

团 体 标 准

T/CBJ 3103—2020

白 啤 酒

White beer

2020-03-19 发布

2020-06-01 实施

中国酒业协会 发 布

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 1

5 分析方法 2

6 检验规则 6

7 标志、包装、运输和贮存 6

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提出。

本标准由中国酒业协会团体标准审查委员会归口。

本标准负责起草单位：青岛啤酒股份有限公司。

本标准参加起草单位：中国食品发酵工业研究院、华润雪花啤酒(中国)有限公司、广州珠江啤酒股份有限公司、广州嘉士伯咨询管理有限公司、北京燕京啤酒股份有限公司、百威投资(中国)有限公司。

本标准主要起草人：董建军、刘月琴、陈明、吕彦东、林智平、庞卫珍、尹花、贺立东、熊丹、包莹、宋玉梅、卢夏。

白 啤 酒

1 范围

本标准规定了白啤酒的要求、分析方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于白啤酒的生产、检验与销售。

2 规范性引用文件

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

GB/T 4927 啤酒

GB/T 4928 啤酒分析方法

定量包装商品计量监督管理办法(国家质量监督检验检疫总局〔2005〕第 75 号令)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

白啤酒 white beer

以小麦芽和(或)小麦、大麦芽、水为主要原料,加啤酒花(包括啤酒花制品),经上面啤酒酵母发酵的淡色浑浊啤酒。小麦芽和(或)小麦占总原料量不小于 40%。除具有丁香、酯香等风味特征外,其他要求应符合相应类型啤酒的规定。

4 要求

4.1 感官和理化要求

外观、泡沫、香气和口味以及 4-乙基愈创木酚(以下简称“4-VG”)应符合表 1 的规定,其他感官和理化要求应符合 GB/T 4927 的规定。

表 1 感官和理化要求

项目		指标
外观	浊度/EBC	>2.0
	色度/EBC	2~14
	悬浮物或沉淀物	浑浊,允许有肉眼可见的悬浮物和沉淀物(非外来异物)
泡沫	形态	泡沫细腻,持久挂杯
	泡持性 ^a /s	≥150
香气和口味		具有丁香、酯香等特有香气,口味纯正、协调
4-乙基愈创木酚(4-VG)/(mg/L)		≥1.0
^a 对桶装啤酒无要求。		

4.2 净含量

按《定量包装商品计量监督管理办法》的规定执行。

5 分析方法

5.1 感官和理化指标的测定

除 4-VG 外,其他感官和理化指标按 GB/T 4928 中规定的相应方法进行检验。

5.2 4-VG 的测定

5.2.1 高效液相色谱法(第一法)

5.2.1.1 范围

本方法适用于成品白啤酒及其发酵液中 4-VG 的测定。

5.2.1.2 原理

采用 C_{18} 分析柱,配有紫外或二极管阵列检测器的高效液相色谱分析仪,4-VG 由流动相带入色谱柱,经过反复的吸附和脱附,被测组分由于性质不同依次分离。4-VG 在 212 nm 具有最大紫外吸收。以 4-VG 的保留时间定性,外标法定量。采用多点校正曲线,将峰面积响应值(y)带入线性回归方程,经计算得到待测组分含量(x)。

5.2.1.3 仪器和设备

5.2.1.3.1 液相色谱仪。

5.2.1.3.2 二极管阵列检测器。

5.2.1.3.3 电子天平:精度 0.000 1 g。

5.2.1.3.4 超声波仪。

5.2.1.4 试剂

5.2.1.4.1 乙腈(HPLC 级)。

5.2.1.4.2 三氟乙酸(分析纯)。

5.2.1.4.3 4-VG(色谱纯,纯度 $\geq 98\%$)。

5.2.1.4.4 流动相(水相 A):0.01%(体积分数)三氟乙酸水溶液;0.22 μm 滤膜过滤后,超声脱气 5 min,现用现配。

5.2.1.4.5 流动相(有机相 B):乙腈,0.45 μm 滤膜过滤后,超声脱气 5 min。

5.2.1.5 标准溶液/校正曲线

5.2.1.5.1 称取适量的 4-VG,精确至 0.000 1 g,用乙腈溶解,配制成质量浓度约 1 000 mg/L 的标准溶液,经过计算后得到准确的 4-VG 标准储备液。

5.2.1.5.2 用移液枪准确移取 4-VG 标准储备液,用乙腈定容至 25 mL,得到稀释 10 倍质量浓度为 100 mg/L 的 4-VG 标准工作溶液。

5.2.1.5.3 分别用移液枪取 4-VG 标准工作溶液 125 μL 、250 μL 、500 μL 、1.25 mL、2.5 mL 至 25 mL 容量瓶中,得到质量浓度为 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的 4-VG 标准溶液。

5.2.1.5.4 将上述质量浓度梯度的标准溶液按 5.2.1.8 进样检测。以峰面积为 y , 质量浓度为 x , 绘制标准曲线, 得到线性回归方程。

注: 标准储备液需要在 4℃ 冰箱保存, 保存期限为 1 个月, 标准工作液需用现配。

5.2.1.6 控制样

样品振荡排气后, 用 0.22 μm 膜过滤, 分装到 2 mL 离心管中, 冷冻保存。测定前将其恢复到室温并摇匀。

5.2.1.7 样品准备

样品经振荡脱气后, 经过 0.22 μm 膜过滤, 直接进样。

5.2.1.8 色谱条件

色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: Atlantis C₁₈ (250 mm×4.6 mm), 也可采用其他等同分析效果色谱柱;
- b) 柱温: 30℃;
- c) 流动相: A : B = 45 : 55;
- d) 流速: 1.0 mL/min;
- e) 检测波长: 212 nm;
- f) 进样量: 10 μL 。

5.2.1.9 结果计算

本法以保留时间(Rt)定性, 外标法定量。

将样品峰面积带入 5.2.1.5.4 的线性回归方程, 经过计算得到 4-VG 含量。

5.2.1.10 结果表示

所得结果表示至小数点后第二位。

5.2.1.11 精密度

对同一样品, 从前处理开始, 在相同条件下测定 6 次, 其相对标准偏差小于 5%。

5.2.1.12 检出限

以 3 倍信噪比为最小检出限, 本方法的检出限为 0.1 mg/L。

5.2.2 气相色谱-质谱法(第二法)

5.2.2.1 范围

本方法适用于成品白啤酒及其发酵液中 4-VG 的测定。

5.2.2.2 原理

白啤酒中 4-VG 经色谱柱进行分离, 在柱末端进入质谱检测器产生电离信号, 信号值大小与组分浓度成正比例关系, 可依此进行定量分析。以内标法定量。

5.2.2.3 仪器和设备

5.2.2.3.1 气相色谱-质谱联用仪。

5.2.2.3.2 固相微萃取(SPME)自动进样器。

5.2.2.3.3 PA 型萃取头:85 μm 。

5.2.2.3.4 磁力搅拌器。

5.2.2.4 试剂和材料

5.2.2.4.1 氯化钠:分析纯。

5.2.2.4.2 乙醇:色谱纯。

5.2.2.4.3 4-VG:GC 级。

5.2.2.4.4 萘品烯-4-醇(内标):色谱纯。

5.2.2.4.5 20%乙醇/水溶液:按 1:4 体积比量取乙醇和纯水混匀,该溶液需冷却后使用。

5.2.2.4.6 40%乙醇/水溶液:按 2:3 体积比量取乙醇和纯水混匀,该溶液需冷却后使用。

5.2.2.5 标准溶液

5.2.2.5.1 4-VG 标准储备液(1 000 mg/L):准确移取 0.05 mL 4-VG 标准品于 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容后摇匀。

5.2.2.5.2 4-VG 标准使用液(100 mg/L):从 5.2.2.5.1 所述标准储备液中移取 5 mL 至 50 mL 容量瓶中,40%乙醇水溶液定容后摇匀。

5.2.2.5.3 萘品烯-4-醇标准储备液(1 000 mg/L):准确移取 0.05 mL 萘品烯-4-醇标准纯品于 50 mL 容量瓶,用无水乙醇定容后摇匀。

5.2.2.5.4 萘品烯-4-醇标准使用液(100 mg/L):从 5.2.2.5.3 所述标准储备液中移取 5 mL 至 50 mL 容量瓶中,20%乙醇水溶液定容后摇匀。

注:各标准样品储备液的实际浓度按照标准纯品的密度和纯度进行折算。标准储备液和使用液要在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存,标准储备液保存期限为 6 个月,标准使用液保存期限为 2 个月。

5.2.2.6 分析步骤

5.2.2.6.1 样品制备

称取 3 g 氯化钠于 20 mL 顶空瓶中,准确加入 10.0 mL 滤纸过滤后样品,准确移取 0.2 mL 萘品烯-4-醇标准使用液至瓶内,放入惰性转子,加密封垫及铝帽压紧。电磁搅拌 15 min 至氯化钠全部溶解,待测。

5.2.2.6.2 仪器参数设定

5.2.2.6.2.1 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下:

a) 色谱柱:HP-5MS(30 m $\times$ 0.25 mm i.d. $\times$ 0.25 μm);

b) 柱温:初温 35 $^{\circ}\text{C}$,以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 120 $^{\circ}\text{C}$,再以 6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 220 $^{\circ}\text{C}$,保持 5 min;不分流进样模式,0.75 min 开阀,温度为 240 $^{\circ}\text{C}$;载气为高纯氮气,柱流量为 1.0 mL/min。

5.2.2.6.2.2 质谱参考条件

四极杆质量分析器,温度为 150 $^{\circ}\text{C}$;电子轰击离子源(EI),温度为 230 $^{\circ}\text{C}$,电压为 70 eV;接口温度 240 $^{\circ}\text{C}$;扫描范围 29 amu $\sim$ 350 amu。

5.2.2.6.2.3 定性分析

根据 4-VG 标准品的色谱保留行为,并与标准品的质谱特征离子及其丰度比进行比较,对该组分进

行定性分析。参考结果如表 2 所示。

表 2 4-VG 保留时间、定性离子及丰度比

目标化合物	保留时间/min	定性离子(丰度比)
4-VG	13.486	150(100);77(69)

5.2.2.6.2.4 线性回归方程的建立

向 5 个 20 mL 顶空样品瓶中加入 3 g 氯化钠后,加入 10.0 mL 啤酒,再向上述样品瓶中分别移取 0 μ L、10 μ L、50 μ L、100 μ L、500 μ L 4-VG 标准使用液,使其添加质量浓度分别为 0.0 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L,再向各样品瓶中加入 0.2 mL 萘品烯-4-醇标准使用液,剩余步骤按 5.2.2.6.1 进行操作后于仪器上进行测定,以 0 质量浓度样品为本底,各质量浓度样品扣除本底后,计算增加的标样质量浓度和对应的面积增加值。以加标后 4-VG 峰面积的增加值对内标峰面积的比值为纵坐标,加标量对内标量的比值为横坐标,建立线性回归方程。

5.2.2.6.2.5 测定

按 5.2.2.6.1 所述操作步骤,将样品搅拌均匀后,放入自动进样器,在上述色谱条件下进行测定,得到内标及 4-VG 组分的响应值(峰面积),根据响应值及回归方程计算样品中 4-VG 含量。

5.2.2.7 结果计算

试样中待测组分按式(1)进行计算:

$$c_i = \frac{A_i \times rf_i}{A \times rf} \times c \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c_i ——样品中待测组分质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

A_i ——样品各组分的峰面积;

rf_i ——相对校正因子,样品的含量/样品的面积;

A ——内标的峰面积;

rf ——相对校正因子,内标的含量/内标的面积;

c ——内标的含量,单位为毫克每升(mg/L)。

5.2.2.8 结果表示

所得结果表示至小数点后第二位。

5.2.2.9 精密度

对同一样品同时制备了 6 个平行样品,在相同条件下进行测定,其相对标准偏差小于 10%。

5.2.2.10 检出限

样品中 4-VG 最低检出限为 0.000 8 mg/L(取样量为 10 mL)。

5.2.2.11 注意事项

在样品搅拌过程中,若盐不易溶解,可适当加大搅拌速度。

6 检验规则

6.1 出厂检验项目

GB/T 4927 规定的出厂检验项目。

6.2 型式检验项目

4-VG 及 GB/T 4927 规定的型式检验项目。

6.3 其他

应符合 GB/T 4927 中的相关规定。

7 标志、包装、运输和贮存

应符合 GB/T 4927 中的相关规定。
