窖修建的发酵窖池。

5.4 生产工艺

生产工艺及流程按 T/GZRHJX 006 的制曲工序和 T/GZRHJX 007 的制酒工序执行。

5.5 感官要求

一至七轮次基酒感官要求及检验方法应符合表 1~表 7 的规定。

表 1 仁怀产区大曲酱香一轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	有粮香、酸香、酯香且愉悦,有花果香等特殊香	粮香、酸香、酯香明显	粮香、酸香、酯香显著	粮香、酸香较突出或略有粮香、酸香、酯香,略有异香	
口味	有酱味,略有生粮味、涩味,微酸,后味微苦,可用作调味酒	有酸涩味,后味较苦	酸涩味明显,后味苦	酸涩味显著,苦味明显,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥ 93.0	$\geq 88.0, < 93.0$	$\geq 80.0, < 88.0$	$\geq 70.0, < 80.0$	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

表 2 仁怀产区大曲酱香二轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香明显,有水果香、草木香等特殊香	有粮香、酱香	粮香显著,微有酱香	粮香突出,略有酱香,略有异香	
口味	有酱味且咸鲜,后味回甜且干净,略有酸涩味,酒体较醇厚、丰满、细腻,可用作调味酒	略有酱味,酸涩味较明显,后味微甜、净	酸涩味明显,后味稍甜	酸涩味显著,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

表 3 仁怀产区大曲酱香三轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香显著,有复合的特殊香,入口香强	酱香明显,微有粮香或无,入口香较强	有酱香,入口香	略有酱香,略有异香	
口味	酱味较突出,有咸鲜感,酒体较醇厚、丰满、细腻,尾净,后味长、带涩,可用作调味酒	酱味显著,略带咸鲜味感,酒体醇和,后味较长、带涩	酱味明显,酒体醇和,后味较长、带涩	有酱味,涩味重,有后味,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

表4 仁怀产区大曲酱香四轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香突出,水果香等特殊香气全面、协调	酱香较突出,有木香、水果香等特殊香且较全面、协调	酱香明显,香气较全面	有酱香,略有异香	
口味	酱味较突出,有咸鲜感,味全面,酒体较醇厚、丰满、细腻,味净,后味绵长,甜香,喷香,可用作调味酒	酱味显著,酒体醇和,味净,后味较长	酱味明显,味净,后味稍长	有酱味,味欠净,有后味,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

表5 仁怀产区大曲酱香五轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香较突出,略有焦香、芝麻香等特殊香	酱香显著,微有焦香	酱香明显,有焦香	有酱香,焦香明显,略有异香	
口味	酱味较突出,有咸鲜味感,酒体醇厚、丰满细腻,后味悠长、带涩,微苦,可用作调味酒	酱味显著,略带咸鲜味感,后味长、略有苦味	酱味明显,后味稍长、有苦味	有酱味,后味短暂、苦味较重,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

表 6 仁怀产区大曲酱香六轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香明显,有焦香等特殊香	酱香较明显,有焦香	有酱香,焦香明显	略有酱香,焦香显著,略有异香	
口味	酱味明显,略带咸鲜味感,酒体丰满、醇厚、细腻,略有焦味,后味长,余味略苦,可用作调味酒	有酱味,味较醇和,略有焦糊味,有后味,余味较苦	稍有酱味,有焦糊味,后味短暂,余味苦	略有酱味,焦糊味明显,余味苦,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

表 7 仁怀产区大曲酱香七轮次基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香明显,略有焦糊香等特殊香	酱香较明显,有焦糊香	有酱香,焦糊香明显	略有酱香,有糊香,略有异香	
口味	酱味显著,略带咸鲜味感,酒体醇厚、丰满、细腻且协调,略有焦糊味,后味长,余味略苦,可作调味酒	酱味明显,醇和,有焦糊味,后味长,余味较苦	有酱味,较醇和,有糊味,后味较长,余味苦	略有酱味,有后味、苦味,枯糟味明显,略有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

5.6 理化指标

一至七轮次基酒理化指标及检验方法应符合表 8 的规定。

表 8 仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒理化指标及检验方法

项目	轮次	优级	一级	二级	三级	检验方法
酒精度 ^a (20℃)/%vol	一轮次	≥57.0				GB 5009.225
	二轮次	≥54.5				
	三轮次	≥53.5				
	四至五轮次	≥53.0				
	六至七轮次	≥52.0				
固形物/(g/L)	一至七轮次	≤0.70				GB/T 10345
己酸乙酯/(g/L)	一至七轮次	≤0.20	≤0.30		≤0.40	GB/T 10345
总酸(以乙酸计)/(g/L)	一轮次	≥3.20	≥2.80		≥2.40	GB/T 10345
	二轮次	≥2.80	≥2.60		≥2.20	
	三轮次	≥2.40	≥2.00		≥1.60	
	四轮次	≥2.00	≥1.60		≥1.20	
	五轮次	≥1.80	≥1.40		≥1.00	
	六至七轮次	≥1.60	≥1.40		≥1.00	
总酯(以乙酸乙酯计)/(g/L)	一轮次	≥5.20	≥4.50		≥4.00	GB/T 10345
	二轮次	≥4.50	≥4.20		≥3.50	
	三轮次	≥4.00	≥3.20		≥2.60	
	四轮次	≥3.20	≥2.60		≥1.90	
	五轮次	≥3.00	≥2.20		≥1.60	
	六至七轮次	≥2.60	≥2.20		≥1.60	
吡嗪总量(以三甲基吡嗪、四甲基吡嗪之和计)/(mg/L)	一至二轮次	≥1.00				GB/T 10345
	三至五轮次	≥2.50				
	六至七轮次	≥4.50				
^a 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0%vol。						

5.7 真实性要求

5.7.1 采用气相色谱或气质联用仪测定产品非酒精挥发性风味组分指纹图谱,建立大曲酱香一至七轮次基酒风味组分数据库,通过气相色谱指纹图谱及其数据库验证其真实性。

5.7.2 采用稳定同位素质谱测定白酒中乙醇及微量醇酯的¹³C/¹²C值,建立仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒同位素数据库,综合判断基酒是否添加外源酒精或外源呈香、呈味物质。

5.7.3 建立每一个等级的一至七轮次基酒标准样品,作为轮次基酒的真实性验证参比标准。标准样品的制备执行 T/GZRHJX 005。

5.8 食品安全要求

应符合 GB 2757 的规定。

6 生产过程的卫生要求

6.1 应符合 GB 8951、GB 14881 的要求。

6.2 在酿酒、贮存、勾调、罐装、运输等环节应防止不合格容器及接触材料对基酒带来的污染,应对基酒生产使用的容器、输酒管道、瓶盖、密封材料等进行监控。

7 检验规则

按 GB/T 10346 执行。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

按 GB 2757 执行。

8.2 包装、运输、贮存

按 SB/T 10713 执行。

团 体 标 准

T/GZRHJX 002—2019
代替 TB52/RHJX 001.8—2015

仁怀产区大曲酱香综合基酒

Blended base Daqu Jiang-xiang Baijiu of Renhuai production region

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》和 GB/T 20001.10—2014《标准编写规则 第10部分:产品标准》给出的规则起草。

本标准代替 TB52/RHJX 001.8—2015《仁怀大曲酱香基酒 第8部分:综合基酒》。

本标准与 TB52/RHJX 001.8—2015 相比,除编辑性修改外,主要变化如下:

- 标准名称修改为“仁怀产区大曲酱香综合基酒”;
- 增加了大盘勾、勾调、大曲酱香综合基酒标准样品等术语;
- 修改了感官要求、理化要求、食品安全要求、检验方法等;
- 增加了产品质量等级三级、真实性要求、生产过程的卫生要求等;
- 修改了检验规则、标志、包装、运输和贮运等要求。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒科研所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位:贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒科研所。

本标准参与起草单位:贵州省产品质量监督检验院(国家酒类及饮料质量监督检验中心)、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评(品酒师)技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂(集团)有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业(集团)有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒(集团)有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人:陈仁远、玉光惠、赵文武、何菲、先春、李小波、唐平华、彭茵、黄亿、陈梦元、田志强、陈刚、吴鑫颖、汪地强、卢君、袁泉、龙天俊、蔡天虹、王林、吴正勇、高远丽、李梦醒、骆茂香、陈佐林、陈芬、徐兴江、许秋青。

仁怀产区大曲酱香综合基酒

1 范围

本标准规定了仁怀产区大曲酱香综合基酒的术语和定义、产品分级、技术要求、生产过程的卫生要求、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于仁怀产区大曲酱香综合基酒的生产、检验及销售。

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 2757 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒
- GB 5009.225 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定
- GB 8951 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒生产卫生规范
- GB/T 10345 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 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB/T 33404 白酒感官品评导则
- SB/T 10713 白酒原酒及基酒流通技术规范
- T/GZRHJX 001 仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒
- T/GZRHJX 004 仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南
- T/GZRHJX 005 仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

仁怀产区大曲酱香综合基酒

在仁怀区域范围自然酿酒生态圈内,将经小盘勾、大盘勾后的不同大曲酱香轮次基酒,直接或贮存后按一定比例勾调、陈酿而成的,不直接或间接添加食用酒精及非自身固态发酵产生的呈香、呈味、呈色物质,具有综合大曲酱香基酒风格的白酒。

3.2

大盘勾

将不同车间、不同班组、不同时间、不同窖池生产出的具有相同品质特征的酒组合在一起的操作工艺。

3.3

勾调

把具有不同香气、口味、风格的酒体,按一定的比例进行调配,使之具有综合基酒特定典型风格,且符合一定标准的特定生产工序。

3.4

大曲酱香综合酒标准样品

具有足够的广泛性、稳定性、权威性,且具备大曲酱香综合基酒特征风格,经过感官鉴定和技术鉴定,并附有关性能特征数据的标准样品。

4 产品分级

综合基酒按质量等级分为优级、一级、二级和三级。

5 技术要求

5.1 原料要求

应符合 T/GZRHJX 001 的规定。

5.2 勾调工艺

根据酒体设计方案以及勾兑过程以酒勾酒,不使用任何外加物质的原则,选取经分型分级后盘勾合格的基酒,对照标准酒体进行小型勾兑,确定最佳酒体设计方案,根据设计方案扩大酒体设计总量进行中试勾兑,中试酒体经感官和理化检验合格后进行大型勾兑,大型勾兑酒体经感官和理化检验合格后贮存备用。

5.3 感官要求

综合基酒感官要求及检验方法应符合表 1 的规定。

表 1 仁怀产区大曲酱香综合基酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香突出,复合香显著,且有愉悦的特殊香,空杯留香长,可用作调味酒	酱香显著,复合香明显,空杯留香较长	酱香明显,有复合香,空杯留香	有酱香,略有异香	
口味	酒体醇厚、丰满,诸味协调,回味长,可用作调味酒	酒体较醇厚,诸味谐调,后味较长	酒体醇和,协调,有后味	酒体较醇和,微有异味	
风格	风格典型	风格明显	风格尚可	风格一般	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0,<93.0	≥80.0,<88.0	≥70.0,<80.0	T/GZRHJX 004
^a 当酒的温度低于 15℃时,允许出现白色絮状沉淀物质或失光,15℃以上时应逐渐恢复正常。					

5.4 理化要求

综合基酒理化指标及检验方法应符合表 2 的规定。

表 2 仁怀产区大曲酱香综合基酒理化指标及检验方法

项目	优级	一级	二级	三级	检验方法
酒精度 ^a (20℃)/%vol	≥53.5				GB 5009.225
总酸(以乙酸计)/(g/L)	≥2.00	≥1.60	≥1.40	≥1.20	GB/T 10345
总酯(以乙酸乙酯计)/(g/L)	≥3.20	≥2.60	≥2.20	≥2.00	GB/T 10345
固形物/(g/L)	≤0.70				GB/T 10345
己酸乙酯/(g/L)	≤0.20	≤0.30		≤0.40	GB/T 10345
^a 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0%vol。					

5.5 真实性要求

5.5.1 采用气相色谱或气质联用仪测定产品非酒精挥发性风味组分指纹图谱,建立大曲酱香综合基酒风味组分数数据库,通过气相色谱指纹图谱及其数据库验证其真实性。

5.5.2 采用稳定同位素质谱测定白酒中乙醇及微量醇酯的¹³C/¹²C值,建立仁怀产区大曲酱香综合基酒同位素数据库,综合判断基酒是否添加外源乙醇或外源呈香、呈味物质。

5.5.3 建立每一个等级的综合基酒标准样品,作为综合基酒真实性验证参比标准。标准样品的制备执行 T/GZRHJX 005。

5.6 食品安全要求

应符合 GB 2757 的规定。

6 生产过程的卫生要求

6.1 应符合 GB 8951、GB 14881 要求。

6.2 在酿酒、贮存、勾调、罐装、运输等环节应防止不合格容器及接触材料对基酒带来的污染,应对生产全过程使用的容器、输酒管道、瓶盖、密封材料等进行监控。

7 检验规则

按 GB/T 10346 执行。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

按 GB 2757 的规定执行。

8.2 包装、运输、贮存

按 SB/T 10713 执行。

团 体 标 准

T/GZRHJX 003—2019

仁怀产区大曲酱香酒

Daqu Jiang-xiang Baijiu of Renhuai production region

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.10—2014《标准编写规则 第10部分：产品标准》给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位：贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒研究所。

本标准参与起草单位：贵州省产品质量监督检验院(国家酒类及饮料质量监督检验中心)、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评(品酒师)技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂(集团)有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业(集团)有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒(集团)有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人：陈仁远、何菲、黄亿、玉光惠、李小波、赵文武、唐平华、先春、王程成、陈梦元、冯永渝、卢红梅、吕云怀、孟望霓、王蕾、高远丽、冯健瑛、李小梅、王雪茹、邹明鑫、龙则河、李明金、袁力宏、宋首秋、谷晨雷、罗吉洪、刘永国。

仁怀产区大曲酱香酒

1 范围

本标准规定了仁怀产区大曲酱香酒的术语和定义、产品分类分级、技术要求、生产过程的卫生要求、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于仁怀产区大曲酱香酒的生产、检验及销售。

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 2757 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒
- GB 5009.225 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定
- GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
- GB 8951 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒生产卫生规范
- GB/T 10345 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 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB/T 33404 白酒感官品评导则
- T/GZRHJX 001 仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒
- T/GZRHJX 002 仁怀产区大曲酱香综合基酒
- T/GZRHJX 004 仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南
- T/GZRHJX 005 仁怀产区大曲酱酒系列标准样品制备技术规范

3 生产范围的确定

仁怀产区大曲酱香酒的生产范围限于贵州省仁怀市的特定区域内,即仁怀市的行政区域。

4 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

4.1

仁怀产区大曲酱香酒

在仁怀区域范围自然酿酒生态圈内,将陈酿的大曲酱香综合基酒经调味、陈酿、检验、包装而成的,不直接或间接添加食用酒精及非自身固态发酵产生的呈香、呈味、呈色物质,具有大曲酱香酒风格的白酒。

4.2

调味

轮次基酒勾调成综合基础酒后,针对基础酒的香气和口味特点,选用一定量的特征调味酒弥补酒体

的平衡和协调,使其符合一定标准,保持大曲酱香酒特征风格的一项专门的技术。

4.3

大曲酱香酒标准样品

具有足够的广泛性、稳定性、权威性,且具备大曲酱香成品酒特征风格,经过感官鉴定和技术鉴定,并附有关性能特征数据的标准样品。

5 产品分类分级

5.1 产品分类

按产品酒精度分为:

——高度酒:45%vol ≤ 酒精度 ≤ 55%vol;

——低度酒:30%vol ≤ 酒精度 < 45%vol。

5.2 产品分级

高度酒按质量等级分为特级、优级、一级、二级;低度酒按质量等级分为优级、一级、二级。

6 技术要求

6.1 原料要求

应分别符合 T/GZRHJX 001 和 T/GZRHJX 002 的规定。

6.2 工艺要求

依据实物标准样品,选取与其相似度高的综合基酒为主体酒,分别品鉴标准样品及主体酒并识别其差异,根据其差异选取能加强或互补的不同香型、不同轮次、不同酒精度、不同酒龄的调味酒进行小型调味,确定方案,按调味比例放大后形成大曲酱香成品酒,经陶坛等容器陈酿、净化及检验合格后进行产品包装出厂。

6.3 感官要求

高度酒、低度酒感官要求及检验方法应分别符合表 1、表 2 的规定。

表 1 仁怀产区大曲酱香高度酒感官要求及检验方法

项目	特级	优级	一级	二级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a				GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香突出、幽雅细腻,有陈香等特殊香气,空杯留香持久	酱香突出、细腻,空杯留香持久	酱香显著,空杯留香久	酱香明显、清雅舒适,空杯留香	
口味	酒体醇厚、细腻,有陈味等特殊口味,回味悠长	酒体丰满、醇厚、协调,回味悠长	酒体丰满、醇和、协调、回味长	酒体协调,回味较长	

表 1 (续)

项目	特级	优级	一级	二级	检验方法
风格	风格典型、突出	风格典型	风格显著	风格明显	GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
评分范围/分	≥95.0	≥93.0, <95.0	≥88.0, <93.0	≥80.0, <88.0	T/GZRHJX 004
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 仁怀产区大曲酱香低度酒感官要求及检验方法

项目	优级	一级	二级	检验方法
色泽和外观	无色(或微黄)透明,无浑浊,无悬浮物,无沉淀物 ^a			GB/T 33404、 T/GZRHJX 004
香气	酱香较突出,空杯留香较久	酱香纯正,空杯香好	酱香较纯正,空杯香较好	
口味	酒体醇和、协调,回味长	酒体柔和、协调,回味较长	酒体柔和,味长	
风格	风格典型	风格显著	风格明显	
评分范围/分	≥93.0	≥88.0, <93.0	≥80.0, <88.0	T/GZRHJX 004
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。				

6.4 理化指标

高度酒、低度酒理化指标及检验方法应分别符合表 3、表 4 的规定。

表 3 仁怀产区大曲酱香高度酒理化指标及检验方法

项目	特级	优级	一级	二级	检验方法
酒精度 ^a (20℃)/%vol	45~55				GB 5009.225
固形物/(g/L)	≤0.70				GB/T 10345
总酸(以乙酸计)/(g/L)	≥2.20	≥2.00	≥1.60	≥1.20	GB/T 10345
总酯(以乙酸乙酯计)/(g/L)	≥3.60	≥3.20	≥2.60	≥2.00	GB/T 10345
己酸乙酯/(g/L)	≤0.20	≤0.20	≤0.30	≤0.40	GB/T 10345
a 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0%vol。					

表 4 仁怀产区大曲酱香低度酒理化指标及检验方法

项目	优级	一级	二级	检验方法
酒精度 ^a (20℃)/%vol	30~45			GB 5009.225
固形物/(g/L)	≤0.70			GB/T 10345
总酸(以乙酸计)/(g/L)	≥1.00	≥0.80	≥0.80	GB/T 10345
总酯(以乙酸乙酯计)/(g/L)	≥1.60	≥1.40	≥1.20	GB/T 10345
己酸乙酯/(g/L)	≤0.30	≤0.40	≤0.40	GB/T 10345
a 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0%vol。				

6.5 真实性要求

6.5.1 采用气相色谱或气质联用仪测定产品非酒精挥发性风味组分指纹图谱,建立大曲酱香酒风味组分数据库,通过气相色谱指纹图谱及其数据库验证其真实性。

6.5.2 采用稳定同位素质谱测定白酒中乙醇及微量醇酯的¹³C/¹²C值,建立仁怀产区大曲酱香酒同位素数据库,综合判断基酒是否添加外源酒精或外源呈香、呈味物质。

6.5.3 建立每一个等级的大曲酱香酒标准样品,作为大曲酱香酒真实性验证参比标准。标准样品的制备执行 T/GZRHJX 005。

6.6 食品安全要求

应符合 GB 2757 的规定。

7 生产过程的卫生要求

7.1 应符合 GB 8951、GB 14881 的要求。

7.2 在酿酒、贮存、勾调、罐装、运输等环节应防止不合格容器及接触材料对仁怀大曲酱香酒带来的污染,应对生产全过程使用的容器、输酒管道、瓶盖、密封材料等进行监控。

8 检验规则

按 GB/T 10346 执行。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

按 GB 2757 和 GB 7718 的规定执行。

9.2 包装、运输、贮存

按 GB/T 10346 执行。



二、指南标准

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系

团 体 标 准

T/GZRHJX 004—2019

仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南

Guidlines on the application of flavor wheel for Daqu Jiang-xiang Baijiu of
Renhuai production region

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.7—2017《标准编写规则 第 7 部分：指南标准》给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位：贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒研究所。

本标准参与起草单位：贵州省产品质量监督检验院(国家酒类及饮料质量监督检验中心)、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评(品酒师)技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂(集团)有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业(集团)有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒(集团)有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人：陈仁远、何菲、王程成、李小波、彭茵、玉光惠、先春、赵文武、王莉、唐平华、肖洋、黄亿、吴天祥、吕云怀、李其书、丁勇、徐强、吴鑫颖、陈兴希、冯小宁、王杰秋、黄旋、朱珠、蒋洪久、冯健瑛、李小梅、王凡、胡杰。

引 言

风味轮作为风味特征的描述术语评价体系,是酒类描述型分析标准化的重要标志,将产品风味感官性质形象的表现出来,方便人们认识、学习、研究和应用产品的风味性质。对于工艺独特且享誉全球的仁怀产区大曲酱香酒来说,建立属于自己的风味轮,形成独特的感官评价体系是非常有必要的。此外,这对于提升行业及消费者对酱香酒的风味认识非常有意义。

本标准在 GB/T 33405—2016 的术语和定义基础上,对附录 A 的风味轮盘描述语窖香、鲜、咸、苦等进行了补充,便于理解。

本标准参考国际上其他酒种风味轮的制作过程,绘制了大曲酱香酒风味轮。采用杯测法对大曲酱香酒进行评分,并在附录 B 中设计了大曲酱香酒杯测法评分细则,将白酒感官品评与风味轮紧密地结合起来。附录 C 中利用风味轮评分标准对同类型酱香酒进行比较分析,能更加直观地判定产品的不同风格以及品质的高低。

仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南

1 范围

本标准提供了与仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒、大曲酱香综合基酒和大曲酱香酒风味轮有关的关键术语和定义,利用风味轮对酱香酒进行感官特征描述与质量评价。

本标准适用于仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒、大曲酱香综合基酒和大曲酱香酒感官特征及质量评价等相关领域。

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/T 10221 感官分析 术语
- GB/T 10345 白酒分析方法
- GB/T 33404 白酒感官品评导则
- GB/T 33405 白酒感官品评术语
- GB/T 33406 白酒风味物质阈值测定指南

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

大曲酱香酒风味轮

将大曲酱香酒、综合基酒、轮次基酒的风味感官特征,以轮盘的形式,用多层次描述语表现出来的图形。

注:大曲酱香酒风味轮参见附录 A。

3.2

描述语

对酒体进行品尝后对直观感受的描述性语言。

3.3

香气

通过鼻子能感知到的酒体挥发性愉快气息的总称。

3.4

窖香

白酒生产工艺中因为使用窖泥等产生的呈现窖底或窖面的综合性香气特征。

注:改写 GB/T 33405—2016,定义 4.2.1.10。

3.5

空杯香

盛装过白酒的空杯放置一段时间后,通过鼻子能感知到的空杯溢出的香气。

3.6

味觉

酒体在人的口腔内对味觉器官化学感受系统的刺激并产生的一种感觉。

3.7

鲜味

酱香酒中某些物质呈现的类似土鸡汤、鲍鱼、香菇汤以及味精等物质的味觉特征。

注：改写 GB/T 33405—2016,定义 4.3.5。

3.8

咸味

白酒中某些物质呈现的类似咸酱以及食盐等物质的味觉特征。

注：改写 GB/T 33405—2016,定义 4.3.4。

3.9

苦味

白酒中某些物质呈现的类似咖啡、雪茄以及苦杏仁等物质的味觉特征。

注：改写 GB/T 33405—2016,定义 4.3.3。

3.10

杯测法

通过感官品评将大曲酱香酒中香气和味觉的感官特征量化为分数的一种定性定量评价方法。

4 测定条件

品评人员,品评地点,品评室温度范围、气味和噪声、颜色和照明,器具等应符合 GB/T 33406 的要求。

5 大曲酱香酒感官特征描述与质量评价

5.1 感官特征描述

5.1.1 香气特征识别

依据定性参比样及风味轮(参见附录 A)按顺时针方向对待测样品的原料香、发酵香、陈酿香、空杯香、异香等进行逐一识别。识别时根据自己的阈值水平对应其大类香气特征从内层到外层逐一延伸细分到每一子项香气特征,并记录。

5.1.2 味觉特征识别

依据定性参比样及风味轮(参见附录 A)按顺时针方向对待测样品的口味、口感等进行逐一识别。识别口味时应逐一识别甜、酸、苦、咸、鲜五种基本味的强度和平衡性;识别口感时应逐一识别柔和度、丰满度、协调度、纯净度、持久度等特征,并记录。

5.2 感官质量评价

依据感官识别记录及参照附录 B 对待测样品进行质量评价,并打分记录。评分时各感官特征分值范围应符合色泽为 0~10 分,香气为 0~25 分,味为 0~50 分,风格为 0~15 分,根据待测样品的评分进行质量等级评定,同时待测样品的评分应符合相关质量标准评分规定。

6 感官评价结果及描述

6.1 感官评价结果

根据 5.1.1 和 5.1.2 采集的数据对应相关质量标准对待测样的质量作综合评价,并依据标准完善色、香、味、格的感官评语。

6.2 感官评价结果的描述

依据每一批待测样的评价结果进行数据分析,按照附录 C 对所有的已测样品的评价结果进行汇总描述,具体描述方法参照附录 C。

7 评价结果异常值判断

不同人对相同酒样品评结果中异常值的判断采用三倍标准差法(3σ),即计算多人或多次品评结果的算术平均值(\bar{X})与标准差(S),品评结果中 $\geq \bar{X} + 3S$ 或 $\leq \bar{X} - 3S$ 的值视为异常值。示例:对同一酒样多次或多人的品评结果分别为 X_1 、 X_2 、 X_3 、 \dots 、 X_n ,则算术平均值按式(1)计算,标准差按式(2)计算。

$$\bar{X} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n X_i \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2} \quad \dots\dots\dots(2)$$

附 录 B
(资料性附录)

大曲酱香酒杯测法评分规则

表 B.1 大曲酱香酒感官描述语及评分参考细则

类别	打分项目	特征描述	打分范围	类别	打分项目	特征描述	打分范围						
色(X_1)	色泽和外观	—	0~10分	香(X_2)	空杯香	花香	0~2分						
香(X_2)	原料	粮香	0~1分			曲香		陈香	曲香				
		其他	0~1分						油脂香	……			
	发酵香	酱香	0~8分								异香	化学气	-10~0分
		曲香	0~3分									代谢产物气味	-1~0分
		芳香	0~2分		工艺产生		-4~0分						
		调味品香	0~0.5分			……							
		清香	0~0.2分					基本味	鲜	0~6分			
		甜香	0~0.2分						其他味	咸	0~5分		
		窖香	0~0.2分		涩		苦			0~4分			
		酸香	0~0.5分			酸	酸			0~3分			
		酯香	0~0.5分				甜			甜	0~2分		
		烘烤香	0~1.3分					溜		溜	-1~0分		
		芝麻香	0~0.2分						辣	辣	-3~0分		
		糟香	0~0.1分		麻					麻	-1~0分		
		瓜香	0~0.4分			……				柔和度	0~10分		
		果香	0~0.8分				丰满度					0~10分	
		草木香	0~0.4分					协调度					0~10分
	土香	0~0.3分	纯净度						0~10分				
	绿叶或蔬菜香	0~0.4分			持久度								
	陈酿香	油脂香		0~7分		格(X_4)				风格个性	—		
烟熏肉味													
蜜枣香													
陈香													

注 1: 香气满分 30 分,最终统计得分按总分的 25%折算。
注 2: 味觉满分 70 分,最终统计得分按总分的 50%折算。
注 3: 总分 $Y = X_1 + \frac{25}{30}X_2 + \frac{50}{70}X_3 + X_4$ 。

附录 C
(资料性附录)

大曲酱香酒感官定量描述分析

依据附录 B 对不同大曲酱香酒进行评分,表 C.1 为采用建立的风味轮评分标准对不同大曲酱香酒定量描述分析结果。图 C.1 为部分香气描述特征柱状图,图 C.2 为部分口感描述特征雷达图,可分别从图中直观比较不同酒样的香气特征差异和口感轮廓差异。

表 C.1 酱香酒定量描述分析方法用表示例

酒样	描述特征															
	色泽	香气						味觉						风格		
	色	原料香	发酵香	陈酿香	空杯香	异香	……	基本味	柔和度	丰满度	协调度	纯净度	持久度	其他味	……	格
酒样 1	6	2	15	6	1.2	-2		15	6	7.5	9.5	6	9.5	0		11
酒样 2	10	1.8	17	7	1.8	0		19	9.5	10	9	9.5	9.5	0		14
……																

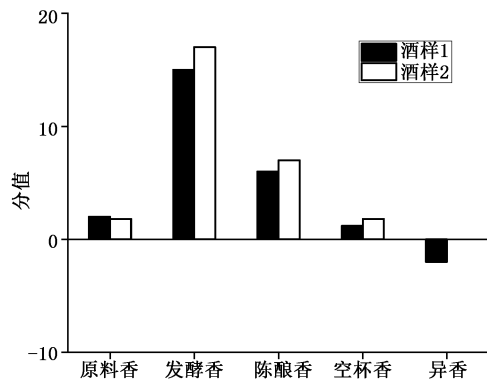


图 C.1 香气描述特征柱状图

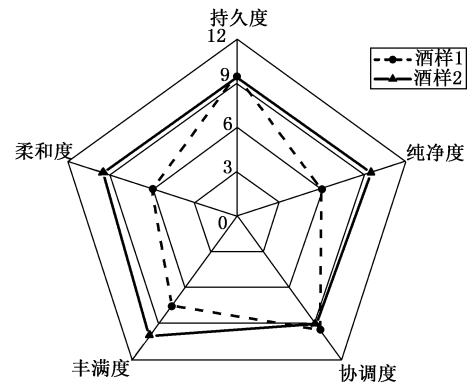


图 C.2 口感描述特征雷达图



三、生产技术标准

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系

团 体 标 准

T/GZRHJX 005—2019

仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备 技术规范

Technical specification for the reference materials preparation of Daqu
Jiang-xiang Baijiu series in Renhuai production region

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.5—2017《标准编写规则 第 5 部分：规范标准》给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位：贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒研究所。

本标准参与起草单位：贵州省产品质量监督检验院(国家酒类及饮料质量监督检验中心)、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评(品酒师)技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂(集团)有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业(集团)有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒(集团)有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人：陈仁远、先春、何菲、玉光惠、赵文武、李小波、彭茵、唐平华、王程成、邱树毅、黄永光、程新政、周靖、王林、黄旋、陈梦元、朱珠、黄亿、王蕾、李怀忠、吴正勇、李玉琼、赵乾、徐波、邓昌伟、刘学阳、王金材。

仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备技术规范

1 范围

本标准规定了仁怀产区大曲酱香轮次基酒、大曲酱香综合基酒、大曲酱香酒标准样品的制备、包装、标签、标识、证书和有效期。

本标准适用于仁怀产区大曲酱香轮次基酒、大曲酱香综合基酒、大曲酱香酒的感官品质评定和标准样品的制备。

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 8951 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒生产卫生规范
- GB/T 10346 白酒检验检测规则和标志、包装、运输、贮存
- GB/T 15000.4 标准样品工作导则 第4部分:证书、标签和附带文件的内容
- GB/T 15000.6 标准样品工作导则 (6)标准样品包装通则
- GB/T 33404 白酒感官品评导则
- SB/T 10713 白酒原酒及基酒流通技术规范
- CNAS-GL003 能力验证样品均匀性和稳定性评价指南
- T/GZRHJX 001 仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒
- T/GZRHJX 002 仁怀产区大曲酱香综合基酒
- T/GZRHJX 003 仁怀产区大曲酱香酒
- T/GZRHJX 004 仁怀产区大曲酱香酒风味轮应用指南
- T/GZRHJX 006 仁怀产区酱香大曲生产技术规范
- T/GZRHJX 007 仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品

具有足够的广泛性、稳定性、权威性,且分别具备大曲酱香轮次基酒、综合基酒、成品酒特征风格,经过感官鉴定和技术鉴定,并附有关性能特征数据的系列标准样品。

4 产品分类分级要求

4.1 大曲酱香基酒标准样品分类分级要求

仁怀产区大曲酱香基酒标准样品分为一轮次基酒、二轮次基酒、三轮次基酒、四轮次基酒、五轮次基酒、六轮次基酒、七轮次基酒和综合基酒;等级分为优级、一级、二级、三级。

4.2 大曲酱香酒标准样品分类分级要求

仁怀产区大曲酱香酒标准样品高度酒等级分为特级、优级、一级、二级,低度酒等级分为优级、一级、二级。

5 制备

5.1 原料选取

5.1.1 按以下方式进行基准样选取:

- a) 组建由省级以上评委或国家一级品酒师为组长,国家三级及以上品酒师(5人~7人)为组员的团队到当年不同海拔酿造区域的规模酱香型白酒生产企业,对企业按 T/GZRHJX 006 和 T/GZRHJX 007 的要求生产的基酒和成品酒按 GB/T 33404 和 T/GZRHJX 004 进行感官品评,直接筛选出品质(轮次、等级)有代表性、符合预期要求的基酒和成品酒作为基准样;
- b) 研制单位根据相关要求审查具备条件的白酒企业建立的酱香型白酒标准实验生产基地,按 T/GZRHJX 006 和 T/GZRHJX 007 的要求生产出具有稳定性、均匀性、代表性和典型性的基酒和成品酒,基准样的选取按 5.1.1a) 进行操作。

5.1.2 选取品质符合标准要求的、有代表性的、相应等级的仁怀产区轮次基酒、综合基酒、大曲酱香酒,其感官指标、理化指标、安全指标应分别符合 T/GZRHJX 001、T/GZRHJX 002、T/GZRHJX 003 的要求。

5.1.3 选用的仁怀产区轮次基酒、综合基酒、大曲酱香酒要有足够的数量,宜多于标准目标实物样数量的 2~3 倍,以保证满足使用需要。

5.1.4 仁怀产区轮次基酒、综合基酒、大曲酱香酒选取后应进行酒精度跟踪测定,以便于采取保质措施。选取的基酒应存放于干燥、无异味、密封性良好的陶瓷坛或陶瓷瓶内,放置于温度为 10℃~25℃、相对湿度为 70%、无异味的库房内。

5.2 样品制备

5.2.1 仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备工艺流程图见图 1,按以下要求进行配对和配制:

- a) 配对:将不同区域、不同企业、不同编码的同轮次、同等级的基准样进行设计配对;
- b) 配制:将同轮次、同等级的基准样酒按一定比例盘勾组合成同轮次、不同等级的标准初样,再将不同轮次、不同等级或同等级的基准样酒按一定比例勾兑组合成综合等级的标准初样。

5.2.2 制备工艺和选用的加工工具应保证原料基酒的均匀性,避免容器和环境等对基酒的污染。

5.2.3 将不同酿造区域内选送的同轮次、同等级仁怀产区轮次基酒、综合基酒、大曲酱香酒按密码编号进行综合法设计配对(标准样品量 ≥ 1 t),对照所配等级的基准样进行评比,剔除不符标准水平的单样,选定可配制的单样若干个。品质评定按 GB/T 33404 和 T/GZRHJX 004 进行。

5.2.4 小样配制

在 5.2.3 选定的单样中,选取有区域代表性和品质代表性的若干个单样按比例配制成一个小样(0.5 kg~1 000 kg),用其他单样反复调制,使感官要求、理化指标基本符合标准样品的品质要求。每次配制与调整时应记录每个单样所用的样品数量及调整的情况。

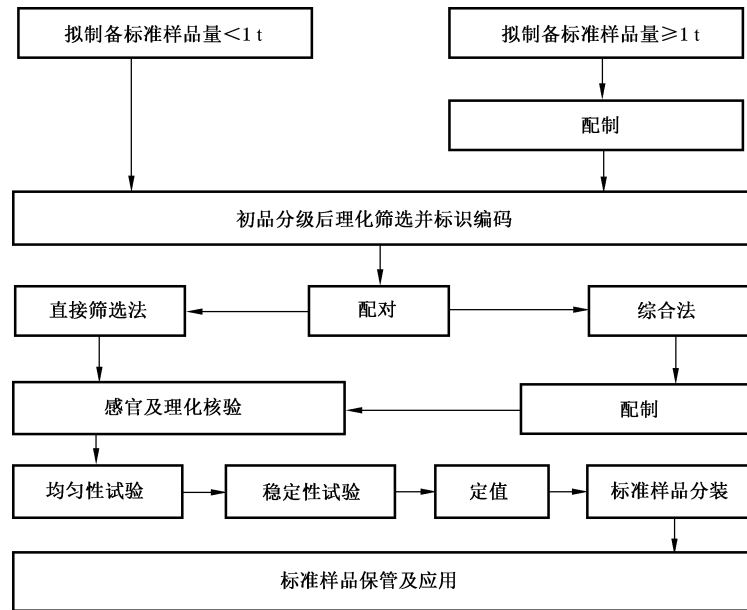


图 1 仁怀产区大曲酱香酒系列标准样品制备工艺流程图

5.2.5 小样排序

小样配制结束后,对照基准样品水平作进一步调整,直到全部符合基准样品水平后,封样。每次配制与调整时应记录每个单样所用的样品数量及调整的情况。

5.2.6 大样制备

选择符合 GB 8951 要求的场所制备大样。制备时应对照小样试制,小样均匀性和稳定性的试验参照 CNAS-GL003 规定的方法进行。选择有代表性和容易发生变化的特性量进行均匀性和稳定性试验,随机从制备的小样中抽取 10 个或 10 个以上的样品,在重复条件下至少测试 2 次,通过单因子方差分析法和 t 检验法判别小样是否均匀和稳定,符合要求后再按比例配制成大样,记录各配制用量和总样品量,再进行批量制备。

5.2.7 大样定值及评定

对 5.2.6 批量制备的仁怀产区轮次基酒、综合基酒、大曲酱香酒样品按 GB/T 33404 和 T/GZRHJX 004 进行感官品质评定,理化指标按 T/GZRHJX 001、T/GZRHJX 002 和 T/GZRHJX 003 规定的项目进行评定,出具综合评定结果(定值报告)。评定结果符合标准样的,出具标准样品证书。

5.2.8 样品分装

评定结果符合基准样的大样应尽快进行分装。按 GB/T 10346 进行样品分装。

6 包装、标签和标识

6.1 包装

包装容器宜采用密封性良好的陶瓷酒瓶或白酒瓶,样品量为 50 mL~125 mL,包装容器的要求应按照 GB/T 10346、GB/T 15000.6 和 SB/T 10713 执行。

6.2 标签和标识

标准样品包装外需粘贴标签和封签。标签应注明标准样品的名称、标准名称、标准代号、轮次、等级、选用范围、产地、样品的编号与批号、样品制备单位等内容。封签应包括标准样品制备日期、有效期等内容。

7 证书

标准样品的证书内容应按照 GB/T 15000.4 执行。

8 有效期

标准样品有效期为两年。

9 使用和保管

9.1 任何人不得更改标准样品。在使用前要摇匀,以免走样。

9.2 考虑到液体样品的挥发性,每年制作的标准样品在感官品评时略微有区别,其理化指标以标准样品证书为准,文字标准是标准样品的补充。

9.3 标准样品应由专人负责保管,放置于无直射光,温度为 10℃~25℃和相对湿度为 70% 的无异味环境中。

10 标准样品的制备单位

由行业协会或标准管理部门指定或认可的检验机构、科研院所及实验室组织制备。

团 体 标 准

T/GZRHJX 006—2019
代替 TB52/RHJX 003—2015

仁怀产区酱香大曲生产技术规范

**Production technical specification for Jiang-xiang Daqu of Renhuai
production region**

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.5—2017《标准编写规则 第 5 部分：规范标准》给出的规则起草。

本标准代替 TB52/RHJX 003—2015《仁怀酱香大曲生产技术规范》。

本标准与 TB52/RHJX 003—2015 相比，除编辑性修改外，主要变化如下：

- 标准名称修改为“仁怀产区酱香大曲生产技术规范”；
- 修改了规范性引用文件；
- 修改了酱香大曲生产工艺流程图；
- 增加了制曲生产厂房曲仓要求及附录 A 和附录 B。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒研究所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位：贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒研究所。

本标准参与起草单位：贵州省产品质量监督检验院（国家酒类及饮料质量监督检验中心）、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评（品酒师）技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂（集团）有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业（集团）有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业（集团）有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒（集团）有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业（集团）有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒（集团）有限公司、贵州京华酒业（集团）有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人：陈仁远、赵文武、何菲、李小波、先春、季克良、唐平华、玉光惠、王程成、汪地强、王迁、曹大明、黄平、陈梦元、母光刚、王林、何月月、冯健瑛、胡杰、罗平、杨洪碧、陈月、龙代州、刘仁胜、雷显仲、曾辉、李登科。

仁怀产区酱香大曲生产技术规范

1 范围

本标准规定了仁怀产区酱香大曲的术语和定义、工艺流程、原辅料标准及要求、出仓曲块、生产用曲标准及要求、制曲工序。

本标准适用于仁怀产区酱香大曲的生产。

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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB/T 5494 粮油检验 粮食、油料的杂质、不完善粒检验

GB/T 5498 粮油检验 容重测定

GB/T 5519 谷物与豆类 千粒重的测定

GB 5749 生活饮用水卫生标准

DB52/T 871 酱香型白酒酿酒用大曲

QB/T 4257 酿酒大曲通用分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

仁怀产区酱香大曲

以小麦为生产原料,通过 40 天高温发酵,贮存 6 个月后作为生产大曲酱香酒的糖化发酵剂。

4 传统生产工艺流程

酱香大曲生产工艺流程见图 1。

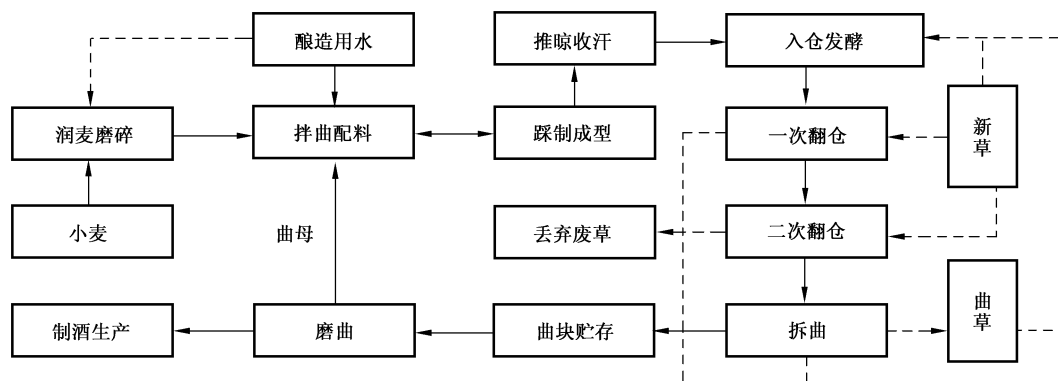


图1 酱香大曲生产工艺流程

5 技术要求

5.1 原辅料要求

5.1.1 小麦

5.1.1.1 感官要求

呈金黄色,颗粒坚实、饱满、均匀、皮薄、干燥、无霉变。

5.1.1.2 理化指标

制曲用小麦理化指标应符合表1规定。

表1 小麦理化指标要求

项 目	要 求	试验方法
水分/(g/100 g)	≤13.0	GB 5009.3
粗蛋白/(g/100 g)	≥10.0	GB 5009.5
粗淀粉/(g/100 g)	≥60.0	—
不完善粒/%	≤4.0	GB/T 5494
杂质/%	≤1.0	GB/T 5494
千粒重/g	≥38.0	GB/T 5519
容重/(g/L)	≥710	GB/T 5498

5.1.2 稻草

感官要求:新鲜、干燥、无霉变、呈金黄色。

5.1.3 曲母

选用6个月以上的符合生产用曲标准的优质曲药作曲母。

5.1.4 拌料用水

应符合 GB 5749 的规定。

5.2 曲仓要求

5.2.1 发酵仓

发酵仓的长×宽×高规格为 9.5 m×3.8 m×6.5 m,地面面积约为 36 m²,采用三合土夯实;墙壁为一般的水泥墙,离地面 4.5 m 高处要采用木板铺设望板(隔热层),发酵仓房顶采用青瓦铺盖;离地面 50 cm 高处设置透气孔,其长×高规格为 40 cm×50 cm,离地面 3.5 m 高处设置通风窗,其长×高规格为 90 cm×180 cm,参见附录 A。

5.2.2 干燥仓

干燥仓的长×宽×高规格为 10 m×8 m×6 m,地面采用三合土夯实或水泥找平,地面铺设 30 cm 高的木制衬板,防止大曲霉变;墙壁一般为水泥墙,离地面 5 m 高处设置通风排湿窗,其长×高规格为 1.2 m×1.5 m,干燥仓房顶采用混凝土或青瓦斜面铺盖,参见附录 B。

5.3 出仓曲块、生产用曲要求

5.3.1 出仓曲块(发酵仓)

出仓曲块分为以下三类:

- 黄曲:占比≥80%,金黄色或棕黄色,曲香浓郁,具有典型的仁怀产区酱香大曲风格。
- 白曲:占比≤10%,麦粉色,有曲香味和生麦味。
- 黑曲:占比≤10%,棕黑色,曲香明显,略有焦味。

感官要求:曲香浓郁,无霉味、油味和酸味,曲块表面无青霉、毛霉等异常状况,曲色均匀。黄曲皮厚,黑、白曲皮薄,曲心呈菊花状。

5.3.2 生产用曲

生产用曲的感官要求和理化要求应符合表 2 及 DB52/T 871 的规定。

表 2 生产用曲感官和理化要求

项 目	要 求	试验方法
粒状,直径/mm	细粉状,≤3	7 目筛过筛法
颜色	黄褐色	目测
糖分/%	0.5~1.5	斐林试剂法
水分/(g/100 g)	≤12	QB/T 4257
粗淀粉/(g/100 g)	52.0~60.0	QB/T 4257
酸度/(mmol/10 g)	1.0~3.5	QB/T 4257
糖化力/U	100~300	QB/T 4257
注:以上系指水分为 12%大曲的标准,水分高于或低于 12%者,按 12%折算。		

5.3.3 成曲率及原辅料消耗定额

5.3.3.1 成曲率(以小麦计)≥75%，按公式(1)计算。

$$\text{成曲率} = \frac{\text{成品曲量} - \text{曲母量}}{\text{小麦量}} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

5.3.3.2 新稻草用量(以小麦计):5%~7%。

5.3.3.3 曲母用量(以小麦计):6%~8%。

6 酱香大曲制曲工序

6.1 小麦磨碎工序

6.1.1 小麦磨碎工序在工艺流程中的位置

小麦磨碎工序在工艺流程中的位置见图 2。

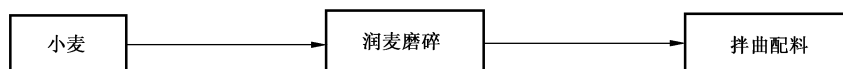


图 2 小麦磨碎工序在工艺流程中的位置

6.1.2 工序控制要求

小麦磨碎工序控制要求应符合表 3 的规定。

表 3 小麦磨碎工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	磨碎度	细粉少,块皮多;不糙手,不腻手	随时抽查
2	仓容量	以小麦计,≤10 500 kg	每仓

6.1.3 控制方法

6.1.3.1 由曲师根据小麦的磨碎情况随时调整钢磨,控制磨碎度。

6.1.3.2 由曲师根据仓贮量控制小麦用量。

6.1.4 操作规程

6.1.4.1 生产前要检查提升机、钢磨、搅拌机等设备是否良好,确认正常后按发酵室容量领取当日所需的小麦,做好小麦计量原始记录。

6.1.4.2 小麦投入生产前,曲师要检查小麦的软硬度,根据情况确定润粮水量,以免小麦磨碎后存在细粉太多而块皮过少的现象。润粮在磨麦前一天进行,润粮至磨碎时间不得超过 24 h,以免小麦霉烂变质。

6.1.4.3 曲师根据磨碎度要求,调整好钢磨的控制开关,保证小麦磨碎度。未经曲师允许,任何人不得随意调整控制开关。

6.2 拌曲配料工序

6.2.1 拌曲配料工序在工艺流程中的位置

拌曲配料工序在工艺流程中的位置见图 3。

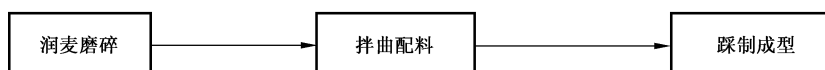


图 3 拌曲配料工序在工艺流程中的位置

6.2.2 工序控制要求

拌曲配料工序控制要求应符合表 4 的规定。

表 4 拌曲配料工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次(用量)
1	曲母用量	为小麦量的 6%~8%(冬天宜多,夏天宜少)	仓计量
2	拌曲感官	搅拌后水、曲、粉均匀,无疙瘩,无干粉,做到手捏成团,丢下即散	随时检查
3	用水量	为小麦量的 37%~40%	每仓

6.2.3 控制方法

6.2.3.1 由曲师根据生产速度控制小麦、曲母和水的流量,使之符合拌曲感官要求。

6.2.3.2 做好曲母用量原始记录。

6.2.4 操作规程

6.2.4.1 按用量标准根据不同的季节和气温确定曲母的具体用量。

6.2.4.2 按规定的数量领用曲母,倒入曲母输送箱。

6.2.4.3 检查搅拌机、曲母机及有关设备,无异常状况后,开机并调整好麦粉、曲母和水的控制开关,使之混合均匀。

6.2.4.4 将调整过程中的不符合拌曲标准的曲料返回搅拌机重新搅拌。

6.3 踩制成型工序

6.3.1 踩制成型工序在工艺流程中的位置

踩制成型工序在工艺流程中的位置见图 4。

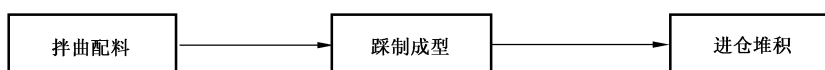


图 4 踩制成型工序在工艺流程中的位置

6.3.2 工序控制要求

踩制成型工序控制要求应符合表 5 的规定。

表 5 踩制成型工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	成型曲块	边角整齐,无断裂,无夹灰,四边紧、中间松,呈龟背型	每块

6.3.3 控制方法

由曲师或班长负责成型后曲块是否合格的判定,不合格的要返工。

6.3.4 操作规程

6.3.4.1 在曲模(其规格为 37 cm×18 cm×7 cm)中撒上少许干麦粉(防止曲块与地面粘连),将搅拌好的曲料放入曲模,按四边多踩中间少踩的原则进行踩曲。要求成型后曲块呈龟背型,中间最厚部分不超过 10 cm。

6.3.4.2 将曲块平置于晾堂中凉置,凉置时间不宜过长(以侧立后不变型为宜),以免水分挥发过多,影响发酵。曲块凉置后将曲块侧立装入运输车送至发酵室内进行堆曲。

6.3.4.3 将凉置和运输过程中破裂、松散的曲块加水后再成型。

6.3.4.4 做好进仓日期和曲块数量的原始记录。

6.4 进仓堆积工序

6.4.1 进仓堆积工序在工艺流程中的位置

进仓堆积工序在工艺流程中的位置见图 5。

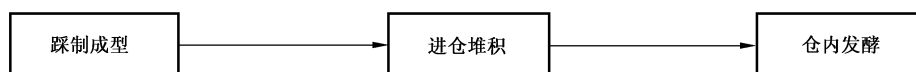


图 5 进仓堆积工序在工艺流程中的位置

6.4.2 工序控制要求

进仓堆积工序控制要求应符合表 6 的规定。

表 6 进仓堆积工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	曲块堆放	每仓曲块不超过六行,每行不超过五层	每仓
		靠墙、底部、顶部和最后一行的曲块按侧立顺行的方式堆放,其余曲块按横三块、竖三块的方式交错侧立堆放	每仓
2	新稻草用量	为小麦量的 5%~7%	每仓
3	凉水用量	为小麦量的 0.5%~1.0%	每仓

6.4.3 控制方法

6.4.3.1 由曲师按规定要求检查堆放曲块。

6.4.3.2 由曲师按每仓小麦量控制每仓稻草和凉水用量。

6.4.4 操作规程

6.4.4.1 堆曲前先在墙边竖立一层与墙隔离的稻草,然后在地面铺上层宽约 50 cm、压紧后约 17 cm 厚的曲草,铺草要求铺平、铺均匀,以免因铺垫不平,出现曲块倒塌现象。

6.4.4.2 将曲块按堆放要求进行堆放,放一块曲卡一把草,卡草要呈扇形,曲草量以能将曲块隔离(曲块之间的距离约 2 cm~3 cm)为宜。

6.4.4.3 堆好一层曲后,再铺上一层压紧后约 5 cm 厚的曲草,然后进行第二层曲块的堆放(见 6.4.4.2),第三、四层曲块的堆放与前同,第五层曲块按顺行侧立的方式堆放(加草方法见 6.4.4.2),每行的每层曲块量控制在 60 块左右。

6.4.4.4 靠门或最后一行的曲块堆放时,用适量的新稻草横铺在曲块下,堆曲完毕后将其折叠在上层曲块下压紧,使曲块堆放整齐、美观又利于保温。

6.4.4.5 在每行曲块面上盖一层曲草(厚度与铺草相同),堆曲完毕后将盖草轻轻压平,均匀洒上量水。

6.4.4.6 堆曲过程中,新、老草必须混合使用,不允许出现单独使用新草或老草的现象。

6.4.4.7 关闭好发酵室门窗。

6.4.4.8 做好制曲生产原始记录。

6.5 仓内发酵工序

6.5.1 仓内发酵工序在工艺流程中的位置

仓内发酵工序在工艺流程中的位置见图 6。

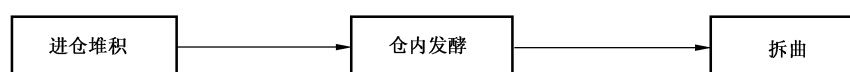


图 6 仓内发酵工序在工艺流程中的位置

6.5.2 工序控制要求

仓内发酵工序控制要求应符合表 7 的规定。

表 7 仓内发酵工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	第一次翻曲	曲块进仓发酵 6 天~8 天,温度在 60 °C 以上	每仓
2	第二次翻曲	第一次翻曲后 6 天~8 天,温度达 50 °C~55 °C	每仓

6.5.3 控制方法

由曲师根据曲块进仓日期、曲块温度和曲香味确定是否翻曲。

6.5.4 操作规程

6.5.4.1 第一次翻曲的前一日,检测曲块温度。

检测方法:将曲仓中上层曲块取出后,测量每两层曲块的温度,当温度达到规定范围时即可翻曲。

6.5.4.2 将曲块上的盖草掀开,在未堆曲的曲仓另一边铺上垫草和隔草,然后将发酵均匀的曲块按要求进行翻放。翻曲的堆曲方式与入仓堆曲相同。

6.5.4.3 第二次翻曲按第一次翻曲的规定进行。

6.5.4.4 冬季翻曲时要注意曲块的保温,不得随意开启门窗,翻曲速度要快,以免温度下降过快,影响发酵质量。

6.5.4.5 做好制曲生产原始记录。

6.6 拆曲工序

6.6.1 拆曲工序在工艺流程中的位置

拆曲工序在工艺流程中的位置见图 7。

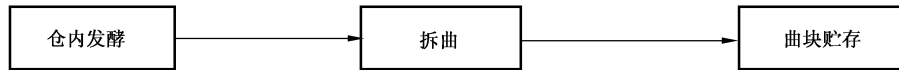


图 7 拆曲工序在工艺流程中的位置

6.6.2 工序控制要求

拆曲工序控制要求应符合表 8 的规定。

表 8 拆曲工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	曲块	曲块上不得粘附有 3 cm 以上长的曲草	随机
2	仓内发酵期	≥40 天	每仓

6.6.3 控制方法

6.6.3.1 按要求拆除稻草。

6.6.3.2 由车间根据入仓日期确定拆曲日期。

6.6.4 操作规程

6.6.4.1 将盖草转入其他曲仓内,拆净粘附在曲块上的曲草(不得遗留 3 cm 以上长的曲草),将拆出的曲块运入指定干曲仓内。

6.6.4.2 择出混杂在废草中的曲块、曲粉。选出可再用的曲草,待下轮次生产使用,将不能再用的曲草集中堆放处理。

6.6.4.3 计量白曲、黑曲数量,计算黄、黑、白曲比例。

6.6.4.4 做好原始记录。

6.7 曲块贮存工序

6.7.1 曲块贮存工序在工艺流程中的位置

曲块贮存工序在工艺流程中的位置见图 8。

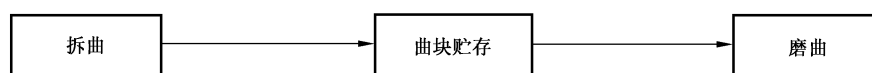


图 8 曲块贮存工序在工艺流程中的位置

6.7.2 工序控制要求

曲块贮存工序控制要求应符合表 9 的规定。

表 9 曲块贮存工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	贮存期	≥180 天	每仓
2	贮存环境	通风、防潮	每仓

6.7.3 控制方法

6.7.3.1 车间建立曲块贮存档案,按先进先出的原则确定出仓日期。

6.7.3.2 设置必备的消防设施。

6.7.3.3 定期检查曲块贮存状况。

6.7.3.4 曲虫防治办法:通过安装纱门、纱窗,使用诱捕器,安装灭虫灯,厌氧闷杀等方法对曲虫进行防治,并定期清扫曲虫及虫卵。

6.7.3.5 防鼠办法:通过粘鼠板、安装铁丝网防止老鼠进入曲仓,采用诱捕、曲仓外定点投放毒饵等办法进行防治,并定期清扫曲仓。

6.7.4 操作规程

6.7.4.1 按月和雨后检查曲块贮存情况。凡出现曲块受潮现象,及时报告有关部门。

6.7.4.2 专职安全员随时检查贮存安全工作。

6.7.4.3 按车间通知开仓磨曲时间。

6.8 磨曲工序

磨曲工序在工艺流程中的位置见图 9。

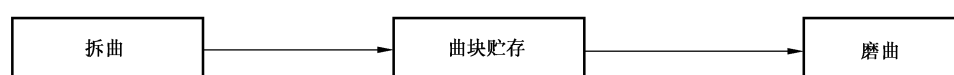


图 9 磨曲工序在工艺流程中的位置

6.8.1 工序控制要求

磨曲工序控制要求应符合表 10 的规定。

表 10 磨曲工序控制要求

序号	项目	要求	检测频次
1	曲粉	无直径 3 mm 以上的颗粒	每日
2	装袋计量	净重 60 kg±0.5 kg	每袋

6.8.2 控制方法

6.8.2.1 由计量员负责曲粉量计量。

6.8.2.2 由班长负责曲粉磨碎度控制,不符合要求的曲粉不得发出。

6.8.3 操作规程

- 6.8.3.1 将规定曲仓内的曲块运至曲块粉碎机处进行曲块粉碎。
 6.8.3.2 检查曲粉,当发现有直径 >3 mm 的颗粒时,及时更换磨曲机筛片。
 6.8.3.3 磨曲同时开启除尘设备。
 6.8.3.4 曲块磨碎后,按要求计量装袋,交保管员发往制酒车间。
 6.8.3.5 按期进行除尘器清扫,将除尘器中的曲粉返回到粉碎机中重新处理。
 6.8.3.6 做好曲粉交接原始记录。

7 制曲过程中参数

制曲过程中参数应符合表 11 的规定。

表 11 制曲生产过程参数对照表

1. 小麦破碎	过 20 目		过 100 目		
	40%~60%		5%~10%		
2. 曲料水分	36%~40%				
3. 仓内发酵	酸度/(mmol/10 g)	糖分/%	水分/(g/100 g)	淀粉/(g/100 g)	糖化力/U
(1)第一次翻曲	1.00~2.90	1.00~3.40	35.0~40.0	45.0~58.0	30.0~80.0
(2)第二次翻曲	1.60~3.00	1.00~3.50	30.0~38.0	45.0~60.0	30.0~160.0
(3)出仓曲	1.10~3.00	1.10~2.10	8.0~12.0	50.0~62.0	50.0~500.0

附录 A

(资料性附录)

制曲生产厂房发酵仓结构图

制曲生产厂房发酵仓结构见图 A.1。

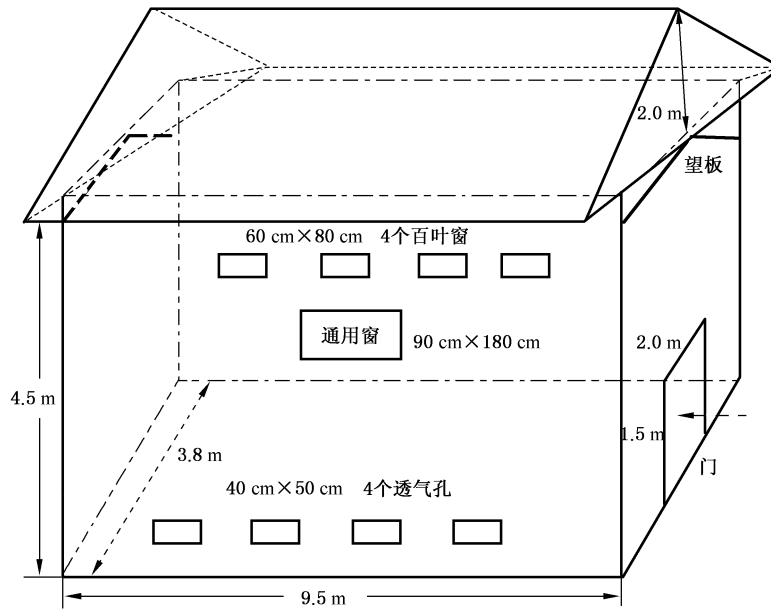


图 A.1 制曲生产厂房发酵仓结构图

附录 B
(资料性附录)
制曲生产厂房干燥仓结构图

制曲生产厂房干燥仓结构见图 B.1。

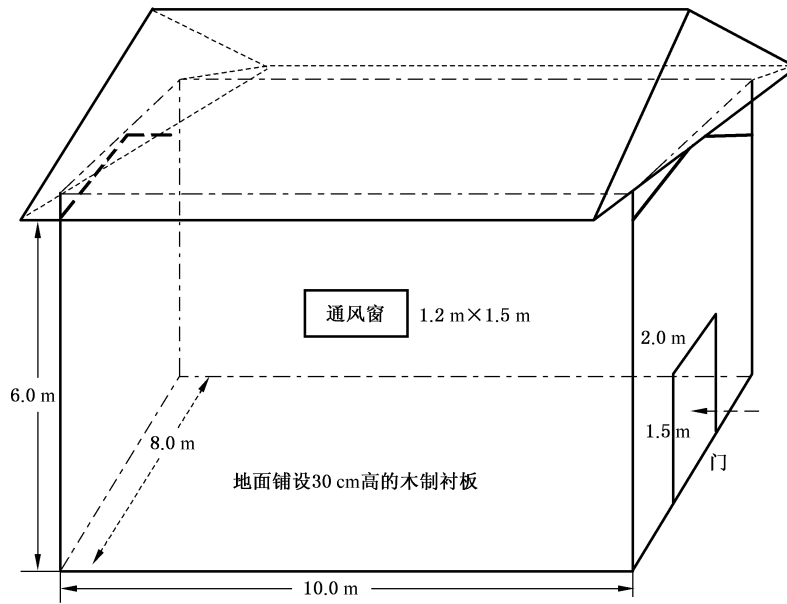


图 B.1 制曲生产厂房干燥仓结构图

团 体 标 准

T/GZRHJX 007—2019
代替 TB52/RHJX 002—2015

仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范

**Production technical specification for Daqu Jiang-xiang Baijiu of Renhuai
production region**

2019-12-09 发布

2020-03-09 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.5—2017《标准编写规则 第 5 部分：规范标准》给出的规则起草。

本标准代替 TB52/RHJX 002—2015《仁怀大曲酱香酒生产技术规范》。

本标准与 TB52/RHJX 002—2015 相比，除编辑性修改外，主要变化如下：

- 标准名称修改为“仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范”；
- 修改了一至七轮次基酒的感官要求；
- 修改了酱香酒生产工艺流程图、勾兑控制要求；
- 增加了小盘勾、大盘勾、分型分级等控制要求；
- 增加了附录 E 制酒生产现场环境管理制度和附录 F 输酒管道技术要求。

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这些专利的责任。

本标准由贵州省产品质量监督检验院仁怀分院和仁怀酱香白酒科研所联合提出。

本标准由贵州省仁怀市酒业协会归口。

本标准主要起草单位：贵州省产品质量监督检验院仁怀分院、仁怀酱香白酒科研所。

本标准参与起草单位：贵州省产品质量监督检验院(国家酒类及饮料质量监督检验中心)、贵州大学酿酒与食品工程学院、贵州食品工程职业学院、贵州茅台酒股份有限公司、茅台学院、仁怀市市场监督管理局、陈仁远白酒品评(品酒师)技能大师工作室、贵州钓鱼台国宾酒业有限公司、贵州国台酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国宝酒厂、贵州省仁怀市茅台镇仁帅酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇文中酒业有限公司、贵州茅台镇北街酒厂(集团)有限责任公司、贵州祥康酒业有限公司、贵州黔酒股份有限公司、贵州省仁怀市茅台镇君丰酒业有限公司、贵州无忧酒业(集团)有限公司、贵州五星酒业集团有限责任公司、贵州怀庄酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市酒中酒(集团)有限责任公司、贵州茅台镇国威酒业(集团)有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇华星酒业有限公司、贵州中心酿酒集团有限公司、贵州醉泉酒业有限公司、贵州爱心酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇远明酿制酒厂、贵州金酱酒业有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇夜郎古酒厂、贵州老掌柜酿酒(集团)有限公司、贵州京华酒业(集团)有限公司、贵州省仁怀市茅台镇乾晨酒业有限公司、贵州省仁怀市鼎泰丰酒业有限公司、贵州省仁怀市茅台镇国贵酒业有限公司、贵州省仁怀市鹏彦酒业有限公司、贵州贵酿酒业有限公司、贵州省仁怀市酱香型白酒产业发展投资有限责任公司、贵州省仁怀市茅台镇国和酒业有限公司、贵州省仁怀市润丰酒业有限公司。

本标准主要起草人：陈仁远、李小波、何菲、赵文武、先春、玉光惠、季克良、唐平华、吴天祥、王程成、王莉、曹大明、曾佐益、王蕾、谭丁夫、陈刚、陈克飞、陈梦元、张悍仁、穆彪、陈浪、赵华、冯发军、罗治国、母先勇、李枝权、刘代勇。

仁怀产区大曲酱香酒生产技术规范

1 范围

本标准规定了制酒生产工艺流程、原料、生产场地、生产工艺、贮存、勾兑、调味、检验、包装等操作要求。

本标准适用于仁怀产区大曲酱香酒企业酿酒生产、贮存、勾调、包装、运输全过程。

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 4806.9 食品安全国家标准 食品接触用金属材料及制品
- GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.9 食品安全国家标准 食品中淀粉的测定
- GB/T 5492 粮油检验 粮食、油料的色泽、气味、口味鉴定
- GB/T 5494 粮油检验 粮食、油料的杂质、不完善粒检验
- GB/T 5498 粮食检验 容重测定
- GB/T 5519 谷物与豆类 千粒重的测定
- GB 5749 生活饮用水卫生标准
- GB 8951 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒生产卫生规范
- GB 14881 食品安全国家标准 食品生产通用卫生规范
- GB/T 15686 高粱单宁含量的测定
- GB/T 16860 感官分析方法 质地剖面检验
- GB/T 23544 白酒企业良好生产规范
- GB 50016 建筑设计防火规范
- GB 50694 酒厂设计防火规范
- GBZ 1 工业企业设计卫生标准
- DB52/T 879 酱香型白酒废糟处理管理规范
- T/CBJ 004 固态发酵酒醅通用分析方法
- T/GZRHJX 001 仁怀产区大曲酱香一至七轮次基酒
- T/GZRHJX 002 仁怀产区大曲酱香综合基酒
- T/GZRHJX 006 仁怀产区酱香大曲生产技术规范
- 白酒生产许可证审查细则
- 食品生产许可审查通则
- 中华人民共和国食品安全法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 仁怀产区大曲酱香轮次基酒

在仁怀区域范围自然酿酒生态圈内,以优质糯高粱、小麦、水为原料,以高温酱香大曲为糖化发酵剂,经传统固态双边发酵、蒸馏、分轮次贮存的,不直接或间接添加食用酒精及非自身固态发酵产生的呈香、呈味、呈色物质,具有大曲酱香轮次特征风格的白酒。

3.2 班组

在一个生产周期内,从下沙到丢糟整个生产过程中利用窖池生产大曲酱香酒的团队。

4 传统工艺流程

仁怀产区大曲酱香酒生产工艺流程见图 1。

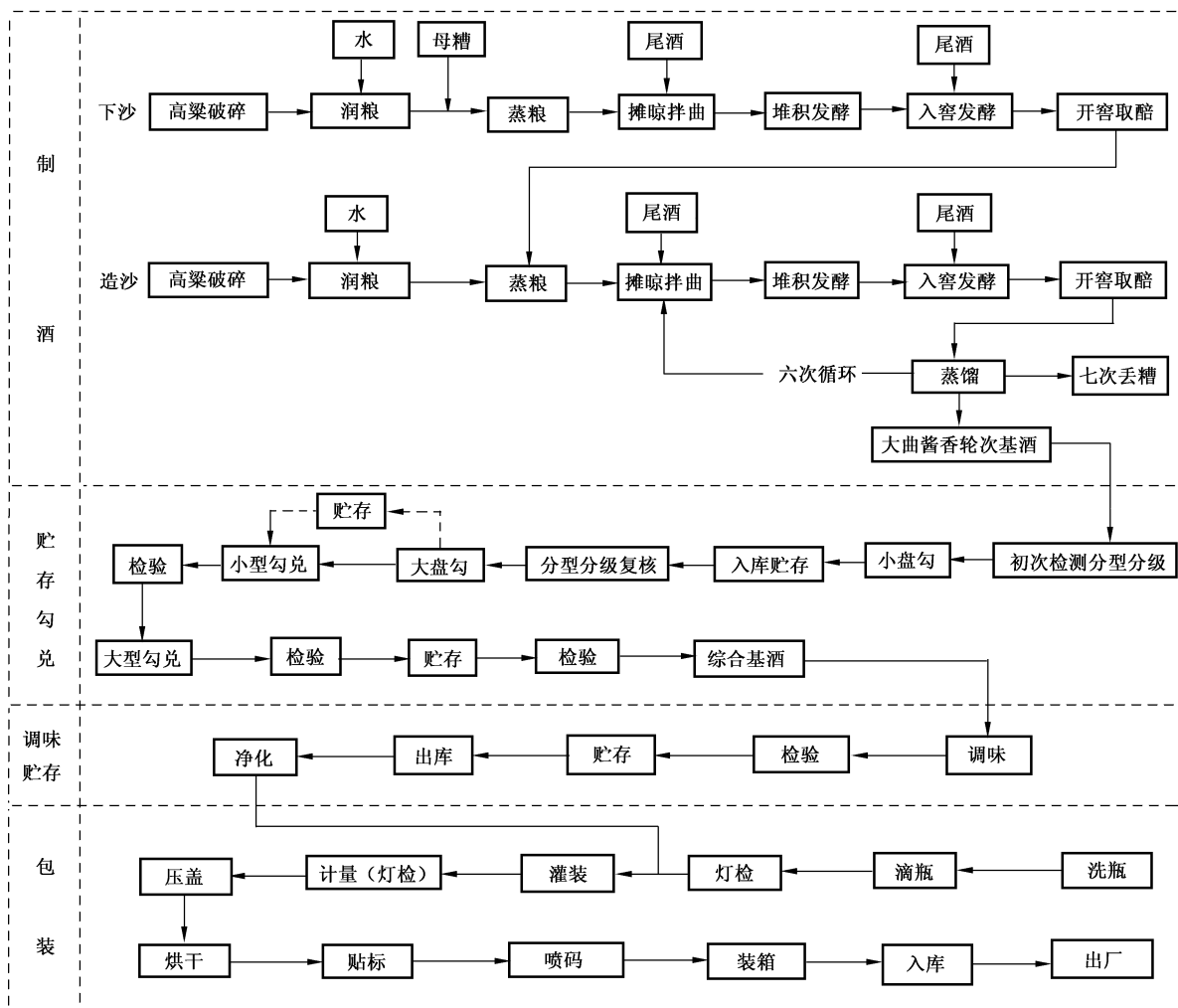


图 1 仁怀产区大曲酱香酒生产工艺流程图

5 基本要求

5.1 厂房设计要求

5.1.1 厂房设计和建设应符合 GB 8951、GB 50016、GB 50694、GB 14881 和 GBZ 1 的规定。内外环境

应满足食品企业生产许可对生产厂房的要求,并参见附录 A 的要求。

5.1.2 工器具和设备应符合《白酒生产许可证审查细则》的规定,并参见附录 B 的要求。

5.2 原辅料要求

5.2.1 高粱

主要采用贵州省仁怀市本地或周边地区的红缨子等糯高粱,具有皮厚、粒小、胚芽所占比例大、支链淀粉含量高的特点。其吸水量低,耐蒸煮,不易糊化,为仁怀大曲酱香酒两次投料、九次蒸煮、八次发酵和七次取酒提供了特殊的原料要求。其感官要求应符合表 1 的规定,理化要求应符合表 2 的规定。

表 1 高粱感官要求

项 目	要 求	试验方法
色泽	具有本品固有的色泽,一般为红色、红褐色、深褐色、褐紫色	GB/T 5492
气味	具有本品固有气味,无异杂味	GB/T 5492
净度	无霉变、无污染、无杂质	GB/T 5494
质地	颗粒坚实、饱满、均匀,断面呈玻璃质状	GB/T 16860

表 2 高粱理化要求

项 目	要 求	试验方法
容重/(g/L)	≥ 780	GB/T 5498
千粒重/(g/千粒)	13~25	GB/T 5519
不完善粒/%	≤ 3.0	GB/T 5494
水分/%	≤ 14.0	GB 5009.3
支链淀粉占总淀粉的比例/%	≥ 88	—
总淀粉/(g/100 g)	50~75	GB 5009.9
粗淀粉/(g/100 g)	≥ 60	—
杂质/%	≤ 1.0	GB/T 5494
单宁/%	≥ 1.0	GB/T 15686

5.2.2 大曲

以小麦为原料,经粉碎、拌料、成型、入仓发酵而成的糖化发酵剂。其感官要求及理化要求应符合 T/GZRHJX 006 中对大曲的要求。

5.2.3 谷壳

亦称稻壳、糠壳、砻糠。稻壳是在加工大米时脱下的外壳,是水稻籽粒的附属物,根据外形可分为长瓣稻壳和短瓣稻壳。长瓣稻壳皮厚,壳质较硬,短瓣稻壳皮薄,壳质较软。稻壳为酿制大曲酒的填充料,一般使用前需清蒸 30 min,在蒸酒蒸粮时起到填充、疏松糟醅的作用,在酒醅发酵过程中利于微生物生长、繁殖和发酵。感官要求:气味正常,新鲜,无污染、无异味、无霉变、无虫蛀的金黄色干燥谷壳,谷壳呈块瓣状,夹杂物少,宜粗,以一破两开为宜。杂质 $\leq 1.2\%$,水分 $\leq 12\%$ 。

5.2.4 酿造用水

制酒原料的润粮、浸泡、制曲拌料、微生物培养、量水等工艺过程用水,感官和理化指标应符合 GB 5749 的要求。

5.2.5 尾酒

亦称酒尾。蒸馏后期出的酒精度较低的酒液,其酒精度范围为 8%vol~15%vol。

5.2.6 母糟

酱香型白酒生产过程中,未经烤第六次酒而继续保留在窖内发酵,用于下一生产周期下沙配用的酒醅。母糟应发酵正常、香气好、产酒好。感官要求:无霉变。理化指标应符合表 3 的规定。

表 3 母糟理化指标

项 目	要 求	试验方法
酸度/(mmol/10 g)	1.5~3.5	T/CBJ 004
水分/%	48~56	T/CBJ 004
糖分/%	1.1~3.5	T/CBJ 004
粗淀粉/%	14~19	T/CBJ 004

5.2.7 窖泥

用于封窖和制作窖底的黏土。封窖用泥要求无石块、无杂物、无污染、含沙量低、腐植质少的本地黄色或紫红色黏性泥土,(下、造沙时)使用 90%左右的新泥与 10%左右的老泥混合。若原窖泥发臭不能继续使用,则根据封窖泥的密封性能适当更换新泥。

5.2.8 稻草

稻草应干燥、无霉变、无杂质,呈金黄色。长度>50 cm,水分<10%。

5.3 酿造设备

发酵窖池:紫红泥底砂条石壁石窖。

5.4 人员要求

应符合《食品生产许可审查通则》的规定。

5.5 安全生产

应规范安装足够的消防设备、设施;应符合 GB 50016 和 GB 50694 的规定。

5.6 卫生要求

洗手、消毒、更衣等设备设施以及原料库、成品库的卫生、防霉、防虫、防鼠等,制曲、酿酒、勾兑调味等各工序卫生要求应符合 GB/T 23544 的规定。废糟处理应符合 DB52/T 879 的规定。

6 典型体及轮次基酒的质量要求

6.1 典型体

窖面:曲香突出,稍有或无泥味,干净,无异杂味。

酱香:酱香(味)突出,咸鲜感明显,丰满、醇厚,回味悠长。

窖底:窖香浓郁、醇和,后味干净。

醇甜:酱香(味)明显、醇和、回甜、干净。

混合:两种或三种香型兼而有之或略有窖底风格。

6.2 轮次基酒

一至七轮次基酒的感官及理化要求应符合 T/GZRHJX 001 的规定。

7 工艺参数

每一年度的轮次产酒计划、香型酒计划、曲药用量计划、谷壳用量计划、母糟用量计划、尾酒用量计划、润粮用量计划、生熟沙比例等应符合附录 C 的相关要求。

8 工序作业操作规范

8.1 制酒生产环节的高粱破碎、润粮、蒸粮、摊晾拌曲、堆积发酵、入窖发酵、开窖取醅、上甑、接酒、入库、运输等工序的控制要求、控制方法、操作规程等应符合附录 D 的相关要求。

8.2 贮存、勾兑、调味、检验和包装等工序的控制要求、控制方法、操作规程等应符合附录 D 的相关要求。

9 关键控制点

生产过程中生产工艺关键控制点、参数要点及控制方法参见附录 E。

10 不合格项目处理

生产过程中不合格现象及其纠正处理措施参见附录 F。

附 录 A
(资料性附录)
生产现场环境管理制度

- A. 1 保持生产场地清洁、卫生,做到窗户明亮,无蜘蛛网、无垃圾、无杂物。生产房(包括更衣室)内不许随地吐痰,不许吸烟,不许猜拳喝酒。
- A. 2 生产场地工用具、曲药、谷壳要按定置要求整齐堆放。不得乱放、乱堆,每天工作完毕,应将工用具清洗干净,保持现场整洁。
- A. 3 小酒库和生产场地内的各种酒坛要摆放整齐,坛口要封扎好,各种设备要保持干净、整洁。
- A. 4 更衣室衣服挂放整齐,休息地点的桌椅干净,地面整洁、无灰尘。
- A. 5 保持接酒池清洁、卫生,排水沟畅通无阻,水缸周围整洁;每天要更换一次地锅水。
- A. 6 保持窖面平整、清洁,不许有任何杂物。
- A. 7 不准在冷却缸内洗澡、洗脸、洗脚、洗碗筷、洗衣服和工用具,保持冷却缸内清洁、卫生。
- A. 8 严禁带石灰、煤油、盐及其他有害物品进入生产房,严禁机动车进入生产房。
- A. 9 生产人员出入生产房必须洗脚,管理人员出入生产房要把鞋底洗干净。外来人员未经允许不准进入生产房。
- A. 10 员工下窖必须使用楼梯,不许乘坐抱斗出入窖池。
- A. 11 制作窖底时,要有人监护,以防窖潮伤人。
- A. 12 使用鼓风机和打糟机时严禁从导电线上辗过。移动打糟机和鼓风机时应首先切断电源,以防触电事故发生。
- A. 13 报废设备不准堆放在生产现场。
- A. 14 要做好生产用水的清污分流工作,不允许将污水排到清水沟中。

附 录 B
(资料性附录)
生产运输管道技术要求

为防范在生产、贮存、勾调、罐装、运输等环节由于不合格容器及接触材料对白酒带来的污染,切实保障白酒产品的质量和安全,特对白酒生产使用的容器、输酒管道、瓶盖、密封材料等进行严格规范要求。

B.1 酿酒环节

B.1.1 蒸馏酒所用的酒甑、冷凝管道材质应为不锈钢、木质等材料,避免使用铝制材料。

B.1.2 接酒用容器应为不锈钢材质容器,尾酒等的回收储存也应使用不锈钢容器。

B.2 贮存、勾调、运输环节

B.2.1 贮酒用容器应为陶坛、不锈钢罐等,不应使用塑料桶。

B.2.2 在贮存、勾调及运输环节使用的输酒用管道及密封件应为达到食品级别的检验合格的不锈钢管道或塑胶管道,材质应符合相关规范的要求。

B.2.3 酒库中固定部分的输酒管道应采用不锈钢材质管道,并采取有效措施减少酒液在管道中的积存。泵应采用不锈钢自吸式酒泵。

B.2.4 贮酒容器及酒瓶内壁所用涂料应符合相关食品卫生要求。

B.3 罐装环节

B.3.1 成品罐与灌装机之间应用不锈钢管道固定连接,灌装机罐装头应避免增加塑料管。

B.3.2 由于破瓶等原因回收酒液时,也应使用不锈钢容器盛装。

B.4 相关要求

B.4.1 不锈钢管道、容器等材质应符合 GB 4806.9 的规定。

B.4.2 塑料管材、瓶盖密封材料应不添加邻苯二甲酸酯类物质,且达到食品级使用要求。

B.4.3 贮酒容器及酒瓶内壁所用涂料应符合相关食品卫生要求。

B.4.4 盛装白酒勾调用水容器应为不锈钢桶或罐。

B.4.5 白酒生产企业所使用的贮酒容器、输酒管道、瓶盖、密封材料等,在投入使用前,应检验合格,确保符合《中华人民共和国食品安全法》及《白酒生产许可证审查细则》等相关要求,并加强对基酒、半成品酒及成品酒的品质检测,尤其要加强外购酒的质量安全控制。

附录 C
(资料性附录)
制酒生产的工艺参数要求

C.1 轮次产酒计划和年度香型酒计划

每个轮次产酒量计划应符合表 C.1 的规定。

表 C.1 轮次产酒计划

轮次	计划/%	52 吨班/kg	56 吨班/kg
一轮次	≤9	≤4 680	≤5 040
二轮次	≤14	≤7 280	≤7 840
三轮次	≥25	≥13 000	≥14 000
四轮次	≥22	≥11 440	≥12 320
五轮次	≥15	≥7 800	≥8 400
六轮次	≤10	≤5 200	≤5 600
七轮次	≤5	≤2 600	≤2 800

年度香型酒产酒量计划应符合表 C.2 的规定。

表 C.2 年度香型酒计划

投产年度	产量/t	酱香/kg	酱香占产量/%	窖底/kg	窖底占产量/%	合格率/%
第一年	52(56)	2 600(2 800)	5	260(280)	0.5	94
第二年	52(56)	4 160(4 480)	8	520(560)	1.0	95
第三年及以后	52(56)	6 500(7 000)	12.5	1 560(1 680)	3.0	96

注：括号中的数据表示另一种生产计划。

C.2 高粱用量预算

高粱用量预算应符合表 C.3 的规定。

表 C.3 高粱用量预算

轮次	每甌用量/kg	52 吨班总量/t	56 吨班总量/t
下沙	750	63.0	67.5
造沙	375	61.8	66.9

C.3 曲药用量预算

曲药用量预算应符合表 C.4 的规定。

表 C.4 曲药用量预算

轮次	用曲量/kg			窖底用曲/kg		窖面用曲/kg	
	52 吨班	56 吨班	占高粱总量/%	52 吨班	56 吨班	52 吨班	56 吨班
下沙	6 300	6 780	5	660	720	0	0
造沙	17 460	18 780	14	660	720	660	720
一轮次	18 720	20 160	15	0	0	660	720
二轮次	17 460	18 780	14	1 440	1 500	660	720
三轮次	14 940	16 140	12			660	720
四轮次	13 740	14 820	11	1 460	1 540	660	720
五轮次	9 960	10 740	8			660	720
六轮次	7 500	8 040	6			660	720
合计	106 080	114 240	85	4 220	4 480	4 620	5 040
允许超用 6% 的用曲量			52 吨班:6 895 kg		56 吨班:7 426 kg		
<p>注 1: 为方便领用曲药,以每袋 60 kg 计,取百分比的近似值为轮次用量。</p> <p>注 2: 允许超用 6% 的曲药不在轮次用曲计划内,但必须在三轮次生产前(含三轮次)用完。</p> <p>注 3: 窖底制作:每窖用曲量 110 kg~120 kg,下、造沙生产各只制作 6 个窖;一轮次酒生产不烤窖底;其他轮次根据窖底成熟情况分别烤取窖底而制定。</p> <p>注 4: 窖面用曲:以每轮次 55 kg~60 kg 每窖的要求而定;下沙轮次不制作窖面。</p>							

C.4 谷壳用量预算

谷壳用量预算应符合表 C.5 的规定。

表 C.5 谷壳用量预算

单位为吨

轮次	下沙	造沙	一轮次	二轮次	三轮次	四轮次	五轮次	六轮次	七轮次	合计
52 吨班	0.4	0.8	1.2	1.8	2.7	3.7	5.0	5.6	4.8	26.0
56 吨班	0.5	1.0	1.5	2.0	3.0	4.0	5.2	5.8	5.0	28.0
<p>注: 下沙、造沙、一轮次、二轮次使用谷壳做隔离介质。从第三轮次酒开始,蒸酒时糟醅中要加入少许谷壳,随轮次的递增逐渐加大谷壳用量。谷壳用量每甬控制在 15 kg 内,总量控制为高粱总量的 12%。</p>										

C.5 母糟用量预算

占下沙高粱用量的 7%~10%,只限于下沙生产使用。

C.6 尾酒用量预算

C.6.1 下沙期间拌料用尾酒量为高粱用量的2%~3%。

C.6.2 各轮次酒醅入窖时所用尾酒由酿酒师根据堆积发酵情况掌握,但数量不得低于120 kg。即堆积时水分控制为38%,低于38%时,多加尾酒,高于38%时,少加尾酒。

C.7 润粮水量预算

下沙投入水量为高粱用量的52%~54%,其中润粮水量占48%~52%,量水占2%~4%;造沙投入水量为高粱用量的54%~56%,其中润粮水量占50%~54%,量水占2%~4%。具体还应根据高粱的水分而定。

C.8 生熟沙比例

以高粱投入量计,比例为1:1。

附录 D

(资料性附录)

制酒生产工序作业操作规范

D.1 酿酒环节

D.1.1 高粱破碎

D.1.1.1 破碎要求

D.1.1.1.1 下沙粉碎度要求碎粒的比例为 17%~20%；造沙粉碎度要求碎粒的比例为 27%~30%。要求每粒高粱都要经过粉碎机压过，不要有“跑粒”，这样才有利于蒸煮糊化。

D.1.1.1.2 大量粉碎前先用少量的高粱调机，待达到合格的粉碎度后再大量粉碎。

D.1.1.1.3 高粱粉碎后用麻袋装袋计量，每袋 75.0 kg。

D.1.1.1.4 生产结束后断电、停机，打扫场地及设备，清洁卫生。

D.1.1.2 控制要求

高粱破碎工序在工艺流程中的位置见图 D.1，工序控制要求应符合表 D.1 的规定。

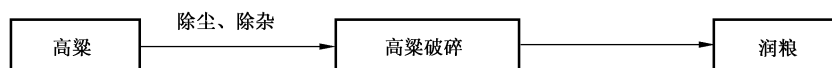


图 D.1 高粱破碎工序在工艺流程中的位置

表 D.1 高粱破碎工序控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	破碎度	下沙:17%~20%;造沙:27%~30%	每周 2 次以上
2	计量	每袋:75 kg±0.5 kg	抽检率≥5%

D.1.1.3 控制方法

D.1.1.3.1 生产管理部化验员按每台钢磨每周≥2 次的频率进行破碎度抽样检测分析，并出具化验检测报告单交制曲车间办公室、磨粮班组及相关单位。

D.1.1.3.2 曲师根据化验检测报告单对照破碎度标准，进行破碎度的调整控制。

D.1.1.4 操作规程

D.1.1.4.1 由生产管理部和制曲车间提前一天通知用粮单位和相关部门到磨粮现场，按宁粗勿细（块瓣多，细粉少）的原则进行高粱破碎度的检测，当破碎度符合要求时，即为初检合格。

D.1.1.4.2 化验员每周 2 次取样，按破碎度检测规程进行破碎度的检测，填写报告单并及时送交有关单位和部门。

D.1.1.4.3 由曲师根据高粱破碎度要求控制好破碎度。

D.1.1.4.4 高粱破碎后，按计量标准进行装袋，累计误差≤±2.5 kg。

D. 1. 2 润粮

D. 1. 2. 1 控制要求

润粮是使破碎后的高粱均匀吸收一定量水分的操作,润粮工序在工艺流程中的位置见图 D. 2,工序控制要求应符合表 D. 2 的规定。



图 D. 2 润粮工序在工艺流程中的位置

表 D. 2 润粮工序控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	润粮水温	$\geq 95\text{ }^{\circ}\text{C}$	全数
2	润粮水量	参见附录 C 投入水量	全数
3	高粱量	每堆 $\leq 750\text{ kg}$	全数
4	第二天粮堆温度	$\geq 45\text{ }^{\circ}\text{C}$	全数

D. 1. 2. 2 控制方法

D. 1. 2. 2. 1 由酿酒师或指定人员用温度计测量水缸内水温,水温 $\geq 95\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,将水倒入水桶,测量桶内水温 $\geq 95\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,方可进行润粮。

D. 1. 2. 2. 2 粮堆温度应在粮堆顶面下 10 cm~20 cm 处检测。

D. 1. 2. 3 操作规程

D. 1. 2. 3. 1 每天在制曲车间磨粮点按计划(下沙 4 500 kg;造沙 2 250 kg)领取高粱并运到制酒班组生产现场(造沙生产最后一天的领取量为实际剩余量)。

D. 1. 2. 3. 2 下沙生产领取的高粱平均分为 6 堆(每堆 750 kg),造沙生产领取的高粱平均分为 6 堆或 3 堆(每堆 375 kg 或 750 kg),整齐摆放在晾堂中,粮堆与粮堆之间要留出一定的间距,避免相混,造成计量不准确。

D. 1. 2. 3. 3 润粮前,将预计的各次润粮水量折算为桶数告诉提水人员。将水缸清洗干净,注满水,盖上盖板,打开蒸汽阀门。当水缸中的水温 $> 95\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时即可润粮。将计量准确的润粮水从粮堆顶倒入粮堆,使所有高粱吸水均匀(提水、倒水时要小心,防止烫伤)。

D. 1. 2. 3. 4 当水加到一定量时,边加水边翻拌。翻拌方法如下:

- a) 两人或多人将粮、水向中间翻,使粮和水混合均匀;
- b) 两人在粮堆两侧相对,将高粱向同一方向翻出;
- c) 翻粮时锨要交叉,确保中部粮醅拌匀;
- d) 锨要紧贴晾堂翻拌,以免底部高粱翻拌不匀;
- e) 高粱撒出要均匀(呈扇形),不能成团抛出;
- f) 多人轮流快速翻拌,以免堆温度下降过快;
- g) 润粮时堆内流出的水及时扫归粮堆,以免粮堆温度下降过快。

D. 1. 2. 3. 5 翻拌后粮堆要求如下:

- a) 无流水现象;
- b) 粮堆呈半球状略显锥形;
- c) 粮堆温度 ≥ 42 °C。

D. 1. 2. 3. 6 第一次润粮后,间隔 2 h 进行第二次润粮,间隔 4 h 后再进行第三次润粮,直到符合要求。润粮后,将粮堆按三堆一行、两堆一列整齐堆放,间距分明。

D. 1. 2. 3. 7 润粮 16 h 后进行蒸粮,如润粮结束到蒸粮,间隔时间超过 40 h,则在润粮后 16 h~20 h 之间将粮堆翻拌一次。做好润粮原始记录。

D. 1. 3 蒸粮

D. 1. 3. 1 控制要求

蒸粮是将润好的高粱上甑蒸煮的操作,蒸粮工序在工艺流程中的位置见图 D. 3,蒸粮工序控制要求应符合表 D. 3 规定。

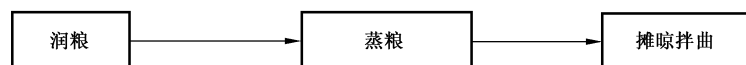


图 D. 3 蒸粮工序在工艺流程中的位置

表 D. 3 蒸粮工序控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	蒸粮气压	≤ 0.12 MPa	全数
2	蒸粮时间	下沙:100 min~110 min 造沙:100 min~120 min	全数
3	上甑气压	0.08 MPa~0.12 MPa	全数
4	上甑时间	≥ 25 min	全数
5	母糟用量	高粱量的 7%~10%	全数

D. 1. 3. 2 控制方法

D. 1. 3. 2. 1 根据上甑时间调整上甑气压,当气压显示值与时间要求不一致时,以时间要求为准。

D. 1. 3. 2. 2 蒸粮时间(指“牛尾”流水到下甑时间)达到规定要求时,及时下甑。

D. 1. 3. 2. 3 保持磅称、时钟的准确性。

D. 1. 3. 3 操作规程

D. 1. 3. 3. 1 下沙:用打槽机将母糟打细后按比例与润好的高粱混合并翻拌均匀。造沙:将熟沙和生熟沙按 1:1 配比混合并翻拌均匀。

D. 1. 3. 3. 2 上甑时一人掏糟,一人上甑。掏糟不得过满(约为筲箕的三分之二),上甑时将筲箕内的酒醅摇松,按“见汽压醅”和“轻、松、薄、准、匀、平”的要求进行(注:“见汽压醅”是指蒸汽冒出醅面时,及时用酒醅覆盖在蒸汽冒出处。“轻、松、薄、准、匀、平”是指压醅要轻;酒醅要松散;覆盖要薄;见汽压醅要准;覆盖面要均匀;甑内酒醅表面要平整)。

D. 1. 3. 3. 3 酒醅上满后(与甑口平),将甑盖盖好,安装好过汽管。在甑盖与过汽管、过汽管与冷却器之间连接部位加上一定量的水密封,检查气压显示值符合蒸馏要求,将酒甑周围粮醅扫干净并集中堆

放好。

D. 1. 3. 3. 4 以“牛尾”流出水时间记为上甑结束时间,蒸馏过程中要控制好蒸粮气压,当蒸粮时间达到规定要求时即可下甑。

D. 1. 4 摊晾拌曲

D. 1. 4. 1 控制要求

摊晾拌曲是将蒸好的粮醅(糟醅)均匀铺撒在晾堂中摊晾(投料期间,铺撒前可洒入适量量水,并翻拌均匀),再将粮醅(糟醅)温度均匀降至 30℃左右,撒入适量曲粉(投料期间可加入一定量的尾酒),翻拌均匀,收拢成堆的过程。摊晾拌曲在工艺流程中的位置见图 D. 4,工序控制要求应符合表 D. 4 的规定。

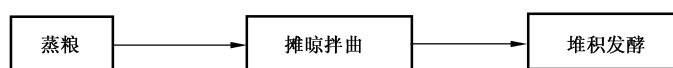


图 D. 4 摊晾拌曲工序在工艺流程中的位置

表 D. 4 摊晾拌曲工序的控制要求

序号	项目	标准	频次
1	拌曲温度	下、造沙:24℃~30℃;烤酒:28℃~32℃。 室温高于上限时与室温一致	全数
2	曲药用量	参见附录 A 曲药用量预算	全数
3	尾酒用量	参见附录 A 尾酒用量预算	全数
4	量水用量	参见附录 A 润粮量水用量预算	全数

D. 1. 4. 2 控制方法

D. 1. 4. 2. 1 在晾堂上取 3 个点,用温度计检测温度,平均值达规定范围时,即可进行拌曲操作。

D. 1. 4. 2. 2 各甑用曲量按式(D. 1)计算。

$$\text{每甑用曲量} = \frac{\text{本轮次用曲量计划}}{\text{本轮次预计甑数}} \dots\dots\dots (D. 1)$$

D. 1. 4. 3 操作规程

D. 1. 4. 3. 1 把酒甑吊运到晾堂上,打开甑底开关,将粮醅倒置在堂上,清扫干净酒甑,关闭好甑底,吊运到地锅上安装好,进行下一轮上甑。

D. 1. 4. 3. 2 下、造沙期间将量水均匀洒在刚下甑的粮醅上翻拌均匀后,再将粮醅均匀摊在晾堂上冷却,摊晾面积以宽为好。室温≥28℃时,可使用鼓风机降温。

D. 1. 4. 3. 3 为了防止粮醅粘连结成块,粮醅摊匀后要及时打造。方法:用锨从摊晾的粮醅中间铲一条线,到达终点后,回头将粮醅划成条埂,再紧接此条埂进行其他条埂的操作。第一次打造完后,横向进行第二次打造。打造后,用拉耙或叉扫将粮醅拉细扫松散,保证摊晾后的粮醅不成团。

D. 1. 4. 3. 4 摊晾时,应尽量延长摊晾时间。检查粮醅的温度,对温度过高或过低的粮醅用撒开或收拢的方法来确保粮堆温度,避免部分粮堆温度高、部分粮堆温度低的现象发生。当温度接近拌曲温度时,取 3 个点进行温度检测,符合温度要求时,撒上曲药,拌曲收糟。撒曲时应尽量降低撒曲高度,以免曲粉飞扬。拌曲要求:均匀,无大团块。

D. 1. 4. 3. 5 下、造沙期间,拌曲前将粮醅收成条埂,均匀洒上尾酒翻拌均匀,再撒曲药,再进行翻拌。为使曲药与粮醅混合均匀,随时用叉扫将成团的粮醅扫细。翻拌过程中要将散失的粮醅扫到条埂子上,避免浪费。

D. 1. 4. 3. 6 使用鼓风机降温时,撒曲前 6 min,必须关闭鼓风机,使粮醅表里温度一致。

D. 1. 5 堆积发酵

D. 1. 5. 1 控制要求

堆积发酵是收拢成堆的粮醅(糟醅)发酵成熟,堆顶温度达到要求时入窖发酵。堆积发酵工序在工艺流程中的位置见图 D. 5,工序控制要求应符合表 D. 5 的规定。

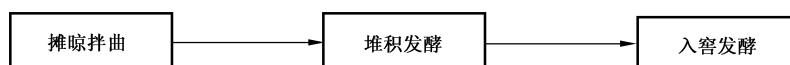


图 D. 5 堆积发酵工序在工艺流程中的位置

表 D. 5 堆积发酵的工序控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	上堆温度	下、造沙:23℃~26℃;烤酒:26℃~32℃。 室温超过上限时与室温一致	全数
2	堆积发酵	堆积发酵入窖顶温及 入窖醅酸度、糖分、水分、淀粉等理化要求见表 D. 6	入窖温度:全数 化验参数:随机

表 D. 6 堆积发酵入窖顶温及入窖醅酸度、糖分、水分、淀粉等理化要求

项目	入窖、化验				入窖顶温/℃		
	酸度/(mmol/10 g)	糖分/%	水分/%	粗淀粉/%	顶面	侧面	底面
下沙	0.5~1.0	—	36~40	—	50~53	40~48	28~38
造沙	0.5~1.0	—	38~42	—			
一轮次	1.3~3.0	1.4~3.5	40~44	30~36	46~50	40~48	28~38
二轮次	1.5~3.2	1.5~4.0	42~47	28~34			
三轮次	1.7~2.8	1.5~4.0	45~50	23~29	46~50	40~48	28~38
四轮次	1.8~3.5	1.2~4.0	45~51	20~26			
五轮次	1.8~3.6	1.2~3.5	47~52	17~23			
六轮次	1.8~3.6	1.2~3.0	47~54	14~19			

D. 1. 5. 2 控制方法

D. 1. 5. 2. 1 取上堆醅的 3 个点测量温度,以平均值计上堆温度。

D. 1. 5. 2. 2 用温度计测量堆顶面、中侧面和底侧面表层下 3 cm~8 cm 处的粮醅温度,当温度达到规定范围时即可下窖。

D. 1. 5. 3 操作规程

D. 1. 5. 3. 1 起堆前在晾堂中打扫出一块直径约 3 m 的圆形场地,洒上一定量尾酒和曲药(以覆盖起堆

点为准)。将拌好曲的粮醪向圆形场地收拢上堆,堆子要收成半球形。

D. 1. 5. 3. 2 同一堆子,在规定范围内,起堆时温度应稍高,然后逐步降低到规定下限。

D. 1. 5. 3. 3 每天粮醪覆盖量不得过大,冬季生产(三轮次前)每天不超过 10 甬;夏季生产(三轮次后)每天不超过 12 甬(特殊情况须由车间主任批准)。粮醪覆盖要厚薄均匀,不能一边厚,一边薄,更不准用抱斗将粮醪直接覆盖在堆面上,以免影响堆积发酵质量。

D. 1. 5. 3. 4 检查堆积发酵情况。当堆积发酵完全,无未发酵的粮醪,且温度达到规定范围时,即可进行下窖。

D. 1. 5. 3. 5 如果只有部分堆面温度达到要求,而其他部分堆面温度未达到规定要求,则将未达到规定温度的粮醪铲到达到规定温度的堆面上,适当延长堆积时间,使堆积发酵均匀。气温低及出现大幅降温天气时,各班组及生产部值班人员应及时关闭门窗以保温。

D. 1. 5. 3. 6 如堆积发酵期达 8 天,堆面温度还未达到规定要求时,要对堆积情况进行分析。判定不能继续升温的堆子经车间同意方可下窖,但要推迟封窖时间,弥补堆积发酵不足;判定为可继续升温的堆子,可适当延长堆积发酵期,待温度达到规定范围时再下窖,但最长堆积发酵期不得超过 10 天。

D. 1. 6 入窖发酵

D. 1. 6. 1 控制要求

入窖发酵工序在工艺流程中的位置见图 D. 6,工序控制要求应符合表 D. 7 的规定。

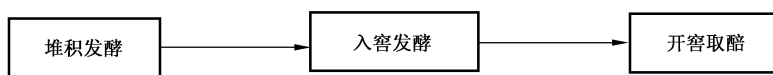


图 D. 6 入窖发酵工序在工艺流程中的位置

表 D. 7 入窖发酵工序的控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	窖底用曲	110 kg~120 kg	全数
2	窖池管理	窖池封闭完整(封窖泥不开边、不裂口)	全数
3	窖面用曲	55 kg~60 kg	全数
4	窖内发酵时间	≥30 天	全数

D. 1. 6. 2 控制方法

D. 1. 6. 2. 1 酿酒师监督窖底醪的制作。

D. 1. 6. 2. 2 管窖人员每天检查封窖泥状况,严防开边、裂口的现象发生。

D. 1. 6. 3 操作规程

D. 1. 6. 3. 1 窖底醪的制作。将剩余的窖底醪(约半甬)切细加入同等量堆积发酵好的粮醪,用 110 kg~120 kg 曲药和一定量的尾酒、窖底水,与其翻拌均匀,放入窖内拍平踩紧,撒上谷壳与其他酒醪隔离。

D. 1. 6. 3. 2 下窖前,先对酒窖进行处理,用 95 °C 以上的热水进行泼窖,泼完窖后用尾酒喷洒于窖底和窖壁四周。在窖壁四周和底部洒上一定量的尾酒,将堆积发酵好的酒醪从堆子的一边开始采取刀切式的方法将粮醪经放置在窖坑上的弹槽架分割后送入窖内。下窖时,要边入醪边洒尾酒,尾酒用量由酿酒师根据标准状况均匀掌握。入窖过程中,要注意将粮醪中的废气排出,不准用抱斗直接将粮醪下入窖

内。要控制粮醪酸度和水分。

D. 1.6.3.3 入窖时,留下约半甌发酵好的酒醪,加入 55 kg~60 kg 曲药和一定量的尾酒拌和均匀后,均匀覆盖在已摊平的窖内醪的表面上。然后撒上一层谷壳(用量以能与封窖泥隔离为准)。入窖后的窖内醪呈四周低、中间高的形状,且最高处不得超出窖梁 50 cm。

D. 1.6.3.4 入窖完毕后及时封窖。气温低时,可待窖内表层下 10 cm 处醪温升至手能接触时再封窖;如醪温实在不能升上来,那在入窖后第二天或第三天必须封窖。其方法为:用上年老泥(50%)和符合标准的新泥(50%)混合浸泡(以不流水为宜)松软、踩细,然后运至窖边,均匀覆盖在粮醪上面拍平、拖光滑。封窖泥拍平后厚度要求 ≥ 5 cm。

D. 1.6.3.5 当封窖泥表层干硬后,用重复清蒸谷壳或不含塑化剂的塑料薄膜覆盖在封窖泥表面。当重复清蒸谷壳下出现水珠时,为防止“倒汗”,造成窖泥发稀,应及时将重复清蒸谷壳揭开,让多余水分挥发;当窖泥因粮醪下沉而出现开边时,将边口杵平封好;当窖泥出现裂口时,洒上一定量的尾酒使封窖泥软化后将裂口封闭。

D. 1.6.3.6 开窖前 2 天~3 天可将重复清蒸谷壳揭开(将谷壳放在干净、干燥的地方以便下次清蒸),让封窖泥充分硬化,利于粮醪与封窖泥分离。

D. 1.6.3.7 所有废弃的封窖泥和重复清蒸谷壳都须分类堆放,由环保部门统一处理,以免污染环境。

D. 1.6.3.8 若原窖泥发臭不能继续使用,根据封窖泥的密封性能适当更换新泥。每轮次封窖结束后,应将窖泥池内余水排尽,防止发臭。封窖完毕打扫现场,清洁卫生。

D. 1.7 开窖取醪

D. 1.7.1 控制要求

开窖取醪是粮醪(糟醪)在窖内发酵期满后,打开窖池,将酒醪按烤取量取出的过程。开窖取醪工序在工艺流程中的位置见图 D.7,工序控制要求应符合表 D.8 的规定。

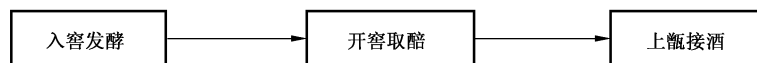


图 D.7 开窖取醪工序在工艺流程中的位置

表 D.8 开窖取醪工序的控制要求

序号	项目	标准	频次
1	窖内发酵	≥ 30 天	每窖

D. 1.7.2 控制方法

确认入窖日期与开窖日期相隔 30 天以上。

D. 1.7.3 操作规程

D. 1.7.3.1 窖内发酵期满,把封窖泥切成小块,将粘附在泥块上的粮醪择出后,将封窖泥运到泥池中浸泡,准备下轮次封窖使用。

D. 1.7.3.2 将窖面醪单独取出、切细,另行堆放,每次取醪量以一排(两甌)为准,不得多取,以免酒精和香味物质挥发。窖底醪取出量每次不得大于 60%。取醪过程中,凡有霉变的酒醪要单独取出处理。

D. 1.7.3.3 进入窖池不能乘坐抱斗;下窖前要先用鼓风机吹窖,以防窖潮伤人。

D. 1.7.3.4 烤酒期间(三轮次开始),将酒醪放入打糟机中打细,加入敞开清蒸 20 min~30 min 后的谷

壳,谷壳用量参见附录 C。

D. 1. 7. 3. 5 六轮次酒期间,要留 10 甑左右的未烤过酒的酒醅作下年度使用的母糟。

D. 1. 7. 3. 6 一轮次酒和七轮次酒不准取窖底醅。七轮次酒取完酒醅后,要及时用烤过的糟醅(4 甑左右)覆盖在窖底醅上保护好窖底醅,并用封窖泥将保窖糟密封完好。

D. 1. 8 上甑接酒

D. 1. 8. 1 控制要求

上甑接酒工序在工艺流程中的位置见图 D. 8,工序控制要求应符合表 D. 9 的规定。

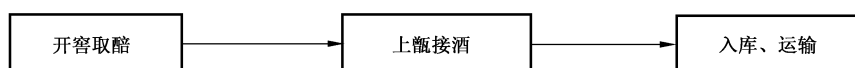


图 D. 8 上甑接酒工序在工艺流程中的位置

表 D. 9 上甑接酒工序的控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	上甑气压	0.08 MPa~0.12 MPa	全数
2	上甑时间	30 min~35 min	全数
3	蒸馏气压	≤0.08 MPa	全数
4	蒸馏时间	≥40 min	全数
5	接酒浓度	见 6.2	全数
6	接酒终止温度	35 ℃~45 ℃	全数

D. 1. 8. 2 控制方法

D. 1. 8. 2. 1 根据上甑时间要求,调整上甑气压,保证上甑时间的准确。

D. 1. 8. 2. 2 严格根据“一人掏糟,一人上甑”“见汽压醅”“轻、松、薄、准、匀、平”的要求上甑。

D. 1. 8. 2. 3 根据轮次酒质量及浓度要求进行“看花”、尝酒,并辅以酒精计测量。

D. 1. 8. 3 操作规程

D. 1. 8. 3. 1 检查地锅、酒甑、冷凝器及供水供汽情况,将地锅加满水(以水管流水为准)。安装好酒甑,将接酒坛清洗干净,盖上清洁纱布,安放在冷凝器的“牛尾”正对处,然后上甑。

D. 1. 8. 3. 2 在酒甑底部撒上少许谷壳,铺上一层酒醅(约 6 cm 厚),打开蒸汽阀门,检查气压值,待蒸汽冒出醅面时,即时上甑。

D. 1. 8. 3. 3 上甑按 D. 1. 3. 3 操作规范执行。

D. 1. 8. 3. 4 当酒流出来后,按照不同轮次质量和酒精度要求进行量质摘酒,接酒过程中要采取看“酒花”、尝酒来接酒,辅以酒精计测量来进行酒精度的控制。在接酒时要时常品尝酒的质量,当出现邪杂味时,即使酒的浓度高于规定要求,也要终止接酒。接完酒后,换上尾酒坛接尾酒。尾酒浓度要求为 8%vol~12%vol。六、七轮次留 7 t~8 t 尾酒作为下年度生产(下、造沙)使用。

D. 1. 8. 3. 5 蒸馏取酒过程中,要控制好酒的温度。当接酒温度低于或高于规定标准时,调节蒸汽压力或冷却水流量,以适应接酒终止温度要求。控制好各轮次蒸馏时间,使粮醅逐步糊化。

D. 1. 8. 3. 6 窖底醅、窖面醅要单独上在甑内醅的上层,每个窖的底醅和面醅分别最多只能上两甑,以免影响酒的质量。

- D. 1. 8. 3. 7 窖面酒和窖底酒要单独存放、单独入库、单独进坛,利于酒的分型。
- D. 1. 8. 3. 8 当天工作结束,将地锅水排放至污水收集池,按环境要求统一处理。换上新的清洁水。
- D. 1. 8. 3. 9 从第三轮次酒开始,蒸酒时糟醅中要加入少许谷壳,随轮次的递增逐渐加大谷壳用量。
- D. 1. 8. 3. 10 凡带色、有生糠、酸涩、苦辣或其他不正常气味的酒,一律回地锅蒸馏,并截头去尾。

D. 1. 9 入库、运输工序

D. 1. 9. 1 控制要求

入库、运输工序在工艺流程中的位置见图 D. 9,工序控制要求应符合表 D. 10 的规定。

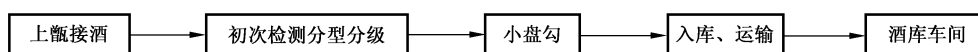


图 D. 9 入库、运输工序在工艺流程中的位置

表 D. 10 入库、运输工序的控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	入库酒数量	账、物、卡相符合	—
2	酒精浓度	酒精度符合轮次酒标准	每坛一次

D. 1. 9. 2 控制方法

- D. 1. 9. 2. 1 由收酒计量人员填写入库酒数量,班组酿酒师或班长认可后,收酒员填上姓名。
- D. 1. 9. 2. 2 由酒库人员取酒,编写密码,在小酒库进行初次检验分型分级,并将结果返回给取酒人员,取酒人员对酒样进行小盘勾,并逐坛填写分型分级鉴定单(酒坛标识卡)。

D. 1. 9. 3 操作规程

- D. 1. 9. 3. 1 酒接好后,将酒抬入小酒库进行计量和酒精度初次检测,记下上甑人员姓名、产量和酒精度。入库酒要放在待交酒的标识牌下,以免混淆。
- D. 1. 9. 3. 2 对不符合酒精度要求的酒及时调整。
- D. 1. 9. 3. 3 对所有的酒进行初次分型分级,并将酒样按同轮次、同香型、同等级的酒体进行小盘勾,做好窖面、窖底香型标识。
- D. 1. 9. 3. 4 酒贮存到一定量时,及时交到酒库车间(交酒时必须有酿酒师或班长参加)。
- D. 1. 9. 3. 5 运输前,检查接酒坛是否封好;运输过程中要注意小心轻放;运输途中,驾驶员要集中精力,不能急行急停,以免发生事故。非生产车间和班组人员不得参与交酒。
- D. 1. 9. 3. 6 经酒库收酒人员计量后,酿酒师或班长要指挥交酒人员按初次分型分级结果将酒分别装入指定坛内。酒不得装得过满,留 10 kg~20 kg(或 10 cm~20 cm)的余地,以免引起爆坛。
- D. 1. 9. 3. 7 核对新酒入库记录《新酒入库登记簿》,账、物相符合后,将酒坛封扎好后运回,按空桶位置摆放。
- D. 1. 9. 3. 8 轮次结束后将入库酒生产质量情况报生产管理部门。

D.2 贮存、勾兑、调味、检验和包装

D.2.1 贮存、勾兑

D.2.1.1 控制要求

贮存、勾兑工序在工艺流程中的位置见图 D.10, 工序控制要求应符合表 D.11~表 D.20 的规定。

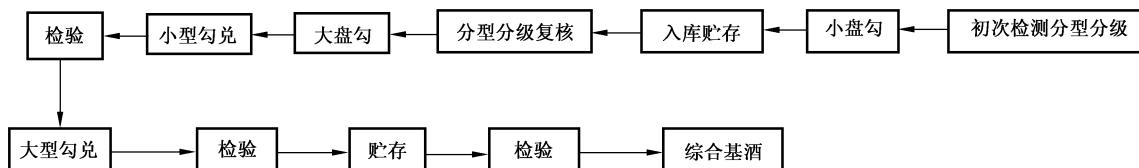


图 D.10 贮存、勾兑工序在工艺流程中的位置

表 D.11 酒坛的选择控制要求

序号	项目	标准
1	酒坛质量	注满清洁水,静置 2 天~3 天,无渗漏,无破裂
2	酒坛卫生	坛内、外无杂物,无灰尘,清洁卫生
3	酒坛容量	350 kg、500 kg 或 1 000 kg
4	酒坛行间距	1.2 m~1.5 m

表 D.12 酒坛入库定置控制要求

序号	项目	标准
1	容量	酒面与坛口须留 10 cm~15 cm 的距离
2	计量	以 kg 为单位过磅称量,不足 1 kg 不记录
3	标识	年度、日期、库号、坛号、车间、班组、轮次、数量准确无误

表 D.13 小盘勾兑控制要求

序号	项目	标准
1	初次分型分级	符合典型体及轮次标准
2	时间	刚蒸馏出并冷却后的酒
3	控制措施	在同一车间、同一班组对同轮次、同等级、同特征的酒进行组合

表 D.14 新酒入库控制要求

序号	项目	标准
1	分型定质	对标复核小盘勾兑后的酒,入库
2	信息反馈	当日、次日或周一报出
3	样酒量	≥200 mL
4	取样	核对坛号与编码进行取样

表 D. 15 分型分级复核控制要求

序号	项目	标 准
1	时间	新酒入库后,来年春暖花开的季节
2	分型分级复核	按轮次、香型、等级对酒进行分型分级复核
3	记录	记录清楚每坛酒的类型、等级、数量

表 D. 16 大盘勾控制要求

序号	项目	标 准
1	时间	分型分级复核后
2	大盘勾	将不同车间、不同班组的同轮次、同香型、同等级的酒进行大盘勾
3	记录	记录清楚盘勾前后的变化情况

表 D. 17 小型勾兑控制要求

序号	项目	标 准
1	质量	大盘勾后贮存 0~2 年后,进行小型勾兑 勾兑样符合大曲酱香酒标准品(实物)标准,勾兑合格率 $\geq 65\%$

表 D. 18 大型勾兑控制要求

序号	项目	标 准
1	质量	依照小型勾兑比例标准进行大型勾兑

表 D. 19 贮存控制要求

序号	项目	标 准
1	损耗率	$\leq 3\%$
2	安全	无事故
3	时间	半年至三年半

表 D. 20 出库控制要求

序号	项目	标 准
1	合格率	非合格品不准出库
2	计量	计量准确,出入台账清晰、及时

D. 2. 1. 2 控制方法

D. 2. 1. 2. 1 小盘勾即对在同一车间、同一班组刚蒸馏出并冷却后的酒,按同轮次、同等级、同特征进行组合。

D. 2. 1. 2. 2 经小盘勾的新酒入库贮存后,来年春暖花开的季节对入库新酒按轮次、香型、等级进行分

型分级复核,并记录复核后每坛酒的类型、等级、数量,更正分型分级鉴定单(酒坛标识卡)。

D.2.1.2.3 大盘勾兑即对不同车间、不同班组已分型分级复核后的酒样按同轮次、同香型、同等级的酒体进行组合。

D.2.1.2.4 参考基酒的理化分析数据,尽可能地使基酒之间的配比最终达到设计的理化参数指标。

D.2.1.2.5 小样勾兑应准确。勾兑过程中,应仔细、认真、全面地记录香气和口味变化,以便找出轮次酒之间的添加量和变化关系。

D.2.1.2.6 小样勾兑应尽可能地做出几种明显不同风味的小样勾兑样品,以便从中找出最佳样品。

D.2.1.2.7 勾兑验证检查:对勾兑好的基础酒进行尝评,若无大的变化,小样试验勾兑即算完成。1瓶拿去化验检查理化指标,1瓶留下尝评,两者都合格后,即为小样合格基础酒。如两者发生明显不合格,则应找出原因,继续进行调整,直到合格为止。

D.2.1.2.8 小样勾兑的方法多种多样。主要有:

- a) 数字组合法;
- b) 逐步添加法;
- c) 等量对分法。

D.2.1.2.9 大批量勾兑计算

- a) 容量比批量计算。如果小样勾兑试验时采用容量(如以毫升为单位)比配方,则可直接按容量比计算出批量勾兑的配比数量(如:换算为100 L、1 000 L或10 000 L等)。
- b) 质量比批量计算。如果小样勾兑试验时采用质量(如以克为单位)比配方,则可将批量换算为克或千克。

D.2.1.2.10 批量勾兑方法

批量勾兑一般多采用不锈钢制大罐或其他较大容器,其容量大小可根据批量勾兑数量而定,如2吨罐、5吨罐、10吨罐等。按小样勾兑所确定的比例,首先计量,然后用泵先将基础酒(大宗酒),分别泵入大罐,并依次将搭酒和带酒分别泵入,搅拌均匀后,静置沉淀备用。

D.2.1.2.11 批量勾兑的验证

批量勾兑后,搅拌均匀,取出少量与小样勾兑试验的样品进行对照品评验证。经品评认为达到或基本达到小样勾兑的水平,方可算批量勾兑基本成功。批量勾兑完成的酒,成为初型合格酒(也称此为为基础酒)。此酒是调味的基础,其质量除理化指标全部合格外,感官要求应符合 T/GZRHJX 002 的规定。如有出入,应分析原因,进行必要的调整,使之达到初型酒的要求,然后方可进行正式调味。

D.2.1.3 操作规程

D.2.1.3.1 选酒

在勾兑前,必须根据设计要求选择相适应的合格酒,除按勾兑原则挑选使用酒外,为进一步提高合格酒的利用率,实现效益的最大化,还可将各等级酒分为带酒、大宗酒和搭酒三类来进行使用。带酒是指具有某种特殊香味的酒,主要是部分精华酒;大宗酒是指无独特香味的一般性酒;搭酒是指有一定可取之处,但香差味杂的酒。

D.2.1.3.2 小样勾兑

在经过选酒过程后,对各种基酒的感官特征(香气和口味)及主要理化参数有了进一步的研判。接下来的工作就是通过试样试验,搞清各种轮次酒之间的最佳搭配比例,这就是小样勾兑工作。在进行大批量勾兑之前进行小样试验,一方面便于修改,确定最佳配方;另一方面,也可以避免因大批量勾兑失败而造成的损失。

D.2.1.3.3 正式勾兑

经过小样勾兑,基本上确定了几个较为满意的样品,通过感官及理化评定后可确定最佳样品的配方。但由于小样勾兑试样的总量较小,小样放大后会因为微小的误差造成较大的偏差,因此应该对确定的配方进行一次性的调配验证,并且在小样的基础上进一步扩大样品总量,将扩大后的样品与小样试验进行对比并修正,直至满意为止。最后再对扩大的样品进行感官和理化评定,若无较大出入,即可确定配方,投入批量勾兑过程。

正式勾兑也就是对小样勾兑的一个比例放大过程,大样勾兑一般都在供 5 000 kg 左右装的容器内进行。在扩大勾兑样品的配方基础上,根据使用基酒的酒精度、使用量和比例进行基酒的掺兑。将小样勾兑确定的大宗酒,用酒泵打入容器,搅拌均匀后,取样尝评,并从中取少量酒样,按小样勾兑的比例,加入搭酒和带酒,混合均匀,进行尝评。若与原小样合格基础酒无大的差异,即按小样勾兑比例经换算扩大,将搭酒和带酒用量泵入酒桶,搅拌均匀后,成为调味的基础酒。如香味发生了变化,可进行必要的调整,直到符合标准为止。

D.2.1.3.4 大批量勾兑

见 D.2.1.2.9。

D.2.1.3.5 勾兑过程应注意的问题

勾兑是为了组合出合格的基础酒。基础酒质量的好坏,直接影响到调味工作的难易和产品质量的优劣。如果基础酒质量不好,就会增加调味的难度,并且增加调味酒的用量,既浪费精华酒,又容易发生异杂味和香味改变等不良现象。以致反复多次,始终调不出好的成品酒。所以,勾兑是一个十分重要而又非常细致的工作,绝不能粗心马虎。入选酒不当,就会因一坛之误,而影响几十吨酒的质量,造成难以挽回的损失,因此勾兑时必须注意。

D.2.1.3.5.1 勾兑人员应有高度的责任心和事业心,在实践中注意不断提高自己的勾兑技术水平;必须有较高的尝酒能力;对酒的风格、各种酒的香型、库房中每坛酒的特点等都要准确掌握;同时了解不同酒质的变化规律,才能够勾兑出好酒,勾兑出典型风格。

D.2.1.3.5.2 要做好小样勾兑。勾兑是细致而又复杂的工作。因为极其微量的成分都可能引起酒质的较大变化,因此要先进行小样勾兑,经品尝合格后,再大批量勾兑。

D.2.1.3.5.3 掌握各种酒的情况。每坛酒必须有健全的卡片,卡片上记有产酒年、月、日,生产车间和班组、窖号、窖龄、糟别、酒精度、重量、酒质情况。勾兑时,应清楚地了解各坛和各种酒的上述情况,最好能结合色谱分析数据,以便科学地做好勾兑工作。

D.2.1.3.5.4 做好原始记录。不论小样勾兑还是正式勾兑都应做好原始记录,以提供研究分析数据。通过大量的实践,可从中寻找规律性的东西,有助于提高勾兑技术。

D.2.2 调味

D.2.2.1 控制要求

调味工序在工艺流程中的位置见图 D.11,工序控制要求应符合表 D.21 的规定。

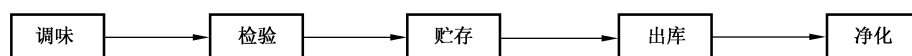


图 D.11 调味工序在工艺流程中的位置

表 D.21 调味工序的控制要求

序号	项目	标准	检测频次
1	调味酒的选择	根据成品酒的标准要求,针对基础酒的特征,选用数种不同风格的调味酒	—
2	调味酒的比例	万分之一~千分之一	—
3	调味酒年份	3~5年	—

D.2.2.2 控制方法

如何正确运用调味方法,更好地发挥调味酒的作用,需要在实践中不断探索研究,常用的调味方法有:逐一调味法、多种调味法、综合调味法(混合加入法)。

D.2.2.3 操作规程

D.2.2.3.1 小样调味

常用的调味方法有以下三种:

- a) 分别加入各种调味酒,即逐一调味法。在调味过程中对调味酒一种一种地试,进行一一优选,得出不同调味酒的用量。
- b) 多种调味法。根据基础酒的缺陷和不足,选定几种调味酒同时调入的方法,此方法要求有一定的调味经验,否则效果难以把握。
- c) 综合调味法。也就是将数种调味酒混合制备出一种有针对性的调味酒,然后用该调味酒进行调味。

D.2.2.3.2 大样调味

根据小样调味试验和基础酒的实际总量,计算出调味酒的用量并加入。如符合小样的质量,调味即告完成;若有差距,则需再做小样,直到满意为止。

D.2.2.3.3 调味酒用量的计算

将选好的调味酒,按上述方法加入到基础酒中进行品评,确定出调味酒的用量比例,计算出调味酒的需要量,见式(D.2)。

$$A = GW \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

A —— 调味酒的需要量,单位为千克(kg);

G —— 小样调味比例;

W —— 成型酒的数量,单位为千克(kg)。

D.2.2.3.4 正式调味

按计算结果,将调味酒加到成型酒中,充分搅拌均匀,从中取出 500 mL 样酒,与小样调味的酒对比品尝,香气和口味相符,即为调味完毕。将调好的酒贮存 7 天~15 天,再进行复尝,与标准相同,即为成品酒,可包装出厂;若复尝与之前有差别,则需对其补调,补调后再贮存 10 天左右复尝,直到符合质量标准为止,方可包装出厂。

D.2.3 检验和包装

D.2.3.1 对勾兑、调味后的酒进行感官、理化和卫生指标检验,合格后可进行包装生产。

D.2.3.2 包装工艺流程

包装工艺流程见图 D.12,结合实际需求栓扎丝带。

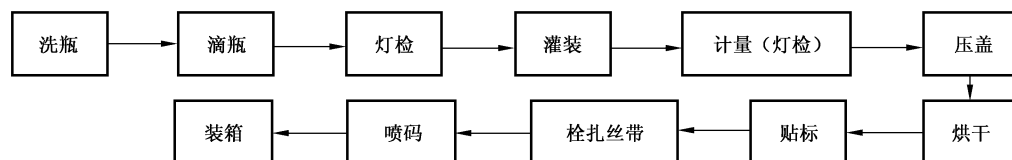


图 D.12 包装工艺流程图

附 录 E
(资料性附录)
生产过程中关键控制点

表 E.1 生产过程中关键控制点、参数要点及其控制方法

序号	项目	关键控制点	参数要点	控制方法
1	磨粮	下沙破碎度	17%~20%	符合宁粗勿细,块瓣多、细粉少的原则
		造沙破碎度	27%~30%	
2	润粮	润粮水温	≥95℃	量水占高粱量的2%~4%
		润粮水量	下沙:占高粱量的48%~52% 造沙:占高粱量的50%~54%	润粮间隔时间2h~4h,16h后方可进行蒸粮
		高粱量	每堆≤750kg	—
		第二天粮堆温度	≥45℃	—
3	蒸粮	蒸粮气压	≤0.12MPa	1. 造沙蒸粮时间根据车间的特殊情况允许延长10min左右,蒸粮时间是指从“牛尾”流水到下甑时间; 2. 当上甑气压超过规定标准时,以上甑时间为准; 3. 约有七成熟
		蒸粮时间	下沙:100min~110min 造沙:100min~120min	
		上甑气压	0.08MPa~0.12MPa	
		上甑时间	≥25min	
		母糟用量	高粱量的7%~10%	
4	摊晾拌曲	拌曲温度	下、造沙:24℃~30℃ 烤酒:28℃~32℃	室温高于上限时与室温一致
		曲药用量	按轮次用曲计划	—
		尾酒用量	2%~3%(占高粱量)	
		量水用量	2%~4%(占高粱量)	
5	堆积发酵	上堆温度	下、造沙:23℃~26℃ 烤酒:26℃~32℃	1. 室温高于上限时与室温一致; 2. 堆积发酵顶温仅作参考温度,入窖时则以堆子四周接近外表面处的温度等综合情况为准; 3. 若堆积发酵堆温无法达到参考值,在室温低时进行翻堆,在室温高时进行翻堆或将发酵好的堆外层入窖,待剩余内层小堆发酵好后再入窖
		堆积发酵顶温	下、造沙:50℃~53℃ 烤酒:46℃~50℃	
		堆侧温度	下、造沙:40℃~48℃ 烤酒:40℃~48℃	
6	入窖发酵	窖底用曲	110kg~120kg	—
		窖池管理	窖池封闭完整 (封窖泥不开边、不裂口)	—
		窖面用曲	55kg~60kg	—
		窖内发酵时间	≥30天	—

表 E.1 (续)

序号	项目	关键控制点	参数要点	控制方法
6	入窖 发酵	入窖尾酒	酒精浓度:8%vol~15%vol 用量:适量	—
7	蒸馏 (上甑 接酒)	上甑气压	0.08 MPa~0.12 MPa	当上甑气压超出工艺范围时,以上甑时间为 准
		上甑时间	30 min~35 min	—
		蒸馏(接酒)气压	≤0.08 MPa	—
		蒸馏时间	≥40 min	—
		吊尾时间	从接酒起不低于 60 min	—
		接酒浓度	按各轮次浓度标准	—
		接酒终止温度	35 °C~45 °C	—
8	辅料 处理	清蒸谷壳	使用谷壳必须清蒸	—

附录 F
(资料性附录)
生产过程中不合格项目处理

表 F.1 生产过程中不合格项目处理措施

序号	工序	不合格项目	现象	纠正预防措施
1	下沙	高粱水分	高粱水分高于 14% 的上限	减少润粮用水的量,减少量为高粱实际水分和标准上限的差值
		母糟发霉	母糟长出白色或青色霉菌,并带有明显霉味	丢弃发霉母糟,使用合格母糟
		蒸粮气压	蒸粮气压低于作业指导书要求	适当延长蒸粮时间,增加少量曲药
		粮食粉碎度	过粗,过细	调整机器,使粉碎度符合要求
		酒甑进水	蒸粮时锅底水进入酒甑,糟醅过湿	及时检查,打开底锅水阀门,糟醅过湿后,适量增加曲药
		窖底井发霉、发臭	窖底井壁有霉菌,黄水发臭	丢弃发臭黄水,用开水消毒至少两次,重新制作黄水
2	造沙	高粱水分	高粱水分高于 14% 的上限	减少润粮用水的量,减少量为高粱实际水分和标准上限的差值
		糟醅发霉	糟醅长出白色或青色霉菌,并带有明显霉味	将发霉糟醅在糟醅下甑前放入酒甑蒸馏约 0.5 h
		蒸粮气压	蒸粮气压低于作业指导书要求	适当延长蒸粮时间,增加少量曲药
		粮食粉碎度	过粗,过细	调整机器,使粉碎度符合要求
		酒甑进水	蒸粮时锅底水进入酒甑,糟醅过湿	及时检查,打开底锅水阀门,糟醅过湿后,适量增加曲药
		窖底井发霉、发臭	窖底井壁有霉菌,黄水发臭	丢弃发臭黄水,用开水消毒至少两次,重新制作黄水
		窖池漏气	窖池内糟醅沿窖池出现较多霉糟	入窖前用开水对出现霉糟的窖池壁消毒 1~2 次,下窖时沿霉糟壁多洒尾酒
3	熟糟操作	出窖糟醅发霉	糟醅长出白色或青色霉菌,并带有明显霉味	将发霉糟醅在糟醅下甑前放入酒甑蒸馏约 0.5 h,窖池发霉的地方用开水消毒至少两次
		上甑气压	上甑气压低于作业指导书要求	适当延长上甑时间,同时通知动力设备车间
		堆积温度不够	堆积 8 天后糟醅堆温度仍未达到规定要求	按 D.1.5 处理
		窖底井发霉	窖底井壁有霉菌,黄水发臭	丢弃发臭黄水,用开水消毒至少两次,重新制作黄水
		窖池漏气	窖池内糟醅沿窖池出现较多霉糟	入窖前用开水对出现霉糟的窖池壁消毒 1~2 次,下窖时沿霉糟壁多洒尾酒

四、附 录

仁怀产区大曲酱香酒技术标准体系



ICS 60.160.10
分类号: X 61
备案号: 34975—2012



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4257—2011

酿酒大曲通用分析方法

General methods of analysis for Daqu

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心归口。

本标准起草单位：中国食品发酵工业研究院、中国酿酒工业协会、宜宾五粮液股份有限公司、泸州老窖集团有限责任公司、贵州茅台酒股份有限公司、山西杏花村汾酒厂股份有限公司、北京顺鑫农业股份有限公司牛栏山酒厂、山东景芝酒业股份有限公司。

本标准主要起草人：熊正河、赵建华、陈林、许德富、王莉、李建峰、李怀民、曹建全、钟其顶、宋书玉、刘凤翔、易彬、汪地强、王凤仙、李兰英、孙洁、孟镇。

酿酒大曲通用分析方法

1 范围

本标准规定了大曲产品的通用分析方法。
本标准适用于大曲产品的检验。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)
GB/T 10345 白酒分析方法
QB/T 4258—2011 酿酒大曲术语

3 术语和定义

QB/T 4258—2011 确立的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

液化力单位 liquerying power unit

在 35 ℃、pH4.6 条件下,1 g 绝干曲 1 h 能液化淀粉的克数为一个单位,符号为 U,以“克每克·小时[g/(g·h)]”表示。

3.2

发酵力单位 fermenting power unit

在 30 ℃,72 h 内 0.5 g 大曲利用可发酵糖类所产生的二氧化碳克数为一个单位,符号为 U,以“克每零点五克·七十二小时[g/(0.5 g·72 h)]”表示。

3.3

酯化力单位 esterifying power unit

50 g 大曲在 35 ℃,经过 7 d 催化己酸和乙醇合成己酸乙酯的毫克数为一个单位,符号为 U,以“毫克每五十克·七天[mg/(50 g·7 d)]”表示。

3.4

糖化力单位 saccharifying power unit

在 35 ℃、pH4.6 条件下,1 g 大曲 1 h 转化可溶性淀粉生成葡萄糖的毫克数为一个单位,符号为 U,以“毫克每克·小时[mg/(g·h)]”表示。

3.5

容重 unit weight

单位体积大曲的质量,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

4 感官检验

4.1 外观

在适宜光线(非直射阳光)下,从大曲六个面立体观察曲坯表面菌丝的颜色、穿衣、裂缝及光洁度等外表特征,并进行记录。

4.2 断面

将曲块断开,观察界面上菌丝形态、颜色、菌斑、泡气等情况,并进行特征记录。

4.3 曲皮厚

对曲块表层未发酵的生淀粉及菌丝不密集部分的厚度(并非水圈以外的部分)进行观测和记录。

4.4 曲香

嗅闻大曲断面散发出来的香气,分辨是否纯正、有无复合曲香,检查有无异杂味等,并进行记录。

5 理化分析

本分析方法中所用水,在未注明其他要求时,均指符合 GB/T 6682 中三级(或三级以上)要求的水;所用试剂在未注明特殊要求时,均指分析纯(AR);所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

本分析方法所用的大曲试样,在未注明特殊要求时,均指粉碎机粉碎后的大曲试样,粉碎后的曲粉要求通过 20 目筛的不低于 90%。

5.1 水分

5.1.1 方法提要

将大曲试样置于 101 °C~105 °C 下烘干,根据烘干前后质量之差,计算出所失去的质量分数,即为水分含量。

5.1.2 仪器

5.1.2.1 电热干燥箱:精度±2 °C。

5.1.2.2 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.1.2.3 称量瓶:50 mm×30 mm。

5.1.2.4 干燥器:内盛有效干燥剂。

5.1.3 分析步骤

取洁净称量瓶置于 101 °C~105 °C 电热干燥箱中,瓶盖斜支于瓶边,加热 1 h,取出盖好,置干燥器内冷却 0.5 h,称量,并重复干燥至前后两次质量差不超过 0.002 g,即为恒重。

用烘干至恒重的称量瓶称取大曲试样 4 g~5 g,精确至 0.000 1 g,置于 101 °C~105 °C 电热干燥箱中烘干 3 h(烘干时打开瓶盖,侧立于该瓶边)。取出,迅速移入干燥器内(盖上瓶盖)冷却 0.5 h,称量。再放入电热干燥箱内,继续烘干 1 h,冷却称量,直至恒重。

5.1.4 结果计算

试样水分含量按公式(1)计算。

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

X_1 ——试样的水分含量，单位为克每百克(g/100 g)；

m_1 ——烘干前，称量瓶加试样的质量，单位为克(g)；

m_2 ——烘干后，称量瓶加试样的质量，单位为克(g)；

m ——恒重称量瓶的质量，单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后一位。

5.1.5 精密度

在重复性条件下，获得两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

5.2 酸度

5.2.1 方法提要

采用酸碱中和，以 pH 指示终点的电位滴定法，测定大曲试样的酸度。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 分析用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水或蒸馏水，使用前应煮沸后并冷却至室温。

5.2.2.2 氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L)：按 GB/T 601 配制与标定。

5.2.3 仪器与材料

5.2.3.1 烧杯：500 mL、100 mL。

5.2.3.2 碱式滴定管：10 mL。

5.2.3.3 酸度计或自动电位滴定仪：精度 0.02pH。

5.2.3.4 电磁搅拌器。

5.2.3.5 滤布。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 样液的制备

称取大曲试样 10 g，精确至 0.01 g，放入 500 mL 烧杯中，加无二氧化碳水 200 mL，用玻璃棒搅拌 0.5 min，浸泡 30 min(每隔 5 min 搅拌一次)后，用滤布过滤，收集滤液，备用。

5.2.4.2 电位滴定

按仪器说明书安装调试仪器，根据液温进行校正定位。

吸取样液 20.0 mL(5.2.4.1)于 100 mL 烧杯中，加无二氧化碳水 30 mL，摇匀，插入电极，放入 1 枚磁力转子，开启电磁搅拌器，用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液(5.2.2.2)进行滴定，当接近滴定终点时，放慢滴定速度，每次加半滴氢氧化钠标准溶液，直至 pH=8.2 为其终点，记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_1 。

以水作空白，同样操作进行空白试验，记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_0 。

5.2.5 结果计算

试样的酸度按公式(2)计算。

$$X_2 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 200}{20} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_2 —— 试样的酸度,即 10 g 试样消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液的毫摩尔数,单位为毫摩尔每 10 克(mmol/10 g);

c —— 氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 滴定试样时,消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 —— 空白试验时,消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

200 —— 试样稀释体积,单位为毫升(mL);

20 —— 取样液进行滴定的体积,单位为毫升(mL)。

试样酸度(以绝干计)按公式(3)计算。

$$X_3 = \frac{X_2}{100 - H} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_3 —— 试样酸度(以绝干计),单位为毫摩尔每 10 克(mmol/10 g);

H —— 试样的水分含量,单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果保留至小数点后一位。

5.2.6 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算术平均值的 5%。

5.3 淀粉含量

5.3.1 方法提要

淀粉分子在盐酸作用下,被水解生成还原糖。利用费林溶液与还原糖共沸,生成氧化亚铜沉淀,用次甲基蓝作指示剂,以水解后的样液滴定费林溶液,达到终点时,稍微过量的还原糖将蓝色的次甲基蓝还原成无色,以示终点。根据生成的还原糖量折算出淀粉含量。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 盐酸溶液(1+4):量取 50 mL 盐酸,与 200 mL 水混合。

5.3.2.2 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20.0 g 氢氧化钠,加适量水溶解,待冷却后定容至 100 mL。

5.3.2.3 次甲基蓝指示剂(10 g/L):称取 1.0 g 次甲基蓝,加水溶解并定容至 100 mL。

5.3.2.4 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):称取经 103 °C~105 °C 烘干至恒重的无水葡萄糖 2.5 g,精确至 0.000 1 g,用水溶解,并定容至 1 000 mL。此溶液需当天配制。

5.3.2.5 碘液:称取 11.0 g 碘、22.0 g 碘化钾,置于研钵中,加少量水研磨至碘完全溶解,用水稀释定容至 500 mL,为原碘液,贮存于棕色瓶中。使用时,吸取 2.0 mL,加 20.0 g 碘化钾,用水溶解定容至 500 mL,为稀碘液,贮存于棕色瓶中。

5.3.2.6 费林溶液

a) 配制

甲液:称取 69.28 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),用水溶解并稀释至 1 000 mL;

乙液:称取 346 g 酒石酸钾钠,100 g 氢氧化钠,用水溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀,过滤备用。

b) 标定

预备试验:吸取费林甲、乙液各 5.0 mL 于 150 mL 锥形瓶中,加 10 mL 水,摇匀,在电炉上加热至沸腾,在沸腾状态下用制备好的葡萄糖标准溶液(5.3.2.4)滴定,当溶液的蓝色将消失时,加两滴次甲基蓝指示剂,继续滴至蓝色刚好消失为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的体积。

正式试验:吸取费林甲、乙液各 5.0 mL 于 150 mL 锥形瓶中,加 10 mL 水和比预备试验少 1 mL 的葡萄糖标准溶液,摇匀,在电炉上加热至沸,并保持微沸 2 min,加两滴次甲基蓝指示剂,在沸腾状态下于 1 min 内用葡萄糖标准溶液滴定至终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积 V_1 。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 试样溶液的制备

曲粉原滤液:称取曲粉 1.5 g~2.0 g,精确至 0.001 g,放入 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 盐酸溶液(5.3.2.1),装上回流冷凝管,加热至沸后,记下煮沸时间,准确微沸回流 2 h 后,取下立即冷却,用稀碘液检查水解是否完全,若未完全水解,则延长反应时间直至完全水解,完全水解后,用氢氧化钠溶液(5.3.2.2)中和至微酸性,将全部滤液和残渣转移至 500 mL 容量瓶中,用水洗涤锥形瓶,洗液合并于容量瓶中,加水稀释至刻度,过滤弃去初滤液 20 mL,滤液备用。

5.3.3.2 滴定

- 预备试验:吸取费林甲、乙液各 5.0 mL 于 150 mL 锥形瓶中,摇匀,加 10 mL 水,用滴定管加入样液 15.0 mL,摇匀后,置于电炉上加热至沸腾,保持瓶内溶液微沸 2 min,加入 2 滴次甲基蓝指示剂,继续用样液滴定,直至溶液的蓝色完全消失为终点,记录消耗试样溶液的体积。
- 正式试验:吸取费林甲、乙液各 5.0 mL 于 150 mL 锥形瓶中,摇匀,加 10 mL 水,再用滴定管加入比预备试验少 1 mL 的样液,摇匀,在电炉上加热至沸,并保持瓶内溶液微沸 2 min,加两滴次甲基蓝指示剂,在沸腾状态下于 1 min 内继续用样液滴定,直至蓝色完全消失为终点,记录消耗样液的总体积 V_2 。

5.3.4 结果计算

费林溶液相当于葡萄糖的质量按公式(4)计算。

$$F = \frac{m \times V_1}{1\,000} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

F ——费林甲、乙液各 5.0 mL 相当于葡萄糖的质量,单位为克(g);

m ——称取葡萄糖的质量,单位为克(g);

V_1 ——正式滴定时,消耗葡萄糖溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——葡萄糖溶液的体积,单位为毫升(mL)。

试样的淀粉含量按公式(5)计算。

$$X_4 = \frac{F \times 500 \times 0.9}{m \times V_2} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X_4 ——试样的淀粉含量,单位为克每百克(g/100 g);

F ——费林甲、乙液各 5.0 mL 相当于葡萄糖的质量,单位为克(g);

500 ——相当样液的总体积,单位为毫升(mL);

0.9 ——葡萄糖换算为淀粉的系数;

V_2 ——正式滴定时,消耗样液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后一位。

5.3.5 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算术平均值的 10%。

5.4 发酵力

5.4.1 方法提要

大曲中的微生物可将糖发酵生成酒精和二氧化碳,通过测定发酵过程中产生的二氧化碳气体质量,可以衡量大曲发酵力的强弱。

5.4.2 试剂

2.61 mol/L 硫酸溶液:取浓硫酸(密度 1.84 g/cm³)139 mL 稀释至 1 000 mL。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 7°Bé 糖化液:取高粱粉一份,加自来水五份蒸煮 1 h~2 h,按使用说明加入淀粉酶液化,液化后补加 60 °C 温水一份,加入原料量的 5% 糖化酶(五万活力单位),搅拌均匀,在 60 °C 糖化 3 h~4 h,用稀碘液试之不显蓝色,再加热至 90 °C,用细白布过滤,测量溶液的糖度并调整为 7°Bé 后使用。

5.4.3.2 量取 50 mL 的糖化液(5.4.3.1)于 100 mL 锥形瓶中,塞上棉塞,外包油纸。另用油纸包好发酵栓,将两者同时置于蒸汽灭菌锅中,在 0.1 MPa 压力下灭菌 20 min,待冷却至 28 °C 左右时,在无菌条件下接入 0.5 g 曲粉,同时做空白试验(不加入曲粉),装好发酵栓,并在发酵栓中注入约 5 mL 硫酸(5.4.2),封口,瓶塞周围用石蜡密封,擦干瓶外壁,置感量为 0.000 1 g 的分析天平上称取,读数为 M_1 (空白试验读数为 M_3)。置发酵栓于 30 °C 培养箱中,发酵 72 h,取出发酵栓,轻轻摇动,使二氧化碳逸出,称量后记下读数为 M_2 (空白试验读数为 M_4)。

5.4.4 计算结果

试样的发酵力按公式(6)计算。

$$X_5 = (M_1 - M_2) - (M_3 - M_4) \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

X_5 ——试样的发酵力,单位为 U;

M_1 ——发酵前发酵栓与内容物总质量,单位为克(g);

M_2 ——发酵后发酵栓与内容物总质量,单位为克(g);

M_3 ——空白试验发酵前发酵栓与内容物总质量,单位为克(g);

M_4 ——空白试验发酵后发酵栓与内容物总质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位。

5.4.5 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算术平均值的 10%。

5.4.6 注意事项

a) 糖化液浓度要严格控制为 7°Bé;

b) 发酵温度、时间要准确。

5.5 液化力

5.5.1 方法提要

利用淀粉能与碘产生蓝色反应的特性,试样浸出液在 35 ℃,pH4.6 溶液中酶解至试液对碘的蓝紫色特征反应消失。根据所需时间计算 1 g 绝干曲在该条件下 1 h 能液化淀粉的克数,表示液化力的大小。

5.5.2 试剂和溶液

5.5.2.1 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.6):称取 164 g 无水乙酸钠(CH_3COONa),溶解于水,加 114 mL 冰乙酸,用水稀释至 1 000 mL。缓冲溶液的 pH 应以酸度计校正。

5.5.2.2 碘液:同 5.3.2.5。

5.5.2.3 可溶性淀粉溶液(20 g/L):称取 100 ℃~105 ℃干燥 2 h 的可溶性淀粉 2 g,精确至 0.001 g,用水调成糊状,不断搅拌注入 70 mL 沸水,搅拌煮沸 2 min 直至完全透明,冷却至室温,完全转移至 100 mL 容量瓶中并定容。此溶液现配现用。

5.5.2.4 标准比色液:取 41 mL 甲液和 4.5 mL 乙液混匀。甲液:称取 40.234 9 g 氯化钴,0.487 8 g 重铬酸钾,溶解后,蒸馏水定容至 500 mL。乙液:称取 0.04 g 铬黑 T,溶解后,蒸馏水定容至 100 mL。

5.5.3 分析步骤

5.5.3.1 5%酶液制备:根据测得的试样水分,称取相当于 10 g 绝干试样量,精确至 0.01 g,于 250 mL 烧杯中,根据试样水分计算加水量,加 pH4.6 缓冲液(5.5.2.1)20 mL 后总体积为 200 mL,充分搅拌。将烧杯置于 35 ℃恒温水浴锅中保温浸渍 1 h 过滤备用。

5.5.3.2 测定:取 20 mL 可溶性淀粉(5.5.2.3)于试管中,加 5 mL pH4.6 缓冲液摇匀,于 35 ℃水浴中预热至试液为 35 ℃时,加入 10 mL 5%酶液充分摇匀并立即计时,定时用吸管吸取 0.5 mL 反应液注入预先装了 5 mL 稀碘液的试管中起呈色反应,或将反应液放入盛有约 1.5 mL 稀碘液的白瓷板中,直至碘液不显蓝色(或与标准比色液对比)为终点,记下反应时间 t 。

5.5.4 计算结果

试样的液化力按公式(7)计算。

$$X_6 = \frac{20 \times 0.02 \times 60 \times V}{10 \times 10 \times t} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- X_6 ——试样的液化力,单位为 U;
- 20 ——可溶性淀粉毫升数,单位为毫升(mL);
- 0.02 ——可溶性淀粉浓度,单位为克每毫升(g/mL);
- V ——酶液定容体积,单位为毫升(mL);
- 60 ——1 小时之分钟数;
- t ——反应完结耗用时间,单位为分钟(min)。

计算结果保留至小数点后两位。

5.5.5 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算术平均值的 10%。

5.5.6 注意事项

- a) 可溶性淀粉应当天配制；
- b) 由于可溶性淀粉质量对结果影响大,建议每次测定均应采用酶制剂专用可溶性淀粉。

5.6 糖化力

5.6.1 方法提要

大曲中糖化型淀粉酶能将淀粉水解生成葡萄糖。试样在规定条件下从淀粉的非还原性末端开始依次水解 α -1,4-葡萄糖苷键产生葡萄糖,用费林法测定所生成的葡萄糖量,以此来表示糖化力。

5.6.2 仪器

恒温水浴锅:精度 $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.6.3 试剂和溶液

- 5.6.3.1 费林溶液:费林溶液甲、乙液的配制和标定,同 5.3.2.6。
- 5.6.3.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH4.6):同 5.5.2.1。
- 5.6.3.3 可溶性淀粉溶液(20 g/L):同 5.5.2.3。
- 5.6.3.4 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):同 5.3.2.4。
- 5.6.3.5 氢氧化钠溶液(质量分数为 20%)。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 大曲样液的制备(50 g/L)

- a) 根据测得大曲试样的水分,称取相当于绝干试样量 10 g,精确至 0.001 g,放入 250 mL 烧杯中,加 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,再加水,用玻璃棒搅拌均匀,定容至 200 mL;
- b) 将上述烧杯置于 35 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中保温浸渍 1 h,过滤,收集滤液,备用。

5.6.4.2 测定

- a) 于一试管内加入 25.0 mL 可溶性淀粉溶液(5.6.3.3),再加 5.0 mL 大曲样液(5.6.4.1b),摇匀,加入 20%NaOH 溶液 1 mL 后,吸取 5.0 mL 作为空白溶液,用葡萄糖标准溶液滴定,记录其消耗体积 V_1 ,操作程序同测定淀粉含量步骤(5.3.3.2);
- b) 于另一试管内加入 25.0 mL 可溶性淀粉溶液(5.6.3.3),再加 5.0 mL 大曲样液,摇匀,置于 35 $^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中,准确计时,糖化 1 h,加入 20%NaOH 溶液 1 mL 后,吸取糖化液 5.0 mL 于盛有费林溶液甲、乙液各 5.0 mL 的锥形瓶中,加水 10 mL,用葡萄糖标准溶液滴定,记录其消耗体积 V_2 ,操作程序同测定淀粉含量步骤(5.3.3.2)。

5.6.5 结果计算

试样的糖化力按公式(8)计算。

$$X_7 = \frac{(V_1 - V_2) \times 2.5 \times 30}{0.25 \times 5} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

X_7 ——试样的糖化力,单位为 U;

- V_1 —— 滴定空白时,消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 滴定试样时,消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 2.5 —— 每毫升葡萄糖标准溶液中含有葡萄糖的质量,单位为毫克(mg);
- 30 —— 糖化混合液(可溶性淀粉溶液加大曲样液)的总体积,单位为毫升(mL);
- 0.25 —— 5 mL 大曲样液相当大曲的质量,单位为克(g);
- 5 —— 滴定时吸取的糖化液体积,单位为毫升(mL)。
- 计算结果保留至整数。

5.6.6 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算术平均值的 10%。

5.7 酯化力

5.7.1 方法提要

在规定的试验条件下,大曲中酯化酶催化游离有机酸与乙醇合成酯,再用皂化法测定所生成的总酯(以己酸乙酯计),表示其酯化力。

5.7.2 仪器

- 5.7.2.1 恒温培养箱。
- 5.7.2.2 微量滴定管。
- 5.7.2.3 电炉(1 kW)。
- 5.7.2.4 玻璃蒸馏器:500 mL。

5.7.3 试剂和溶液

- 5.7.3.1 己酸(分析纯)。
- 5.7.3.2 无水乙醇。
- 5.7.3.3 乙醇溶液(体积分数为 30%):用量筒量取 300 mL 无水乙醇于 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容。
- 5.7.3.4 氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L):按 GB/T 601 配制与标定。
- 5.7.3.5 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。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 酯化样品的制备

吸取 1.5 mL 己酸于 250 mL 锥形瓶中,加 25.0 mL 无水乙醇,稍微振荡后,加入 75 mL 蒸馏水,充分混匀。再称取相当于绝干试样量 25 g,精确至 0.01 g,加到锥形瓶中,摇匀后,用塞子塞上,置于 35 °C 恒温箱内保温酯化 7 d,同时做空白试验。

5.7.4.2 蒸馏

将酯化 7 d 后的试样溶液全部移入 250 mL 蒸馏瓶中,量取 50 mL 乙醇溶液(5.7.3.3)分数次充分洗涤锥形瓶,洗液也一并倒入蒸馏烧瓶中,用 50 mL 容量瓶接受馏出液(外用冰水浴),缓缓加热蒸馏,当收集馏出液接近刻线时,取下容量瓶,调液温 20 °C,用水定容,混匀,备用。

5.7.4.3 皂化、滴定

将上述馏出液倒入 250 mL 具塞锥形瓶中,加两滴酚酞,以氢氧化钠标准溶液(5.7.3.4)中和(切勿过量),记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积。再准确加入 25.0 mL 氢氧化钠标准溶液,摇匀,装上冷凝管,于沸水浴上回流 0.5 h,取下,冷却至室温。然后,用硫酸标准溶液(5.7.3.5)进行反滴定,使微红色刚好消失为其终点,记录消耗硫酸标准溶液的体积 V_i 。

5.7.5 结果计算

a) 试样的总酯含量(以己酸乙酯计)按公式(9)和公式(10)计算。

$$A_i = \frac{(c \times 25.0 - c_1 \times V_i) \times 0.142}{50.0} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (9)$$

$$A = A_1 - A_0 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

- A_i ——测定总酯含量(以己酸乙酯计),单位为克每升(g/L);
- c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 25.0 ——皂化时,加入 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_1 ——硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_i ——滴定时,消耗 0.1 mol/L 硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.142 ——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的己酸乙酯的质量;
- 50.0 ——样品体积,单位为毫升(mL);
- A ——试样总酯含量(以己酸乙酯计),单位为克每升(g/L);
- A_1 ——未扣除空白试样所测总酯含量(以己酸乙酯计),单位为克每升(g/L);
- A_0 ——空白试验所测总酯含量(以己酸乙酯计),单位为克每升(g/L)。

b) 试样的酯化力按式(11)计算。

$$X_8 = A \times 50 \times 2 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

- X_8 ——试样的酯化力(以己酸乙酯计),单位为 U;
- A ——馏出液的总酯,单位为克每升(g/L);
- 50 ——取样体积,单位为毫升(mL);
- 2 ——大曲酶活单位折算系数。

计算结果保留至整数。

5.7.6 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算术平均值的 10%。

5.7.7 注意事项

- 5.7.7.1 酯化温度与时间对结果影响较大,应严格控制。
- 5.7.7.2 酯化液倒入蒸馏瓶时,应避免抛洒,三角瓶应用 30%乙醇充分洗涤。

6 其他分析项目

企业对大曲自控或有特殊要求,可参照附录 A 进行。

附 录 A
(资料性附录)
其他项目的参考分析方法

A.1 容重

A.1.1 方法提要

单位大曲体积的质量为容重。用台秤上称一块完整大曲的质量；再用传统排水法测其体积(因为大曲形状不规则，且块与块之间也不尽相同)，计算出容重。

A.1.2 仪器和材料

- A.1.2.1 量筒：1 000 mL。
- A.1.2.2 保鲜膜。
- A.1.2.3 透明胶。
- A.1.2.4 台秤：感量 0.01 g。

A.1.3 分析步骤

A.1.3.1 曲块质量的测定

取一块完整的大曲，在台秤上称其质量，记录为 m 。

A.1.3.2 曲块体积的测定

将该块大曲用保鲜膜严密的包裹一层，并用封口胶密封后，放入装满水的容器内进行排水试验，用量筒测定排出水的体积，记录为 V 。

A.1.4 结果计算

曲块的容重按公式(A.1)计算。

$$X_{A1} = \frac{m \times (100 - H)}{V \times (100 - 13.5)} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

X_{A1} ——曲块的(标准)容重，单位为克每立方厘米(g/cm³)；

m ——整块曲的质量，单位为克(g)；

V ——整块曲的体积，单位为立方厘米(cm³)；

H ——曲块实测水分含量，单位为克每百克(g/100 g)；

13.5 ——按曲块进入贮存期以此水分作基准进行折算，单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果保留至小数点后两位。

注：将曲块进入贮存期水分 13.5(g/100 g)作为判定曲块容重的基准，此时的曲块容重可称为“标准容重”。

A.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得超过算术平均值的 5%。

A.2 灰分

A.2.1 方法提要

将一定质量粉碎后的大曲,装入已知重量的坩锅中,经高温电炉灼烧(550±25)℃至恒重后,减去坩锅重,即为所测大曲试样的灰分含量。

A.2.2 仪器

A.2.2.1 马弗炉:精度±25℃。

A.2.2.2 分析天平:感量为0.1mg。

A.2.2.3 坩锅、称量皿。

A.2.2.4 干燥器:内盛有效干燥剂。

A.2.2.5 电热鼓风干燥箱。

A.2.3 试剂

盐酸溶液(1+5):量取10mL盐酸,加入50mL水混合。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 将坩锅浸没于盐酸溶液(A.2.3)中,视洁净程度,煮沸10min~60min,清洗干净后在(550±25)℃高温电炉中灼烧4h,待炉温下降至200℃以下,取出放入干燥器中冷却至室温,直至恒重。

A.2.4.2 准确称量2g~10g曲粉,精确至0.0001g,均匀置于恒重的坩锅中。

A.2.4.3 预灰化:将带试样的坩锅置于电炉上逐渐升温使试样炭化,当试样加热至无黑烟后,移入高温电炉中,(550±25)℃高温下灼烧4h,待炉温下降至200℃以下,取出放入干燥器中冷却至室温,在称量前如果灼烧残渣有炭粒,则向试样中滴入少许水湿润,使结块松散,蒸干水分再次灼烧至无炭粒方可称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过0.0005g为恒重。

A.2.5 结果计算

试样的灰分含量按公式(A.2)计算。

$$X_{A2} = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

X_{A2} ——试样中灰分的百分含量,单位为克每百克(g/100g);

m_1 ——空坩锅的质量,单位为克(g);

m_2 ——试样加空坩锅的质量,单位为克(g);

m_3 ——试样加空坩锅灼烧后的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位。

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算术平均值的5%。

A.3 氨基酸态氮

A.3.1 方法提要

根据氨基酸的两性作用,加入甲醛后与分子中的氨基反应后失去碱性,使羧基呈酸性。用氢氧化钠标准溶液滴定羧基,以 pH 指示和控制滴定终点,通过消耗氢氧化钠标准溶液的量计算出氨基酸态氮的含量。

A.3.2 仪器

A.3.2.1 酸度计或自动电位滴定仪:精度 0.02pH。

A.3.2.2 电磁搅拌器。

A.3.2.3 烧杯:150 mL。

A.3.2.4 微量滴定管:10 mL。

A.3.3 试剂和溶液

A.3.3.1 氢氧化钠标准溶液(0.05 mol/L):按 GB/T 601 配制与标定 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液。使用时,再准确稀释,配制成 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液。

A.3.3.2 甲醛溶液:36%~38%(无缩合沉淀)。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 样液的制备

称取 20.0 g 大曲粉,精确至 0.01 g,于约 60 mL 水中,准确浸泡 30 min,然后完全移入 100 mL 容量瓶中,加水定容,摇匀。用滤布过滤,收集滤液,备用。

A.3.4.2 测定

- a) 按仪器说明书校正酸度计,并注意仪器的设定温度在校正与测定时应保持一致;
- b) 中和酸度:吸取样液 20.0 mL 于 150 mL 烧杯中,加水 60 mL,摇匀,将事先用标准缓冲溶液校准好的电极插入样液中,放入 1 枚磁力转子,开启电磁搅拌器(转速适当),用氢氧化钠标准溶液进行滴定,直至刚好 pH=8.2 为其终点(切勿过量);
- c) 滴定氨基酸:向上述滴定至 pH=8.2 的溶液 b) 中,加入 10.0 mL 甲醛溶液,再用氢氧化钠标准溶液继续滴定至 pH=9.2,为其终点,准确记录消耗氢氧化钠标准溶液体积 V_1 ;
- d) 空白试验:取 80 mL 水于 150 mL 烧杯中,同上操作,先用氢氧化钠标准溶液滴定至 pH=8.2,然后加入 10.0 mL 甲醛溶液,再用氢氧化钠标准溶液继续滴定至 pH=9.2,准确记录加入甲醛后消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_0 。

A.3.5 结果计算

试样中氨基酸态氮的含量按公式(A.3)计算。

$$X_{A3} = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.014}{20 \times 20/100} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

X_{A3} —— 试样中氨基酸态氮的含量,单位为克每千克(g/kg);

V_1 —— 加入甲醛后滴定至终点(pH=9.2)时,样液消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为

毫升；

V_0 ——加入甲醛后滴定至终点(pH=9.2)时,空白溶液消耗氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；

0.014 ——氮的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

计算结果保留至小数点后两位。

A.3.6 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算术平均值的5%。

A.4 酒化力

A.4.1 方法提要

大曲能将原料中的淀粉转化为乙醇,以试样在规定条件下将淀粉转化力乙醇的量表示酒化力的大小。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 消泡剂。

A.4.2.2 冰水。

A.4.3 仪器

A.4.3.1 玻璃蒸馏瓶:500 mL。

A.4.3.2 高精度恒温水浴:精度 ± 0.1 °C。

A.4.3.3 容量瓶:100 mL。

A.4.3.4 附温度比重瓶:25 mL。

A.4.3.5 电炉(1 kW)。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 糖化发酵

称取100 g大米加160 mL水于蒸饭器皿中,并将器皿放于常压蒸气锅中蒸饭,蒸饭约1 h后取出,加100 mL水进行摊晾,当摊晾温度达到30 °C左右时,加入20 g大曲粉并拌匀,装入250 mL三角瓶中(量以自然装满为宜)。或者,称取100 g大米于250 mL三角瓶中,加160 mL水,放于灭菌锅中,于121 °C下灭菌20 min后取出,冷却到30 °C左右,在无菌操作台加入100 mL无菌水、20 g大曲粉,并拌匀,使其疏松适度。

A.4.4.2 封口密闭后,置于(30 \pm 1)°C恒温箱内发酵15 d。

A.4.4.3 蒸馏酒精

发酵15 d后取出三角瓶,将发酵醪拌匀,用烧杯称取发酵醪50 g,精确至0.01 g,然后移入250 mL蒸馏瓶中,用125 mL水将烧杯及瓶壁上所附着的发酵醪分数次洗入蒸馏瓶中,加几滴消泡剂,用50 mL容量瓶接受馏出液(外用冰水冷却),缓缓加热蒸馏,当收集馏出液接近刻线时,取下容量瓶,调液温20 °C,用水恢复至原重,混匀,备用。

A.4.4.4 用密度瓶法测酒精含量

a) 将密度瓶洗净,放入(103 \pm 2)°C的电热干燥箱中烘干1 h,取出,放入干燥器中冷却30 min,称量,反复操作直至恒重；

- b) 将煮沸冷却至 15 ℃ 的蒸馏水注满密度瓶,插入带温度计的瓶塞(瓶中应无气泡),立即浸于 (20±0.1)℃ 高精度恒温水浴中,待内容物温度达 20 ℃,并保持不变后,取出,用滤纸吸去溢出支管的水,立即盖好小帽,擦干后,称量;
- c) 将密度瓶中的水倒出,用馏出液反复冲洗比重瓶 3 次,然后,注满制备的馏出液(A. 4. 4. 3),按上述同样操作 b),准确称量。

A. 4. 5 结果计算

A. 4. 5. 1 馏出液(酒精水溶液)在 20 ℃ 的密度按公式(A. 4)计算。

$$D_{20}^{20} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \quad \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

D_{20}^{20} —— 馏出液(酒精水溶液)的密度;

m_2 —— 密度瓶加馏出液的质量,单位为克(g);

m_1 —— 密度瓶加水的质量,单位为克(g);

m —— 密度瓶的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后一位。

根据馏出液的密度和温度,参照 GB/T 10345—2007 附录 A 换算 20 ℃ 时酒精的百分含量。

A. 4. 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 0.2%。

A. 4. 7 注意事项

A. 4. 7. 1 米饭装入三角瓶中时注意疏松适度,以自然装满为宜,否则影响发酵。

A. 4. 7. 2 用烧杯称取发酵醪时,动作要快,以免酒精挥发。

A. 4. 7. 3 用比重瓶称重时要注意温度的控制。

固态发酵酒醅通用分析方法

General analysis method of solid-state fermented grains

2018-03-16 发布

2019-01-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国酒业协会白酒分会提出。

本标准由中国白酒标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国酒业协会、江苏洋河酒厂股份有限公司、中国食品发酵工业研究院。

本标准主要起草人：宋书玉、王耀、宋全厚、王晓慧、戴诗皎、尹建军、王健。

固态发酵酒醅通用分析方法

1 范围

本标准规定了固态发酵酒醅中水分、酸度、还原糖、淀粉、酒精度和总酯等常规指标的相关术语、定义及分析方法。

本标准适用于固态发酵白酒酒醅的分析测定。

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/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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

酸度

每 10 g 酒醅滴定所消耗氢氧化钠标准溶液的毫摩尔数。

3.2

样品集

具有代表性的,基本覆盖相关组分含量范围的样品集合。

3.3

定标模型

利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应化学标准值之间关系的数学模型。

3.4

模型标准差

SEC 或 SEP

样品组分的近红外光谱法测定值与常规方法测定值之间的标准差,表示定标模型调整后的准确度。定标样品常以 SEC 表示,验证样品常以 SEP 表示。模型标准差按式(1)计算。

$$\text{SEC(SEP)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - y_i - \text{Bias})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Y_i ——样品 i 的组分近红外测定值;

y_i ——样品 i 的组分标准值;

n ——样本数;

Bias —— 系统偏差,即偏差之和除以样本数, $Bias = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n d_i$ 。式中 d_i 为验证样品 i 组分的近红外测定值与标准值的差,即 $d_i = Y_i - y_i$ 。

3.5

偏差

d

样品的近红外光谱法测定值与真实值(经典分析方法测定值)的差值。

3.6

平均偏差

Bias

所有校正集或验证集样本偏差的平均值。

3.7

决定系数

R^2 或 r^2

定标模型可解释的方差占总方差的百分比,以决定系数来表示,通常定标样品以 R^2 表示,验证样品以 r^2 表示。决定系数按式(2)计算。

$$R^2 (r^2) = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - y_i)^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

Y_i, y_i 和 n —— 同 3.3;

\bar{y} —— 标准值的平均值。

3.8

验证集标准偏差与预测标准偏差的比值

RPD

验证集标准偏差与预测标准偏差的比值按式(3)计算。

$$RPD = SD/SEP \dots\dots\dots (3)$$

式中:

SD——验证集所有样本浓度值的标准偏差。验证集样本的性质分布越宽越均匀、SEP 越小,RPD 将越大。

3.9

马氏(Mahalanobis)距离

数据的协方差距离,它是一种有效计算两个未知样本集的相似度的方法。

3.10

定标模型适用性判据的建立

3.10.1

马氏距离

如果待测样本的马氏距离大于定标样品集的最大马氏距离,则说明待测样本中的一些组分浓度超出了定标模型的覆盖范围。

3.10.2

光谱残差

如果待测样本的光谱残差大于规定的阈值,则说明待测样本中含有定标样本中所没有的组分。

3.10.3

最邻近距离

如果待测样本与所有校正集样本之间距离的最小值(最邻近距离)大于规定的阈值,则说明待测样本落入了定标样品分布比较稀疏的地方,预测结果的准确性将受到质疑。

4 试剂与材料

- 4.1 本标准中所用的水,在未注明其他要求时,均指符合 GB/T 6682 要求的二级水。所用试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯(AR)。
- 4.2 本标准中的溶液,在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。
- 4.3 酚酞指示剂(10 g/L):按 GB/T 603 配制。
- 4.4 NaOH 标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=0.1000 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制与标定,并准确稀释。
- 4.5 葡萄糖标准溶液(1 g/L):准确称取预先经 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的无水葡萄糖 1 g(精确至 0.000 1 g),用水溶解,加浓盐酸 5 mL 后定容至 1 000 mL,摇匀备用。
- 4.6 H_2SO_4 标准溶液 0.1 mol/L(1/2 H_2SO_4):按 GB/T 601 配制与标定,并准确稀释。
- 4.7 乙醇无酯溶液:量取 95% 乙醇 600 mL 于 1 000 mL 回流瓶中,加 NaOH 标准滴定溶液(4.4) 5 mL,加热回流皂化 1 h,然后移入蒸馏器中重蒸,再配成 50%(体积分数)乙醇溶液。
- 4.8 斐林试剂甲液:称取五水硫酸铜 15.00 g,次甲基蓝 0.05 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀备用。
- 4.9 斐林试剂乙液:称取酒石酸钾钠 50.00 g,氢氧化钠 54.00 g,亚铁氰化钾 4.00 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀备用。
- 4.10 盐酸溶液(1+4):量取 20 mL 浓盐酸,缓慢倒入 80 mL 水中,摇匀即可。
- 4.11 NaOH 溶液(200 g/L):称取氢氧化钠 100.00 g 于 200 mL 烧杯中,先用少量水溶解,冷却后转移至 500 mL 的容量瓶中,定容,摇匀备用。

方法一 经典分析方法

5 水分及挥发物的测定

恒温干燥法。

5.1 原理

根据样品烘干前后质量差,计算出所失去质量的百分数,即为水分及挥发物的含量。恒温干燥法测得的结果是水分和挥发物的总和,又称干燥失重。

5.2 测定步骤

取直径 100 mm~120 mm 并干燥至恒重的表面皿,称重(准确至 0.01 g),记下空表面皿质量 m_0 。在表面皿内加入一定量的酒醅样品(约 10 g),记录试样与表面皿的质量 m_1 。将试样于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中恒温干燥 3 h,放入干燥器中冷却 30 min,称重;再在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中恒温干燥 1 h,称重,直至恒重。记录试样与表面皿的质量 m_2 。

5.3 结果计算

样品中水分及挥发物的含量(%)按式(4)计算。

$$\text{水分及挥发物} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_0 ——空表面皿质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥前试样与表面皿的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样与表面皿的质量,单位为克(g);

注: 所得结果保留至两位小数。

5.4 精密度

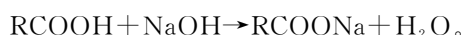
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,不得超过算术平均值的 2%。

6 酸度的测定

中和滴定法。

6.1 原理

试样中的有机酸,以酚酞为指示剂,采用氢氧化钠溶液进行中和滴定,其反应式为:



6.2 主要仪器

碱式滴定管:25 mL。

6.3 测定步骤

6.3.1 待测液制备

称取约 10 g 酒醅试样,置于 250 mL 三角瓶中,记录样品重量 m (准确至 0.01 g)。准确加水 50 mL,搅匀,在室温下浸泡 15 min。浸泡时间内,每隔 5 min 搅拌 1 次。将浸提液用双层纱布或脱脂棉过滤于 100 mL 容量瓶中,并用蒸馏水充分洗涤残渣,洗液并入容量瓶中,定容,摇匀,得待测液。

6.3.2 酸度滴定

准确吸取 10.0 mL 待测液(6.3.1)于 150 mL 三角瓶中,加水约 20 mL,摇匀,再加 2 滴酚酞指示剂(4.3),用氢氧化钠标准滴定溶液(4.4)滴定至溶液呈微红色,且 30 s 不退色。记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V 。

6.4 结果计算

样品中酸度的含量(mmol/10 g)按式(5)计算。

$$\text{酸度} = \frac{c \times V}{m \times \frac{10}{100}} \times 10 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

100 ——浸提液的总体积,单位为毫升(mL);

10(分母中的 10) ——吸取待测液的体积,单位为毫升(mL);

m ——称取酒醅的质量,单位为克(g);

10(分子中的 10) ——换算成 10 g 酒醅的酸度。

注: 所得结果保留至两位小数。

6.5 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,不得超过算术平均值的 5%。

7 酒醅酒精度测定

蒸馏法、酒精计法。

7.1 原理

采用蒸馏法去除样品中的不挥发性物质,用酒精计法测得酒精体积分数示值,加以温度校正,换算成 20 °C 时乙醇的体积分数,即为酒精度。

7.2 主要仪器

7.2.1 圆底烧瓶:1 000 mL。

7.2.2 蒸馏装置。

7.2.3 温度计:0 °C~50 °C 温度计,分度值为 1 °C。

7.2.4 酒精计:0%vol~10%vol 和 10%vol~20%vol 精密酒精计,分度值为 0.1 度。

7.3 测定步骤

7.3.1 蒸馏

称取酒醅 100 g(准确至 0.01 g)于 1 000 mL 圆底烧瓶中,沿瓶壁少量多次加入 200 mL 水,确保将残留于瓶口与瓶壁的酒醅冲下。连接冷凝回流装置,以 100 mL 容量瓶作接收器。开启冷却水(冷却水温宜不高于 15 °C),缓慢加热蒸馏。当馏出液收集至接近刻度线时,取下容量瓶,封口。冷却至温度与原样品温度基本相同,加水定容,摇匀,得到待测样,静置待用。

7.3.2 测量

将待测样转移至 100 mL 量筒中,静置至气泡消失,向量筒中缓慢放入洁净干燥的酒精计和温度计,平衡 5 min,水平观测,读取与弯月面相切处的酒精度示值,同时记录温度。根据测定的酒精度示值和温度,查“酒精度与温度校正表”,换算成 20 °C 时试样的酒精度。

注: 所得结果保留至两位小数。

7.4 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,不得超过算术平均值的 10%。

8 还原糖的测定

葡萄糖标准溶液返滴定法。

8.1 原理

待测样与斐林试剂作用完全后,用葡萄糖标准溶液滴定剩余的二价铜,通过比较样品滴定与空白滴定分别消耗葡萄糖标准溶液的量计算试液中的葡萄糖量,即为样品的还原糖含量。

8.2 主要仪器

8.2.1 酸式滴定管:25 mL。

8.2.2 电炉:1 000 W。

8.3 测定步骤

8.3.1 待测液制备

同 6.3.1。

8.3.2 空白滴定

准确吸取斐林试剂甲、乙液(4.8、4.9)各 5 mL 于 150 mL 三角瓶中,加入约 9 mL 葡萄糖标准溶液(4.5),摇匀,置于电炉上加热约 2 min 至沸腾后,以每 2 s~3 s 一滴的速度继续滴入葡萄糖标准溶液(4.5)至蓝色消失,溶液呈浅黄色为止。滴定操作在 1 min 内完成,消耗的葡萄糖标准溶液应控制在 1 mL 左右。记录消耗葡萄糖标准溶液的总量(V_0)。

8.3.3 试样滴定

8.3.3.1 预滴定

准确吸取斐林试剂甲、乙液(4.8、4.9)各 5 mL 于 150 mL 三角瓶中,加入 2 mL 待测液(8.3.1),再加入一定量的葡萄糖标准溶液(4.5),摇匀,置于电炉上加热约 2 min 至沸腾后,以每 2 s~3 s 一滴的速度继续滴入葡萄糖标准溶液(4.5)至蓝色消失,溶液呈浅黄色为止。记录消耗葡萄糖标准溶液的体积。

8.3.3.2 正式滴定

准确吸取斐林试剂甲、乙液(4.8、4.9)各 5 mL 于 150 mL 三角瓶中,加入 2 mL 待测液(8.3.1),再加入比预滴定少约 1 mL 的葡萄糖标准溶液(4.5),摇匀,置于电炉上加热约 2 min 至沸腾后,以每 2 s~3 s 一滴的速度继续滴入葡萄糖标准溶液(4.5)至蓝色消失,溶液呈浅黄色为止。滴定操作应在 1 min 内完成,记录消耗葡萄糖标准溶液的体积(V_1)。

8.4 结果计算

还原糖以 100 g 酒醅含还原糖克数计,用式(6)计算试样还原糖含量(%)。

$$\text{还原糖(以葡萄糖计)} = \frac{V_0 - V_1 \times c}{m \times \frac{2}{100}} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V_0 ——空白滴定时消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试验测定时消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——葡萄糖标准溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);

m ——称取酒醅的质量,单位为克(g);

100(分母中的 100) ——酒醅待测液体积,单位为毫升(mL);

2 ——吸取待测液体积,单位为毫升(mL);
100(分子中的100) ——换成100 g 酒醅的含还原糖克数。

注: 所得结果保留至两位小数。

8.5 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,不得超过算术平均值的20%。

9 粗淀粉的测定

葡萄糖标准溶液返滴定法。

9.1 原理

待测样与斐林试剂作用完全后,用葡萄糖标准溶液滴定剩余的二价铜,通过比较样品滴定与空白滴定分别消耗葡萄糖标准溶液的量计算试液中的葡萄糖量。测出的量实际上是包括还原糖等的总糖量。

9.2 主要仪器

9.2.1 酸式滴定管:25 mL。

9.2.2 电炉。

9.3 测定步骤

9.3.1 待测液制备

称取样品5 g(准确至0.01 g),置于250 mL三角瓶中,加入盐酸溶液(4.10)100 mL,瓶口安装约1 m长的具塞玻璃管,当作冷凝管,置于沸水浴中回流水解30 min,取出,迅速用自来水冷却至室温,用氢氧化钠溶液(4.11)中和至微酸性,用定性滤纸或脱脂棉过滤于500 mL容量瓶中,并用水充分洗涤残渣,洗液并入容量瓶中,定容,摇匀,得待测液。

9.3.2 空白滴定

同8.3.2。

9.3.3 试样的测定

9.3.3.1 预滴定

准确吸取斐林试剂甲、乙液(4.8、4.9)各5 mL于150 mL三角瓶中,加入2 mL待测液(9.3.1),再加入一定量的葡萄糖标准溶液(4.5),摇匀,置于电炉上加热约2 min至沸腾后,以每2 s~3 s一滴的速度继续滴入葡萄糖标准溶液(4.5)至蓝色消失,溶液呈浅黄色为止。记录消耗葡萄糖标准溶液的体积。

9.3.3.2 正式滴定

准确吸取斐林试剂甲、乙液(4.8、4.9)各5 mL于150 mL三角瓶中,加入2 mL待测液(9.3.1),再加入比预滴定少约1 mL的葡萄糖标准溶液(4.5),摇匀,置于电炉上加热约2 min至沸腾后,以每2 s~3 s一滴的速度继续滴入葡萄糖标准溶液(4.5)至蓝色消失,溶液呈浅黄色为止。滴定操作应在1 min内完成,记录消耗葡萄糖标准溶液的体积 V_1 。

9.4 结果计算

样品中粗淀粉的含量(%)按式(7)计算。

$$\text{粗淀粉} = \frac{(V_0 - V_1) \times c}{m \times \frac{2}{500}} \times 100 \times 0.9 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V_0 ——空白滴定时消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试验测定时消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——葡萄糖标准溶液浓度,单位为克每毫升(g/mL);

m ——称取酒醅的质量,单位为克(g);

2 ——吸取待测液体积,单位为毫升(mL);

500 ——滤液定容体积,单位为毫升(mL);

100 ——换成 100 g 酒醅的含糖克数;

0.9 ——葡萄糖换算为淀粉的系数。

注:所得结果保留至两位小数。

9.5 精密度

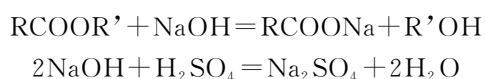
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值,不得超过算术平均值的 5%。

10 总酯的测定

皂化返滴定法。

10.1 原理

先用碱中和酒醅中的游离酸,再加入一定量(过量)的碱,加热回流使酯类皂化。通过消耗碱的量计算出总酯含量。其反应式为:



10.2 主要仪器

10.2.1 碱式滴定管:25 mL。

10.2.2 酸式滴定管:25 mL。

10.2.3 水浴锅。

10.3 测定步骤

10.3.1 样品预处理

称取约 10 g 酒醅试样,置于 250 mL 三角瓶中,记录样品重量 m (准确至 0.01 g)。加入 50 mL 乙醇无酯溶液(4.7),摇匀,在室温下浸泡 15 min,浸泡时间内,每 5 min 搅拌一次。将浸提液用定性滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,并用乙醇无酯溶液(4.7)充分洗涤残渣,洗液并入容量瓶中,定容,摇匀,得待测液。

10.3.2 试样的测定

10.3.2.1 中和

准确吸取待测液 50 mL 于 250 mL 带盖磨口三角瓶中,加 2 滴酚酞,以 NaOH 标准溶液滴定至微红色,30 s 不褪色(切勿过量)。再准确加入 NaOH 标准溶液 25 mL(若酒醪中含酯量高可加入 50 mL),摇匀。

10.3.2.2 皂化反应

装上回流冷凝管,于沸水浴中回流 30 min 后冷却至室温。

10.3.2.3 返滴定

用 H_2SO_4 标准溶液滴定过量的 NaOH,使微红色刚好完全消失为终点,记录消耗的 H_2SO_4 标准溶液的体积。

10.3.3 空白试验

吸取乙醇无酯溶液(4.7),按 10.3.2 方法操作做空白试验,记录消耗 H_2SO_4 标准溶液的体积 V_0 。

10.3.4 结果计算

样品中总酯的含量(mmol/kg)按式(8)计算。

$$\text{总酯} = \frac{c \times (V_0 - V)}{m \times \frac{50}{100}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

c —— H_2SO_4 标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 —— 空白试验消耗 H_2SO_4 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V —— 滴定消耗的 H_2SO_4 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

50 —— 吸取待测液的体积,单位为毫升(mL);

100 —— 10 g 酒醪浸出液的体积,单位为毫升(mL);

m —— 所取酒醪重量,单位为克(g);

1 000 —— 换算成 1 000 g 酒醪中总酯的毫摩尔数。

10.4 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,不得超过算术平均值的 10%。

方法二 近红外光谱分析方法

11 检测原理

利用酒醪中的 C-H、N-H、O-H、C-O 和 S-H 等化学键的泛频振动或转动,以漫反射方式获得酒醪内待测成分(水分、淀粉、总酸、残糖、酒精度等),组成基础化学键在近红外区的吸收光谱,同时利用传统理化检测方法,获得该酒醪样品的理化指标数据,结合化学计量学方法建立酒醪的近红外光谱与待测成分含量间的线性定量模型,从而实现用近红外光谱分析方法对酒醪待测成分含量的快速检测。

12 酒醅装样及光谱采集模式

样品采集后充分混匀。取部分样品并利用合适尺寸的样品杯或培养皿进行装样,保持样品松紧适度并全部覆盖样品杯使其不漏光,用小木勺轻微压紧(大力度挤压会使得下层水分含量高于上层),使得贴近杯底层的酒醅样品平整无空隙,以近红外光无法透过杯内覆盖层为原则。

采用漫反射模式进行光谱采集,一般应随机扫描样品杯内样品三次,并取其平均光谱建模。将近红外扫描样品倒回原混匀样品并进行再次混匀后进行各项理化指标的检测。

13 数据预处理、特征提取及建模方法选择

为了消除模型建立过程中无用信息的干扰,提取并凸显有用信息,在获得光谱数据及相应的理化指标数据后,应采取相应的方法进行数据预处理。常用的数据预处理方法包括:归一化处理、中心化变换、标准正态变量校正、数字平滑与滤波、导数处理(一阶、二阶)、多元散射校正等。

数据预处理后还应对数据进行特征的提取与压缩,常用方法包括:主成分分析、马氏距离等。

常用建模方法包括:主成分回归、偏最小二乘法回归、支持向量机回归等。

14 定标

14.1 定标模型的建立

近红外光谱分析的准确性在一定程度上取决于定标工作,定标的总则和程序见附录 A。

14.2 定标模型的升级

定标模型升级的目的是为了增加定标模型的适用范围。操作上是选择 50 个~80 个当地样品,按附录 A 中的方法扫描其近红外光谱,并用常规分析方法测定各指标含量,然后将这些样品加入到定标样品中,用原有的定标方法进行计算,即获得升级的定标模型。

15 未知样品的测定

15.1 仪器准备

每次测定前应按厂商的设备使用说明书规定,对仪器进行预热及性能检验。

15.2 样品测定

根据待测样品选用对应的定标模型,参照附录 A 中 A.2 的方法进行装样,对样品进行扫描,记录测定数据。

16 异常样品的确认和处理

16.1 异常样品的确认

16.1.1 形成异常样品的原因,可能来自于以下几个方面:

- 该样品中某成分的含量超过了该仪器定标模型的范围;
- 采用了错误的定标模型;

- 样品杂质过多；
- 仪器光路受到污染；
- 样品温度超出定标模型的温度适用范围；
- 仪器性能下降。

16.1.2 应对造成测试结果异常的原因进行分析和排除,再进行第二次近红外光谱测定,如仍出现报警,则确定为异常样品。

16.2 异常样品的处理

近红外光谱分析中发现异常样品后,应采用经典分析方法对该样品进行分析,报告出具以经典分析方法的结果为准,并将该样品作为模型升级的备选样品集。

17 准确性和精密度

17.1 准确性

验证样品集各组分含量扣除系统偏差后的测定值与其标准值间的标准差(SEP)。各组分的准确性要求见表1。

17.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同的测试方法,并在短时间内,通过重新分样和重新装样,对同一被测样品进行测定,获得的两次测定结果的绝对差值。各组分的重复性要求见表1。

表1 酒酯近红外光谱分析法的基本要求

组分	模型标准差(SEP)	重复性
水分	$\leq 1.00\%$	$\leq 0.30\%$
酸度	$\leq 0.30 \text{ mmol}/10 \text{ g}$	$\leq 0.10 \text{ mmol}/10 \text{ g}$
淀粉	$\leq 1.50\%$	$\leq 0.30\%$
糖分	$\leq 0.30\%$	$\leq 0.10\%$
酒精度	$\leq 0.50\% \text{ vol}$	$\leq 0.20\% \text{ vol}$
总酯	$\leq 2.00 \text{ mmol}/\text{kg}$	$\leq 3.00 \text{ mmol}/\text{kg}$

附 录 A
(资料性附录)
样品定标模型构建方法

A.1 定标样品的选择

参与定标的样品应具有代表性,即需涵盖将来所要分析样品的特性,包括浓度、环节、季节、班组等。创建一个新的酒醅定标模型,推荐最少的样品数通常不少于 300 个。由于酒醅样品的不均一性,建立稳定的定标,一般期望收集比实际更多的光谱数据。

A.2 定标样品光谱数据的采集

酒醅样品装样应压实,避免出现缝隙,同时也不应过度挤压以至水分流出。光谱数据采集过程中,同一样品通过重新分样和重新装样检测 3 次。

A.3 定标样品化学值的测定

采用常规分析方法测定定标样品中水分、酸度、粗淀粉、糖分、酒精度及总酯的含量。为防止样品理化指标的变化,光谱扫描后应立即进行化学值的测定。

A.4 定标方法

偏最小二乘法回归法(partial least squares regression,PLSR)。

指每次仅处理一种理化指标的 PLSR 方法。该方法提取回归变量时同时考虑光谱和化学分析值的信息,是目前近红外光谱分析最常使用的方法。

A.5 定标模型的评价及验证

A.5.1 定标模型的评价

定标样品相关系数 R^2 越接近于 1 越好;SEC 与 SEP 两者相差不多且越接近于 0 越好。

A.5.2 定标模型的验证

检验定标模型的验证,其简单的方法是直接比较一个有代表样品群的预测值(y_i)和真实值(Y_i),以预测误差平方的加权平均值(MSE)来表示。

作 业 指 导 书

高粱中直链淀粉、支链淀粉的测定

Determination of amylose and amylopectin in sorghum

高粱中直链淀粉、支链淀粉的测定

1 范围

本检测方法适用于高粱中直链淀粉、支链淀粉含量的测定,测定方法为双波长分光光度法。

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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

BS ISO 13690 谷类作物、豆科作物和磨制产品 静态批量取样

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

直链淀粉 amylose

淀粉组分之一,是 α -D-吡喃葡萄糖通过 α -1,4-糖苷键连接而成的链状多糖分子。

3.2

支链淀粉 amylopectin

淀粉组分之一,是 α -D-吡喃葡萄糖通过 α -1,4-糖苷键和 α -1,6-糖苷键连接而成的具有分枝状的多糖分子。

4 原理

将高粱粉碎至细粉以破坏淀粉的胚乳结构,使其易于完全分散及糊化,并对粉碎试样脱脂,脱脂后的试样分散在氢氧化钠溶液中,向一定量的试样分散液中加入碘试剂显色,采用双波长法定量。

5 试剂

5.1.1 甲醇(CH_3OH),分析纯。

5.1.2 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$),分析纯。

5.1.3 氢氧化钠(NaOH),分析纯。

5.1.4 乙酸(CH_3COOH),分析纯。

5.1.5 碘(I_2),分析纯。

5.2 试剂配制

5.2.1 氢氧化钠溶液(1 mol/L):称取 4.0 g 氢氧化钠,加水溶解并定容至 100 mL。

作业指导书

5.2.2 乙酸溶液(1 mol/L):取 30 mL 乙酸,加水定容至 500 mL。

5.2.3 碘试剂:用具盖称量瓶称取 $2.000\text{ g}\pm 0.005\text{ g}$ 碘化钾,加适量的水以形成饱和溶液,加入 $0.200\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 碘,碘全部溶解后将溶液定量移至 100 mL 容量瓶中,加蒸馏水至刻度,摇匀。现配现用,避光保存。

5.3 标准品

直链淀粉: $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$,CAS 号:9005-82-7。

支链淀粉: $(\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5)_n$,CAS 号:9037-22-3。

5.4 标准溶液配制

直链淀粉标准溶液、支链淀粉标准溶液的浓度均为 1 mg/mL。

分别称取 $0.100\text{ g}\pm 0.005\text{ g}$ 直链淀粉标准品、支链淀粉标准品于不同的 100 mL 锥形瓶(6.8)中,小心加入 1.0 mL 无水乙醇(5.1.2),将粘在瓶壁上的直链淀粉冲下,加入 9.0 mL 的氢氧化钠溶液(5.2.1),轻摇使直链淀粉完全分散开。随后将锥形瓶在沸水浴(6.7)中加热 10 min 以分散直链、支链淀粉标准品。分散后取出冷却到室温,转移至不同的 100 mL 容量瓶(6.6)中。加水至刻度,剧烈摇匀。此两种标准分散液即为 1 mg/mL 直链淀粉标准溶液、1 mg/mL 支链淀粉标准溶液。直链淀粉的碘结合量约为其自身的 19%~20%,支链淀粉的碘结合量 $\leq 0.2\%$ 。

当测试样品时,直链淀粉和支链淀粉在相同的条件下进行水分平衡,则不需要进行水分校正,获得的测试结果为高粱干基结果。如果测试样品和标准品不是在相同的条件下制备的,则样品和标准品的水分都要依据 GB 5009.3 进行水分测试,结果也应相应校正。

6 仪器和设备

6.1 实验室捣碎机。

6.2 粉碎机:可将高粱粉碎并通过 30 目筛。

6.3 筛子:30 目筛。

6.4 分光光度计:具有 1 cm 比色皿,光谱扫描范围为 400 nm~900 nm。

6.5 索氏抽提器:能采用甲醇回流抽提样品,速度为 5 滴/s~6 滴/s。

6.6 容量瓶:50 mL、100 mL。

6.7 水浴锅。

6.8 锥形瓶:100 mL。

6.9 分析天平:分度值为 0.000 1 g。

7 扦样

扦样应具有代表性,并保证样品在运输和储存过程中无损坏和改变。扦样不是本检测方法的一部分,推荐按 BS ISO 13690 的规定执行。

8 操作步骤

8.1 试样的制备

8.1.1 粉碎

取至少 10 g 高粱,用粉碎机(6.2)粉碎成粉末,并通过规定的筛网(6.3)。

8.1.2 脱水

样品水分测定按 GB 5009.3 操作,水分含量为 $w_1(\%)$ 。

8.1.3 脱脂

用甲醇(5.1.1)对脱水后的样品进行脱脂,以 5 滴/s~6 滴/s 的速度回流抽提脱脂 4 h~6 h,测得粗脂肪含量为 $w_2(\%)$,样品脂肪含量测定按 GB 5009.6 操作。

注:脂类物质会和碘争夺直链淀粉而形成复合物,研究证明对高粱脱脂可以有效降低脂类物质的影响,样品脱脂后可获得较高的直链淀粉结果。

脱脂后将试样在盘子或表面皿上铺成一薄层,置于 105 °C 烘箱中烘 3 h,挥发残余甲醇后置于干燥器中恢复到室温备用。

注意:挥发甲醇时应使用安全防护措施,如在通风橱中进行操作。

8.2 样品溶液的制备

称取 0.100 g±0.005 g 试样(8.1)于 100 mL 锥形瓶(6.8)中,小心加入 1 mL 无水乙醇(5.1.2)到试样中,将粘在瓶壁上的试样冲下。移取 9 mL 氢氧化钠溶液(5.2.1)到锥形瓶(6.8)中,并轻轻摇匀,随后将混合物在沸水浴(6.7)中加热 10 min 以分散淀粉。取出冷却至室温,转移到 50 mL 容量瓶(6.6)中。加蒸馏水定容并剧烈振摇混匀。

8.3 空白溶液的制备

采用与测定样品时相同的操作步骤及试剂,但使用 0.45 mL 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液(5.2.1)替代样品制备空白溶液。

8.4 校正曲线的绘制

8.4.1 系列标准溶液的制备

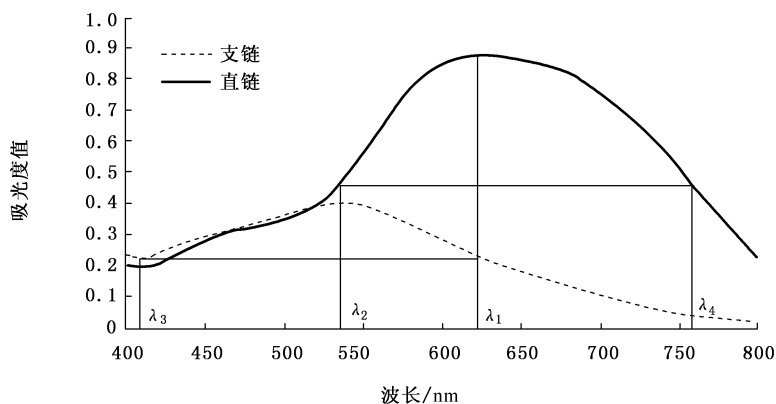
取 7 支 50 mL 容量瓶,按照表 1 加入直链淀粉和支链淀粉标准分散液(5.4)。

表 1 系列标准溶液

标准溶液系列编号	1	2	3	4	5	6	7
直链淀粉标准液(5.4)/mL	0.00	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	2.00
支链淀粉标准液(5.4)/mL	7.00	6.00	4.50	4.00	3.50	2.50	0.00

8.4.2 直链淀粉、支链淀粉双波长的选择

分光光度计(6.4)用空白溶液(8.3)调零,用 1 号(支链淀粉与碘显色溶液)和 7 号(直链淀粉与碘显色溶液)容量瓶中的样品在同一坐标系内进行全波长扫描(波长 400 nm~900 nm),根据双波长分光光度法测定原理,采用等吸收点作图法(如图 1),确定直链淀粉的测定波长 λ_1 为 635 nm、参比波长 λ_3 为 438 nm,支链淀粉的测定波长 λ_2 为 534 nm、参比波长 λ_4 为 758 nm。每批样品测定前均需配制 1 号、7 号标准溶液进行全波长扫描,以确定直链淀粉、支链淀粉的测定波长和参比波长选择是否正确,若有偏差,应重新确定测定波长和参比波长。



注：双波长法选择波长必须满足两个基本条件：一是共存组分在这两个波长应具有相同的吸收值，使其浓度变化不影响测定值；二是待测组分在这两个波长的吸光度差值应足够大。

图 1 直链淀粉、支链淀粉测定波长与参比波长分析

以 635 nm 和 438 nm 处吸光度差值为纵坐标，直链淀粉含量为横坐标，绘制直链淀粉校正曲线。以 534 nm 和 758 nm 处吸光度差值为纵坐标，支链淀粉含量为横坐标，绘制支链淀粉校正曲线。

8.4.3 显色和吸光度测定

在容量瓶(8.4.1)中加入大约 30 mL 水，加 2.0 mL 乙酸溶液(5.2.2)摇匀，再加入 2.0 mL 碘试剂(5.2.3)，加水至刻度，摇匀，静置 10 min。

8.5 样品溶液测定

准确移取 2.5 mL 样品溶液(8.2)于 50 mL 容量瓶中，加入约 30 mL 水、2.0 mL 乙酸溶液(5.2.2)摇匀，再加入 2.0 mL 碘试剂(5.2.3)，加水至刻度，摇匀，静置 10 min。

用空白溶液(8.3)调零，分别测得 635 nm 和 438 nm 处吸光度差值、534 nm 和 758 nm 处吸光度差值，分别根据直链淀粉和支链淀粉标准曲线测定样品溶液中直链淀粉含量 Y_1 (ug/mL) 和支链淀粉含量 Y_2 (ug/mL)。

每一样品溶液应做两份平行测定。

9 分析结果的表述

试样中的直链淀粉、支链淀粉含量按式(1)计算，支链淀粉占总淀粉含量的比值按式(2)计算，直链淀粉和支链淀粉含量总和按式(3)计算。

$$w = \frac{y \times 50 \times 50 \times (1 - w_1)(1 - w_2)}{m \times 2.5 \times 1000 \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$x = \frac{w_{支}}{w_{总}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

$$w_{总} = w_{支} + w_{直} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- w —— 试样中直链淀粉(支链淀粉)含量(以质量分数计)，%；
- y —— 从校正曲线(8.4.2)上得到的直链淀粉(支链淀粉)在试样显色液(8.5)中的浓度，单位为微克每毫升(ug/mL)；
- w_1 —— 高粱样品中的水分含量(以质量分数计)，%；

w_2 ——高粱样品中的粗脂肪含量(以质量分数计), %;

m ——高粱样品质量(8.2), 单位为克(g);

x ——试样中支链淀粉含量占总淀粉含量的比值, %;

$w_{支}$ ——试样中支链淀粉含量(以质量分数计), %;

$w_{总}$ ——试样中直链淀粉和支链淀粉含量总和(以质量分数计), %;

$w_{直}$ ——试样中直链淀粉含量(以质量分数计), %。

结果保留两位有效数字。

10 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算术平均值的 10%。

精密度、准确度、回收率结果保留一位小数。

作 业 指 导 书

小麦、高粱中粗淀粉的测定

Determination of crude starch in wheat or sorghum

小麦、高粱中粗淀粉的测定

1 范围

本检测方法适用于酿酒用小麦、高粱中粗淀粉的测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

淀粉分子在盐酸作用下,被水解生成还原糖,利用斐林溶液与还原糖共沸,生成氧化亚铜(砖红色)沉淀,用次甲基蓝作指示剂,以水解后样液滴定斐林溶液,达到终点时,稍微过量的还原糖将蓝色的次甲基蓝还原成无色,以示终点。根据生成的还原糖量折算成粗淀粉的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 试剂

- 4.1.1 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.1.2 酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{KNa} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)。
- 4.1.3 氢氧化钠(NaOH)。
- 4.1.4 无水葡萄糖($\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$)。
- 4.1.5 浓盐酸(HCl)。
- 4.1.6 碘(I_2)。
- 4.1.7 碘化钾(KI)。
- 4.1.8 次甲基蓝($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。

4.2 试剂配制

4.2.1 斐林试剂

甲液:称取 69.3 g 硫酸铜(3.1.1),用水溶解并稀释至 1 000 mL。

乙液:称取 346.0 g 酒石酸钾钠(3.1.2),100.0 g 氢氧化钠(3.1.3),用水溶解并稀释至 1 000 mL。

4.2.2 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):准确称取预先于 100 °C~105 °C 烘干至恒重的 2.5 g 无水葡萄糖(3.1.4),精确至 0.000 1 g,用水溶解,加 5 mL 浓盐酸(3.1.5),用水定容至 1 000 mL,冰箱冷藏。

4.2.3 氢氧化钠溶液(20%):称取 20 g 氢氧化钠(3.1.3),用水溶解并稀释至 100 mL,贮存于聚乙烯试剂瓶中。

作业指导书

4.2.4 HCl 溶液(1 : 4):量取 200 mL 浓盐酸(3.1.5),与 800 mL 水混匀。

4.2.5 碘液:称取 1 g 碘化钾(3.1.7),加约 1 mL 水溶解;称取 0.1 g 碘(3.1.6),完全溶解于碘化钾溶液中,稀释至 50 mL,摇匀,作为原碘液储存于棕色试剂瓶中。使用时,吸取 2.0 mL 原碘液,加 20.0 g 碘化钾(3.1.7),用水定容至 500 mL,作为稀碘液贮存于棕色试剂瓶中,冰箱冷藏。

5 仪器和设备

5.1 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.2 电热干燥箱:精度为 ± 2 °C。

5.3 恒温水浴锅:可加热至 100 °C。

5.4 回流装置,并附 250 mL 磨口锥形瓶。

5.5 谷物粉碎机。

5.6 电炉。

6 分析步骤

6.1 样品制备

称取粉碎且通过 40 目筛的待测样品 1.5 g~2.0 g,精确至 0.001 g,置于 250 mL 磨口三角瓶中,加 100 mL HCl 溶液(4.2.4),装上回流冷凝管,加热至沸腾后,记下煮沸时间,准确回流 2 h。取出,迅速冷却,用稀碘液(4.2.5)检查是否水解完全。如未水解完全(淀粉与碘显蓝色),则延长回流时间。水解完全后,用 20% NaOH 溶液(4.2.3)中和至中性或微酸性。用脱脂棉过滤,滤液用 500 mL 容量瓶接收。用水充分洗涤残渣,然后用水定容至刻度,摇匀,作为水解测试糖液备用。

6.2 测定

6.2.1 斐林试剂的标定

6.2.1.1 预试验:分别吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液、乙液(4.2.1),于 250 mL 三角瓶中,加 20 mL 水。预加 15 mL 葡萄糖标准溶液(4.2.2),摇匀,在电炉上加热沸腾 2 min,加 2 滴 1%次甲基蓝,立即用葡萄糖标准溶液滴定至蓝色消失。

6.2.1.2 正式标定:分别吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液、乙液(4.2.1),于 250 mL 三角瓶中,加 20 mL 水。加入比预试验少 1 mL 的葡萄糖标准溶液(4.2.2),摇匀,在电炉上加热沸腾 2 min,加 2 滴 1%次甲基蓝,立即用葡萄糖标准溶液(4.2.2)滴定至蓝色消失(此滴定操作需在 1 min 内完成),消耗葡萄糖标准溶液体积为 V 。

6.2.2 试样溶液预测

分别吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液、乙液(4.2.1),于 250 mL 三角瓶中,加入 20 mL 水,用 6.1 制备的水解糖液代替葡萄糖标准溶液。滴定过程如产生大量泡沫,可加入 1 滴消泡剂(如食用植物油)。预加 15 mL 样品制备溶液,摇匀,在电炉上加热沸腾 2 min,加 2 滴 1%次甲基蓝,立即用样品溶液滴定至蓝色消失。

6.2.3 试样溶液测定

分别吸取 5.0 mL 斐林试剂甲液、乙液(4.2.1),于 250 mL 三角瓶中,加入 20 mL 水,用 6.1 制备的水解糖液代替葡萄糖标准溶液。滴定过程如产生大量泡沫,可加入 1 滴消泡剂(如食用植物油)。加

入比试样溶液预测少 1 mL 的样品制备溶液,摇匀,在电炉上加热沸腾 2 min,加 2 滴 1%次甲基蓝,立即用样品溶液滴定至蓝色消失。消耗样品溶液体积为 V_1 。

7 分析结果的表述

斐林溶液相当于葡萄糖的质量按式(1)计算。

$$F = \frac{m \times V}{1\ 000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- F —— 斐林试剂甲液、乙液各 5.0 mL 相当于葡萄糖的质量,单位为克(g);
- m —— 葡萄糖质量,单位为克(g);
- V —— 标定斐林试剂消耗的 2.5 g/L 葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 —— 葡萄糖溶液的定容体积,单位为毫升(mL)。

淀粉含量按式(2)计算。

$$X = \frac{F \times 500 \times 0.9}{m_1 \times V_1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X —— 淀粉含量,单位为克每百克(g/100 g);
- F —— 斐林试剂甲液、乙液各 5.0 mL 相当于葡萄糖的质量,单位为克(g);
- 500 —— 样液的总体积(mL);
- 0.9 —— 葡萄糖和淀粉的换算系数;
- m_1 —— 样品取样量,单位为克(g);
- V_1 —— 消耗样品溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留至小数点后 1 位。

8 精密度

在重复性条件下,两次平行试验测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。



作 业 指 导 书

酱香型白酒中风味成分的测定

Determination of flavor components in Jiang-xiang Baijiu

酱香型白酒中风味成分的测定

1 范围

本检测方法的第一法规定了酱香型白酒中 58 种风味成分含量的气相色谱-质谱联用(GC-MS)的测定方法;第二法规定了酱香型白酒中 58 种风味物质含量的气相色谱(GC)的测定方法。

本检测方法适用于乙醛、正丙醛、异丁醛、丙酮、甲酸乙酯、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、异戊醛、丙酸乙酯、2-丁醇、丁酸乙酯、丙醇、异戊酸乙酯、异丁醇、乙酸异戊酯、2-戊醇、戊酸乙酯、正丁醇、2-甲基丁醇、3-甲基丁醇、己酸乙酯、正戊醇、乙偶姻、庚酸乙酯、乳酸乙酯、正己醇、2,3,5-三甲基吡嗪、己酸丁酯、辛酸乙酯、乙酸、糠醛、2,3,5,6-四甲基吡嗪、苯甲醛、丙酸、2,3-丁二醇(左旋)、壬酸乙酯、异丁酸、2,3-丁二醇(内消旋)、1,2-丙二醇、丁酸、癸酸乙酯、糠醇、异戊酸、丁二酸二乙酯、正戊酸、苯乙酸乙酯、乙酸苯乙酯、己酸、月桂酸乙酯、 β -苯乙醇、庚酸、豆蔻酸乙酯、辛酸、棕榈酸乙酯、硬脂酸乙酯、油酸乙酯、亚油酸乙酯等含量的内标法测定和确证。

本检测方法用于酱香型白酒中风味成分的测定。

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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

第一法 气相色谱-质谱法

3 原理

样品被气化后,随同载气进入色谱柱,利用被测定的各成分在气、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。分离后的成分先后流出色谱柱,进入电子轰击源(EI)进行电离监测采集,根据总离子流色谱图(TIC)上各成分峰的保留时间、标准谱图库进行相似度检索定性;采用选择离子扫描(SIM)方式,利用定量离子峰面积,以内标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 试剂

4.1.1 乙醇(C_2H_5OH)。

4.1.2 乙醇溶液(60% vol,体积分数):量取 60 mL 乙醇(4.1.1),用水定容至 100 mL,混匀。

4.2 标准品

4.2.1 风味物质标准品:纯度均 $\geq 99\%$,参见附录 A。

作业指导书

4.2.2 内标:叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.3 标准溶液配制

4.3.1 内标溶液(1%,体积分数):分别移取叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸标准品(4.2.2)各 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,再用乙醇溶液(4.1.2)定容。

4.3.2 风味物质单体母液:合理称取相应的风味物质标准品,分别用乙醇溶液配制各单体母液。

4.3.3 混合标样储备液:量取相应的各单体母液于 100 mL 容量瓶中,再用乙醇溶液(4.1.2)定容至刻度。

4.3.4 混合标样使用液:根据表 A.1 的风味成分含量,量取相应的各单体母液于 100 mL 容量瓶中,再用乙醇溶液(4.1.2)定容至刻度。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪,配电子轰击电离源(EI)。

5.2 电子天平:感量为 0.1 mg(0.000 1 g)。

6 分析步骤

6.1 仪器参考条件

6.1.1 气相色谱参考条件

6.1.1.1 聚乙二醇毛细管色谱柱(SH-Rtx-Wax),柱长:30 m,内径:0.25 mm,膜厚:0.25 μm ,或等效柱。

6.1.1.2 进样口温度:220 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.1.3 升温程序:起始温度 30 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min,以 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 180 $^{\circ}\text{C}$,再以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 210 $^{\circ}\text{C}$,保持 8 min。

6.1.1.4 载气:高纯氮气(纯度 $\geq 99.999\%$),流速:1.00 mL/min。

6.1.1.5 进样方式:分流进样,分流比为 30 : 1,直接进样。

6.1.1.6 进样量:1.0 μL 。

6.1.2 质谱参考条件

6.1.2.1 电离方式:电子轰击电离源(EI)。

6.1.2.2 电离能量:70 eV。

6.1.2.3 离子源温度:230 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.2.4 接口温度:220 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.2.5 采集方式:选择离子扫描(SIM),总离子流色谱图(TIC)见图 B.1,监测离子参考表 A.1,并根据实际情况进行适当调整。

6.1.2.6 乙醇出峰时间:4.35 min~5.00 min。

6.2 定性测定

6.2.1 移取 5.0 mL 混合标样使用液(4.3.4),加入内标溶液(4.3.1)0.1 mL,混匀后进样,全扫描采集总离子流色谱数据。

6.2.2 待色谱数据采集结束后,利用仪器标准谱图库对总离子流色谱图(TIC)上的色谱峰逐一进行相

似度检索识别定性,并结合所配溶液的成分组成情况,确定各组分的出峰保留时间、定量离子和定性参考离子(参见表 A.1)。

6.2.3 在 6.1 仪器参考条件下,样品待测液和风味物质标准品的目标化合物在相同保留时间处($\pm 0.5\%$)出现,并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品的质谱图一致,其丰度比与标准品相比符合表 1,可定性目标化合物。

表 1 气相色谱-质谱定性确证相对离子丰度最大允许误差

相对丰度(基峰)/%	>50	>20~50	>10~20	≤ 10
GC-MS 相对离子丰度 最大允许误差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

6.3 定量测定

6.3.1 绘制校正曲线

准确移取 5.0 mL 混合标样使用液(4.3.4),加入 0.1 mL 内标溶液(4.3.1),充分摇匀,按照 6.1 仪器参考条件进行定量离子色谱峰面积采集。以各组分与内标物的定量离子色谱峰面积比值为横坐标,各组分与内标物浓度的比值为纵坐标,绘制校正曲线。通过校正曲线对组分进行定量。

6.3.2 样品测定

移取 5.0 mL 样品(低度酒需另行处理或采用气相色谱法分析),加入内标溶液(4.3.1)0.1 mL,混匀后,按照 6.1 仪器参考条件测定并计算待测液中各组分与对应的内标物定量离子色谱峰面积之比值,在校正曲线上得到对应的浓度比值,再乘以内标物浓度后最终得到待测液中各组分(C_i)的浓度。

6.3.3 样品中吡嗪总量测定

以降低测定成本为目的,根据 6.3.2 方法配制 2,3,5-三甲基吡嗪、2,3,5,6-四甲基吡嗪混合标样使用液,分别测定其浓度含量,以两者之和计算样品中的吡嗪总量。

7 分析结果的表述

样品中各组分的含量按式(1)计算。

$$X = C_i \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——样品中各组分的含量,单位为毫克每升(mg/L);

C_i ——从标准曲线中查得样品中各挥发性组分的含量,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,结果保留至小数点后两位。

8 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,应符合以下规定:

——当含量在 0.010 mg/L~<10 mg/L 时,不得超过算术平均值的 20%;

——当含量在 10 mg/L~<1 000 mg/L 时,不得超过算术平均值的 15%;

——当含量在 1 000 mg/L~<10 000 mg/L 时,不得超过算术平均值的 10%。

第二法 气相色谱法

9 原理

样品被气化后随载气进入色谱柱,根据不同组分在气、液两相中具有不同的分配系数而分离,分离后的组分先后流出色谱柱,进入氢火焰离子化检测器检测,采用保留时间定性,内标法定量。

10 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为色谱纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

10.1 试剂

同 4.1。

10.2 标准品

10.2.1 风味物质标准品:同 4.2.1,具体参见表 A.1。

10.2.2 内标:同 4.2.2。

10.3 标准溶液配制

10.3.1 内标溶液(1%,体积分数):同 4.3.1。

10.3.2 风味物质单体母液:同 4.3.2。

10.3.3 混合标样储备液:同 4.3.3。

10.3.4 混合标样使用液:同 4.3.4。

11 仪器和设备

11.1.1 气相色谱仪:配氢火焰离子化检测器(FID)。

11.1.2 电子天平:感量为 0.1 mg(0.000 1 g)。

12 分析步骤

12.1 仪器参考条件

12.1.1 色谱柱:聚乙二醇毛细管色谱柱(DB-WAX),柱长:30 m,内径:0.25 mm,膜厚:0.25 μm ,或等效柱。

12.1.2 色谱柱温度:初温 25 $^{\circ}\text{C}$,保持 6 min;以 5.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 75 $^{\circ}\text{C}$,保持 2 min;然后以 7 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 160 $^{\circ}\text{C}$,保持 6 min;再以 25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 220 $^{\circ}\text{C}$,保持 12 min。

12.1.3 检测器温度:240 $^{\circ}\text{C}$ 。

12.1.4 进样口温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。

12.1.5 载气流量:初速 0.35 mL/min,保持 20 min;以 0.05 mL/min 升到 0.43 mL/min,保持 30 min。

12.1.6 进样方式:分流进样,分流比为 30 : 1。

12.1.7 进样量:1.0 μL 。

12.2 绘制校准曲线

12.2.1 准确移取 5.0 mL 混合标样使用液(10.3.4), 加入 0.10 mL 内标溶液(10.3.1), 充分摇匀, 按照 12.1 仪器参考条件进行测定, 以各组分色谱峰的保留时间为依据定性(参见图 C.1), 定性时可根据各组分的沸点高低不同分组定性。

12.2.2 以各组分与内标物的色谱峰面积比值为横坐标, 各组分与内标物浓度的比值为纵坐标(各组分浓度见表 A.1), 绘制校准曲线。通过校准曲线对组分进行定量。

12.3 样品测定

准确吸取 5.0 mL 样品, 加入 0.1 mL 内标溶液(10.3.1), 充分摇匀, 按照 12.1 仪器参考条件测定并计算待测液中各组分与对应的内标物色谱峰面积之比值, 在校准曲线上得到对应的浓度比值, 再乘以内标物浓度后最终得到待测液中各组分(C_i)的浓度。

12.4 样品中吡嗪总量测定

以降低测定成本为目的, 根据 12.3 方法配制 2,3,5-三甲基吡嗪、2,3,5,6-四甲基吡嗪混合标样使用液, 分别测定其浓度含量, 以两者之和计算样品中的吡嗪总量。

13 分析结果的表述

样品中各组分的含量按式(2)计算。

$$X = C_i \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——样品中各组分的含量, 单位为毫克每升(mg/L);

C_i ——从标准曲线中查得样品中各挥发性组分的含量, 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, 结果保留至小数点后两位。

14 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, 应符合以下规定:

——当含量在 0.010 mg/L~<10 mg/L 时, 不得超过算术平均值的 20%;

——当含量在 10 mg/L~<1 000 mg/L 时, 不得超过算术平均值的 15%;

——当含量在 1 000 mg/L~<10 000 mg/L 时, 不得超过算术平均值的 10%。

附录 A

(资料性附录)

气相色谱-质谱法风味成分监测离子参数

61 种组份物质的名称、保留时间、定量/定性离子、CAS 号、参考浓度、内标物见表 A. 1。

表 A. 1 61 种组份物质名称、内标分组、定量离子、参考离子、CAS 号、参考浓度

序号	组份物质名称	内标分组	定量离子 m/z	参考离子 m/z	CAS 号	参考浓度/(mg/L)
1	乙醛	1	44	43,42	75-07-0	669.47
2	正丙醛	1	58	57,30	123-38-6	6.71
3	异丁醛	1	41	72,42	78-84-2	10.94
4	丙酮	1	43	58,42	67-64-1	27.23
5	甲酸乙酯	2	31	45,47	109-94-4	130.19
6	乙酸乙酯	2	61	70,88	141-78-6	1 944.58
7	乙缩醛	1	73	47,103	105-57-7	542.31
8	甲醇	1	31	32,30	67-56-1	140.08
9	异戊醛	1	44	41,43	590-86-3	42.67
10	丙酸乙酯	2	57	74,75	105-37-3	173.93
11	叔戊醇(内标)	1	59	55,73	75-85-4	—
12	2-丁醇	1	45	59,41	78-92-2	40.02
13	丁酸乙酯	2	71	43,88	105-54-4	56.10
14	正丙醇	1	59	42,41	71-23-8	1 053.88
15	异戊酸乙酯	2	88	85,57	108-64-5	11.02
16	异丁醇	1	43	41,42	78-83-1	161.47
17	乙酸异戊酯	2	43	70,55	123-92-2	3.35
18	2-戊醇	2	45	55,43	6032-29-7	2.53
19	戊酸乙酯	2	88	85,57	539-82-2	7.72
20	正丁醇	1	56	41,43	71-36-3	57.35
21	乙酸正戊酯(内标)	2	43	70,42	628-63-7	—
22	2-甲基丁醇	1	56	57,58	137-32-6	103.38
23	3-甲基丁醇	1	55	42,70	123-51-3	319.98
24	己酸乙酯	2	88	43,99	123-66-0	19.44
25	正戊醇	1	42	55,41	71-41-0	5.24
26	乙偶姻	2	45	43,88	513-86-0	117.34
27	庚酸乙酯	2	88	43,113	106-30-9	1.25
28	乳酸乙酯	2	75	43,46	97-64-3	1 273.09
29	正己醇	1	56	43,55	111-27-3	8.36

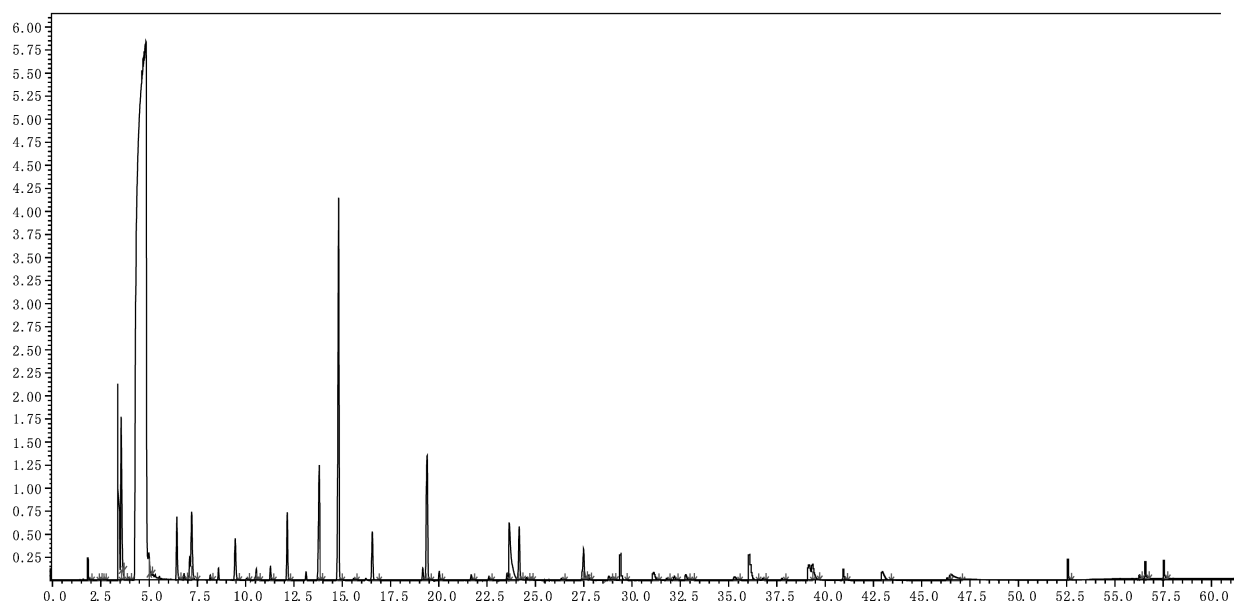
表 A.1 (续)

序号	组分物质名称	内标分组	定量离子 m/z	参考离子 m/z	CAS号	参考浓度/(mg/L)
30	2,3,5-三甲基吡嗪	2	122	42,81	14667-55-1	2.94
31	己酸丁酯	2	56	99,117	626-82-4	0.45
32	辛酸乙酯	2	88	57,101	106-32-1	2.52
33	乙酸	3	43	45,60	64-19-7	1 980.83
34	糠醛	2	96	95,39	35796	203.52
35	2,3,5,6-四甲基吡嗪	2	136	54,42	1124-11-4	15.26
36	苯甲醛	2	106	105,77	100-52-7	4.53
37	丙酸	3	74	73,60	29102	153.74
38	2,3-丁二醇(左消旋)	1	45	57,43	513-85-9	106.43
39	壬酸乙酯	2	88	101,70	123-29-5	0.72
40	异丁酸	3	41	73,60	29102	14.54
41	2,3-丁二醇(内消旋)	1	45	57,47	5341-95-7	44.77
42	1,2-丙二醇	1	45	43,31	57-55-6	198.18
43	丁酸	3	60	73,42	107-92-6	42.31
44	癸酸乙酯	2	88	101,70	110-38-3	0.63
45	糠醇	1	98	41,97	98-00-0	12.28
46	异戊酸	3	60	43,41	503-74-2	14.66
47	丁二酸二乙酯	2	101	129,28	123-25-1	3.23
48	戊酸	3	60	73,41	109-52-4	10.50
49	2-乙基丁酸(内标)	3	88	43,73	97-96-1	—
50	苯乙酸乙酯	2	91	164,65	101-97-3	4.59
51	乙酸苯乙酯	2	104	43,91	103-45-7	0.50
52	己酸	3	60	73,41	142-62-1	22.45
53	月桂酸乙酯	2	88	101,70	106-33-2	0.88
54	β -苯乙醇	1	91	92,122	60-12-8	18.27
55	庚酸	3	60	73,43	111-14-8	5.21
56	豆蔻酸乙酯	2	88	101,43	124-06-1	1.47
57	辛酸	3	60	73,43	124-07-2	2.50
58	棕榈酸乙酯	2	88	101,43	628-97-7	12.84
59	硬脂酸乙酯	2	88	101,43	111-61-5	0.18
60	油酸乙酯	2	55	69,83	111-62-6	6.37
61	亚油酸乙酯	2	81	67,95	544-35-4	14.40

附录 B
(资料性附录)

风味成分混标溶液总离子流色谱图(气相色谱-质谱法)

61 种组分物质混标溶液的总离子流色谱图(气相色谱-质谱法)见图 B.1。



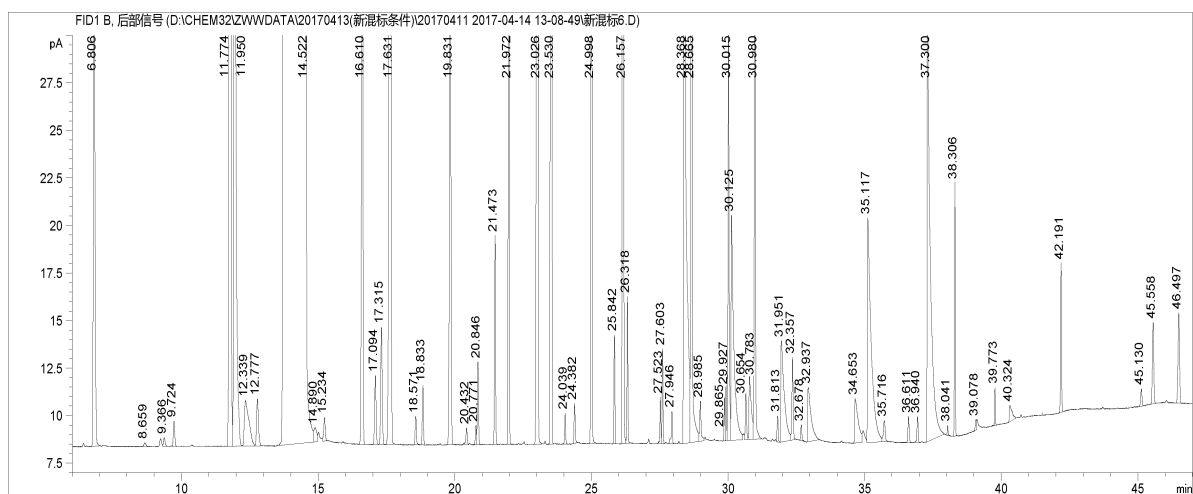
各组分出峰顺序和保留时间/min:乙醛 1.960、正丙醛 2.430、异丁醛 2.600、丙酮 2.630、甲酸乙酯 2.765、乙酸乙酯 3.555、乙缩醛 3.675、甲醇 3.685、异戊醛 4.020、丙酸乙酯 5.105、叔戊醇(内标)6.555、2-丁醇 6.930、丁酸乙酯 7.220、丙醇 7.320、异戊酸乙酯 8.285、异丁醇 9.580、乙酸异戊酯 10.165、2-戊醇 10.580、戊酸乙酯 10.670、正丁醇 11.400、乙酸正戊酯(内标)12.270、2-甲基丁醇 13.885、3-甲基丁醇 13.925、己酸乙酯 14.935、正戊醇 15.710、乙偶姻 16.665、庚酸乙酯 19.295、乳酸乙酯 19.505、正己醇 20.140、2,3,5-三甲基吡嗪 21.800、己酸丁酯 22.751、辛酸乙酯 23.650、乙酸 23.805、糠醛 24.270、2,3,5,5-四甲基吡嗪 24.835、苯甲醛 26.465、丙酸 27.540、2,3-丁二醇(左消旋)27.615、壬酸乙酯 27.870、异丁酸 28.925、2,3-丁二醇(内消旋)29.105、1,2-丙二醇 29.550、丁酸 31.225、癸酸乙酯 31.930、糠醇 32.325、异戊酸 32.915、丁二酸二乙酯 33.115、正戊酸 35.425、2-乙基丁酸(内标)36.245、苯乙酸乙酯 36.890、乙酸苯乙酯 37.895、己酸 39.800、月桂酸乙酯 40.050、 β -苯乙醇 41.090、庚酸 43.265、豆蔻酸乙酯 46.440、辛酸 46.623、棕榈酸乙酯 52.715、硬脂酸乙酯 56.405、油酸乙酯 56.725、亚油酸乙酯 57.680。

图 B.1 61 种组分物质混标溶液的总离子流色谱图(气相色谱-质谱法)

附录 C (资料性附录)

风味成分混标溶液 FID 色谱图(气相色谱法)

61 种混标溶液的 FID 色谱图(气相色谱法)见图 C.1。



各组分出峰顺序和保留时间/min: 乙醛 6.806、正丙醛 8.659、异丁醛 9.276、丙酮 9.366、甲酸乙酯 9.724、乙酸乙酯 11.774、乙缩醛 11.950、甲醇 12.339、异戊醛 12.777、丙酸乙酯 14.898、叔戊醇(内标) 16.610、2-丁醇 17.094、丁酸乙酯 17.315、丙醇 17.634、异戊酸乙酯 18.571、异丁醇 19.831、乙酸异戊酯 20.432、2-戊醇 20.771、戊酸乙酯 20.846、正丁醇 21.473、乙酸正戊酯(内标) 21.972、2-甲基丁醇 22.985、3-甲基丁醇 23.025、己酸乙酯 23.530、正戊醇 24.038、乙偶姻 24.998、庚酸乙酯 25.842、乳酸乙酯 26.157、正己醇 26.318、己酸丁酯 27.523、2,3,5-三甲基吡嗪 27.603、辛酸乙酯 27.946、乙酸 28.368、糠醛 28.665、2,3,5,6-四甲基吡嗪 28.985、壬酸乙酯 29.865、苯甲醛 29.927、2,3-丁二醇(左消旋) 30.015、丙酸 30.125、2,3-丁二醇(内消旋) 30.654、异丁酸 30.783、1,2-丙二醇 30.980、癸酸乙酯 31.813、丁酸 31.951、糠醇 32.357、丁二酸二乙酯 32.678、异戊酸 32.927、正戊酸 34.653、2-乙基丁酸(内标) 35.117、苯乙酸乙酯 35.716、乙酸苯乙酯 36.611、己酸 37.300、月桂酸乙酯 38.041、 β -苯乙醇 38.306、庚酸 39.121、豆蔻酸乙酯 39.773、辛酸 40.324、棕榈酸乙酯 42.191、硬脂酸乙酯 45.130、油酸乙酯 45.558、亚油酸乙酯 46.497。

图 C.1 61 种组物质混标溶液的 FID 色谱图(气相色谱法)