

ICS 67.160.10
X 61



中华人民共和国国家标准

GB/T 13662—2018
代替 GB/T 13662—2008

黄 酒

Huangjiu

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施



国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13662—2008《黄酒》。

本标准与 GB/T 13662—2008 相比,主要有如下变化:

1) 术语和定义:

- 修改了黄酒、标注酒龄、传统型黄酒、清爽型黄酒的术语和定义;
- 增加了原酒、勾调和抑制发酵的术语和定义。

2) 技术要求:

- 修改了原辅料的要求;
- 修改了部分理化指标的要求;
- 增加了黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸的限量要求;
- 取消了 β -苯乙醇指标的要求。

3) 分析方法:

- 增加了总糖的测定方法 费林试剂-间接碘量电位滴定法;
- 增加了非糖固形物的测定方法 仪器法(第二法);
- 删除了 β -苯乙醇的测定方法;
- 删除了利用酒精计测定酒精度的测定方法,增加了酒精度的测定方法 仪器法(资料性附录 A)。

4) 检验规则

- 修改了出厂检验项目;
- 修改了不合格项目分类;
- 修改了判断规则。

5) 修改了标签标示的要求。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国酿酒标准化技术委员会(SAC/TC 471)归口。

本标准起草单位:中国食品发酵工业研究院有限公司、浙江古越龙山绍兴酒股份有限公司、浙江公正检验中心有限公司、江苏张家港酿酒有限公司、上海金枫酒业股份有限公司、会稽山绍兴酒股份有限公司、江南大学、山东即墨黄酒厂有限公司、山东即墨妙府老酒有限公司、绍兴市标准化研究院、浙江塔牌绍兴酒有限公司、无锡市振太酒业有限公司、南通白蒲黄酒有限公司。

本标准主要起草人:钟其顶、郭新光、邹慧君、许荣年、黄庭明、俞关松、俞剑棠、王栋、于秦峰、韩吉臣、李博斌、俞红波、郭宇、张斌、李国辉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 13662—1992、GB/T 13662—2000、GB/T 13662—2008。

黄 酒

1 范围

本标准规定了黄酒的术语和定义、分类、要求、分析方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本标准适用于黄酒的生产、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 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 1886.64 食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色
 - GB 2715 食品安全国家标准 粮食
 - GB 2758 食品安全国家标准 发酵酒及其配制酒
 - GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
 - GB 5009.28 食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定
 - 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 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱
 - GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
 - GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
 - JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 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

黄酒 Huangjiu

老酒

以稻米、黍米、小米、玉米、小麦、水等为主要原料,经加曲和/或部分酶制剂、酵母等糖化发酵剂酿制而成的发酵酒。

3.2

酒龄 age

发酵后的成品原酒在酒坛、酒罐等容器中贮存的年限。

3.3

原酒 original huangjiu

黄酒酿造结束,直接或经煎酒后储存于容器中的基酒。

3.4

标注酒龄 marking age

销售包装标签上标注的酒龄,以勾调所用原酒酒龄加权平均计算。

3.5

聚集物 aggregate

成品酒在贮存过程中自然产生的沉淀或沉降物。

3.6

传统型黄酒 traditional type huangjiu

以稻米、黍米、玉米、小米、小麦、水等为主要原料,经蒸煮、加酒曲、糖化、发酵、压榨、过滤、煎酒(除菌)、贮存、勾调而成的黄酒。

3.7

清爽型黄酒 light type huangjiu

以稻米、黍米、玉米、小米、小麦、水等为主要原料,经蒸煮、加入酒曲和/或部分酶制剂、酵母为糖化发酵剂、经糖化、发酵、压榨、过滤、煎酒(除菌)、贮存、勾调而成的、口味清爽的黄酒。

3.8

特型黄酒 special type huangjiu

由于原辅料和(或)工艺有所改变,具有特殊风味且不改变黄酒风格的酒。

3.9

勾调 blending

不同酒龄、不同类型的原酒按一定比例调合,并可加适量水调整的过程。

3.10

抑制发酵 inhibited fermentation

在甜黄酒和半甜黄酒的生产过程中,可适量加入白酒或食用酒精以控制发酵的过程。

4 分类

4.1 按产品风格分类

4.1.1 传统型黄酒。

4.1.2 清爽型黄酒。

4.1.3 特型黄酒。

4.2 按含糖量分类

4.2.1 干黄酒。

4.2.2 半干黄酒。

4.2.3 半甜黄酒。

4.2.4 甜黄酒。

5 技术要求

5.1 原辅料要求

5.1.1 酿造用水应符合 GB 5749 的要求。

5.1.2 稻米等粮食原料应符合 GB 2715 的规定。

5.1.3 在特型黄酒生产过程中,可添加符合国家规定的、按照传统既是食品又是中药材物质。

5.1.4 用于抑制发酵的白酒或食用酒精应符合相关标准要求。

5.1.5 黄酒中可按照 GB 2760 的规定添加焦糖色(其焦糖色产品应符合 GB 1886.64 要求)。

5.1.6 其他原、辅料应符合国家相关标准和食品安全法规的规定。

5.2 感官要求

5.2.1 传统型黄酒

应符合表 1 的规定。

表 1 传统型黄酒感官要求

项目	类型	优级	一级	二级
外观	干黄酒	淡黄色至深褐色,清亮透明,有光泽,允许瓶(坛)底有微量聚集物		淡黄色至深褐色,清亮透明,允许瓶(坛)底有少量聚集物
	半干黄酒			
	半甜黄酒			
	甜黄酒			
香气	干黄酒	具有黄酒特有的浓郁醇香,无异香	黄酒特有的醇香较浓郁,无异香	具有黄酒特有的醇香,无异味
	半干黄酒			
	半甜黄酒			
	甜黄酒			
口味	干黄酒	醇和,爽口,无异味	醇和,较爽口,无异味	尚醇和,爽口,无异味
	半干黄酒	醇厚,柔和鲜爽,无异味	醇厚,较柔和鲜爽,无异味	尚醇厚鲜爽,无异味
	半甜黄酒	醇厚,鲜甜爽口,无异味	醇厚,较鲜甜爽口,无异味	醇厚,尚鲜甜爽口,无异味
	甜黄酒	鲜甜,醇厚,无异味	鲜甜,较醇厚,无异味	鲜甜,尚醇厚,无异味
风格	干黄酒	酒体协调,具有黄酒品种的典型风格	酒体较协调,具有黄酒品种的典型风格	酒体尚协调,具有黄酒品种的典型风格
	半干黄酒			
	半甜黄酒			
	甜黄酒			

5.2.2 清爽型黄酒

应符合表 2 的规定。

表 2 清爽型黄酒感官要求

项目	类型	一级	二级
外观	干黄酒	淡黄色至黄褐色,清亮透明,有光泽,允许瓶(坛)底有微量聚集物	
	半干黄酒		
	半甜黄酒		
香气	干黄酒	具有本类型黄酒特有的清雅醇香,无异香	
	半干黄酒		
	半甜黄酒		

表 2 (续)

项目	类型	一级	二级
口味	干黄酒	柔净醇和、清爽、无异味	柔净醇和、较清爽、无异味
	半干黄酒	柔和、鲜爽、无异味	柔和、较鲜爽、无异味
	半甜黄酒	柔和、鲜甜、清爽、无异味	柔和、鲜甜、较清爽、无异味
风格	干黄酒	酒体协调,具有本类黄酒的典型风格	酒体较协调,具有本类黄酒的典型风格
	半干黄酒		
	半甜黄酒		

5.2.3 特型黄酒

应符合 5.2.1 或 5.2.2 的要求。

5.3 理化要求

5.3.1 传统型黄酒

5.3.1.1 干黄酒

应符合表 3 的规定。

表 3 传统型干黄酒理化要求

项目		糯米黄酒			非糯米黄酒	
		优级	一级	二级	优级	一级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	≥			15.0		
非糖固形物/(g/L)	≥	14.0	11.5	9.5	13.0	11.5
酒精度(20℃)/(% vol)	≥	8.0 ^a			8.0 ^b	
总酸(以乳酸计)/(g/L)		3.0~7.0			3.0~10.0	
氨基酸态氮/(g/L)	≥	0.35	0.25	0.20	0.16	
pH		3.5~4.5				
氧化钙/(g/L)	≤	1.0				
苯甲酸 ^c /(g/kg)	≤	0.05				

^a 酒精度低于 14% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 14% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 ±1.0% vol。

^b 酒精度低于 11% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 11% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 ±1.0% vol。

^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。

5.3.1.2 半干黄酒

应符合表 4 的规定。

表 4 传统型半干黄酒理化要求

项目	糯米黄酒			非糯米黄酒	
	优级	一级	二级	优级	一级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	15.1~40.0				
非糖固形物/(g/L) \geq	18.5	16.0	13.0	15.5	13.0
酒精度(20℃)/(% vol) \geq	8.0 ^a			8.0 ^b	
总酸(以乳酸计)/(g/L)	3.0~7.5			3.0~10.0	
氨基酸态氮/(g/L) \geq	0.40	0.35	0.30	0.16	
pH	3.5~4.6				
氧化钙/(g/L) \leq	1.0				
苯甲酸 ^c /(g/kg) \leq	0.05				
^a 酒精度低于14% vol时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按14% vol折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为±1.0% vol。 ^b 酒精度低于11% vol时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按11% vol折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为±1.0% vol。 ^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。					

5.3.1.3 半甜黄酒

应符合表5的规定。

表 5 传统型半甜黄酒理化要求

项目	糯米黄酒			非糯米黄酒	
	优级	一级	二级	优级	一级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	40.1~100.0				
非糖固形物/(g/L) \geq	18.5	16.0	13.0	16.0	13.0
酒精度(20℃)/(% vol) \geq	8.0 ^a			8.0 ^b	
总酸(以乳酸计)/(g/L)	4.0~8.0			4.0~10.0	
氨基酸态氮/(g/L) \geq	0.35	0.30	0.20	0.16	
pH	3.5~4.6				
氧化钙/(g/L) \leq	1.0				
苯甲酸 ^c /(g/kg) \leq	0.05				
^a 酒精度低于14% vol时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按14% vol折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为±1.0% vol。 ^b 酒精度低于11% vol时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按11% vol折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为±1.0% vol。 ^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。					

5.3.1.4 甜黄酒

应符合表 6 的规定。

表 6 传统型甜黄酒理化要求

项目	糯米黄酒			非糯米黄酒	
	优级	一级	二级	优级	一级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L) >	100.0				
非糖固形物/(g/L) ≥	16.5	14.0	13.0	14.0	11.5
酒精度(20℃)/(% vol) ≥	8.0 ^a			8.0 ^b	
总酸(以乳酸计)/(g/L)	4.0~8.0			4.0~10.0	
氨基酸态氮/(g/L) ≥	0.30	0.25	0.20	0.16	
pH	3.5~4.8				
氧化钙/(g/L) ≤	1.0				
苯甲酸 ^c /(g/kg) ≤	0.05				
^a 酒精度低于 14% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 14% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 ±1.0% vol。 ^b 酒精度低于 11% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 11% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 ±1.0% vol。 ^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。					

5.3.2 清爽型黄酒

5.3.2.1 干黄酒

应符合表 7 的规定。

表 7 清爽型干黄酒理化要求

项目	糯米黄酒		非糯米黄酒
	一级	二级	
总糖(以葡萄糖计)/(g/L) ≤	15.0		
非糖固形物/(g/L) ≥	5.0		
酒精度(20℃)/(% vol) ≥	6.0 ^a		6.0 ^b
总酸(以乳酸计)/(g/L)	2.5~7.0		2.5~10.0
氨基酸态氮/(g/L) ≥	0.20		0.16
pH	3.5~4.6		
氧化钙/(g/L) ≤	0.5		
苯甲酸 ^c /(g/kg) ≤	0.05		
^a 酒精度低于 14% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 14% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 ±1.0% vol。 ^b 酒精度低于 11% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 11% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 ±1.0% vol。 ^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。			

5.3.2.2 半干黄酒

应符合表 8 的规定。

表 8 清爽型半干黄酒理化要求

项目	稻米黄酒		非稻米黄酒	
	一级	二级	一级	二级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	15.1~40.0			
非糖固形物/(g/L) \geq	10.5	8.5	10.5	8.5
酒精度(20℃)/(% vol) \geq	6.0 ^a		6.0 ^b	
总酸(以乳酸计)/(g/L)	2.5~7.0		2.5~10.0	
氨基酸态氮/(g/L) \geq	0.30	0.20	0.16	
pH	3.5~4.6			
氧化钙/(g/L) \leq	0.5			
苯甲酸 ^c /(g/kg) \leq	0.05			
^a 酒精度低于 14% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 14% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 $\pm 1.0\%$ vol。 ^b 酒精度低于 11% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 11% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 $\pm 1.0\%$ vol。 ^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。				

5.3.2.3 半甜黄酒

应符合表 9 的规定。

表 9 清爽型半甜黄酒理化要求

项目	稻米黄酒		非稻米黄酒	
	一级	二级	一级	二级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	40.1~100.0			
非糖固形物/(g/L) \geq	7.0	5.5	7.0	5.5
酒精度(20℃)/(% vol) \geq	6.0 ^a		6.0 ^b	
总酸(以乳酸计)/(g/L)	3.8~8.0		3.8~10.0	
氨基酸态氮/(g/L) \geq	0.25	0.20	0.16	
pH	3.5~4.6			
氧化钙/(g/L) \leq	0.5			
苯甲酸 ^c /(g/kg) \leq	0.05			
^a 酒精度低于 14% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 14% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 $\pm 1.0\%$ vol。 ^b 酒精度低于 11% vol 时,非糖固形物和氨基酸态氮的值按 11% vol 折算,酒精度标签所示值与实测值之间差为 $\pm 1.0\%$ vol。 ^c 指黄酒发酵及贮存过程中自然产生的苯甲酸。				

5.3.3 特型黄酒

按照相应的产品标准执行,产品标准中各项指标的设定不应低于 5.3.1 或 5.3.2 中相应产品类型的最低级别要求。

5.4 净含量

按《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)执行。

6 分析方法

本分析方法中所用的水,在未注明其他要求时,应符合 GB/T 6682—2008 的规定的三级或三级以上的水。所有试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯(AR)。

6.1 感官检查

6.1.1 酒样的准备

将酒样密码编号,调温至 15 ℃~25 ℃。将洁净的评酒杯对应酒样编号,对号注入适量酒样。

6.1.2 外观评价

将注入酒样的评酒杯置于明亮处,举杯齐眉,用眼观察杯中酒的透明度、澄清度以及有无沉淀和聚集物等,做好详细记录。

6.1.3 香气与口味评价

手握杯柱,慢慢将酒杯置于鼻孔下方,嗅闻其挥发香气,慢慢摇动酒杯,嗅闻香气。用手握酒杯腹部 2 min,摇动后,再闻其香气。依次上述程序,判断是原料香或其他异香,写出评语;饮入适量酒样于口中,尽量均匀分布于味觉区,仔细品味口感,有了明确感觉后咽下,再回味口感及后味,记录口感特征。

6.1.4 风格评价

依据外观、香气、口味的特征,综合评价酒样的风格及典型性程度,写出评价结论。

6.2 总糖

6.2.1 廉爱农法(仲裁法)

适用于甜酒和半甜酒。

6.2.1.1 原理

费林试剂与还原糖共沸,生成氧化亚铜沉淀。以次甲基蓝为指示液,用试样水解液滴定沸腾状态的费林溶液。达到终点时,稍微过量的还原糖将次甲基蓝还原成无色为终点,依据试样水解液的消耗体积,计算总糖含量。

6.2.1.2 试剂

6.2.1.2.1 费林甲液:称取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)69.8 g,加水溶解并定容至 1 000 mL。

6.2.1.2.2 费林乙液:称取酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)346 g 及氢氧化钠 100 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀,过滤,备用。

6.2.1.2.3 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):称取经 103 ℃~105 ℃烘干至恒重的无水葡萄糖 2.5 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解,并加浓盐酸 5 mL,再用水定容至 1 000 mL。

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

6.2.1.2.5 盐酸溶液(6 mol/L):量取浓盐酸 50 mL,加水稀释至 100 mL。

6.2.1.2.6 甲基红指示液(1 g/L):称取甲基红 0.10 g,溶于乙醇并稀释至 100 mL。

6.2.1.2.7 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取氢氧化钠 20 g,用水溶解并稀释至 100 mL。

6.2.1.3 仪器

6.2.1.3.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

6.2.1.3.2 分析天平:感量 0.01 g。

6.2.1.3.3 电炉:300 W~500 W。

6.2.1.4 分析步骤

6.2.1.4.1 标定费林溶液的预滴定

准确吸取费林甲、乙液各 5 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 30 mL,混合后置于电炉上加热至沸腾。滴入葡萄糖标准溶液(6.2.1.2.3),保持沸腾,待试液蓝色即将消失时,加入次甲基蓝指示液(6.2.1.2.4) 2 滴,继续用葡萄糖标准溶液滴定至蓝色消失为终点。记录消耗葡萄糖标准溶液的体积(V)。

6.2.1.4.2 费林溶液的标定

费林溶液的标定按如下步骤操作和计算:

- a) 准确吸取费林甲、乙液各 5 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 30 mL。混匀后,加入比预滴定体积(V)少 1 mL 的葡萄糖标准溶液(6.2.1.2.3),置于电炉上加热至沸腾,加入次甲基蓝指示液(6.2.1.2.4) 2 滴,保持沸腾 2 min,继续用葡萄糖标准溶液滴定至蓝色消失为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积(V_1)。全部滴定操作应在 3 min 内完成;
- b) 费林甲液、费林乙液各 5 mL 相当于葡萄糖的质量按式(1)计算:

$$m_1 = \frac{m \times V_1}{1\ 000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——费林甲、乙液各 5 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 ——正式标定时消耗葡萄糖标准溶液的的总体积,单位为毫升(mL)。

6.2.1.4.3 试样的测定

试样的测定按如下步骤操作:

- a) 吸取试样 2 mL~10 mL(控制水解液总糖含量为 1 g/L~2 g/L)于 500 mL 容量瓶中,加水 50 mL 和盐酸溶液(6.2.1.2.5)5 mL,在 68 ℃~70 ℃水浴中加热 15 min。冷却后,加入甲基红指示液(6.2.1.2.6)2 滴,用氢氧化钠溶液(6.2.1.2.7)中和至红色消失(近似于中性)。加水定容,摇匀,用滤纸过滤后备用;
- b) 测定时,以试样水解液代替葡萄糖标准溶液,操作步骤同 6.2.1.4.2,记录消耗试样水解液的体积(V_2)。

6.2.1.5 计算

试样中总糖含量按式(2)计算:

$$X = \frac{500 \times m_1}{V_2 \times V_3} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中总糖的含量,单位为克每升(g/L);

m_1 ——费林甲、乙液各 5 mL 相当于葡萄糖的质量,单位为克(g);

V_2 ——滴定时消耗试样水解液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至一位小数。

6.2.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

6.2.2 亚铁氰化钾滴定法(仲裁法)

适用于干黄酒和半干黄酒。

6.2.2.1 原理

费林溶液与还原糖共沸,在碱性溶液中将铜离子还原成亚铜离子,并与溶液中的亚铁氰化钾络合而呈黄色。以次甲基蓝为指示剂,达到终点时,稍微过量的还原糖将次甲基蓝还原成无色为终点。依据试样水解液的消耗体积,计算总糖含量。

6.2.2.2 试剂

6.2.2.2.1 甲溶液:称取硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)15.0 g 及次甲基蓝 0.05 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀备用。

6.2.2.2.2 乙溶液:称取酒石酸钾钠($\text{C}_4\text{H}_4\text{KNaO}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)50 g、氢氧化钠 54 g、亚铁氰化钾 4 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀备用。

6.2.2.2.3 葡萄糖标准溶液(1 g/L):称取经 103 ℃~105 ℃烘干至恒重的无水葡萄糖 1 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解,并加浓盐酸 5 mL,用水定容至 1 000 mL,摇匀备用。

6.2.2.3 仪器

6.2.2.3.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

6.2.2.3.2 分析天平:0.01 g。

6.2.2.3.3 电炉:300 W~500 W。

6.2.2.4 分析步骤

6.2.2.4.1 空白试验

准确吸取甲溶液(6.2.2.2.1)、乙溶液(6.2.2.2.2)各 5 mL 于 100 mL 锥形瓶中,加入葡萄糖标准溶液(6.2.2.2.3)9 mL,混匀后置于电炉上加热,在 2 min 内沸腾,然后以 4 s~5 s 一滴的速度继续滴入葡萄糖标准溶液,直至蓝色消失立即呈现黄色为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总量(V_1)。

6.2.2.4.2 试样测定

试样的测定如下步骤操作:

a) 吸取试样 2 mL~10 mL(控制水解液含糖量在 1 g/L~2 g/L)于 100 mL 容量瓶中,加水

30 mL 和盐酸溶液(6.2.1.2.5)5 mL,在 68 ℃~70 ℃水浴中加热 15 min。冷却后,加入甲基红指示液(6.2.1.2.6)两滴,用氢氧化钠溶液(6.2.1.2.7)中和至红色消失(近似于中性)。加水定容至 100 mL,摇匀,用滤纸过滤后,作为试样水解液备用;

- b) 预滴定:准确吸取甲溶液(6.2.2.2.1)、乙溶液(6.2.2.2.2)各 5 mL 及试样水解液[6.2.2.4.2 a)] 5 mL 于 100 mL 锥形瓶中,摇匀后置于电炉上加热至沸腾,用葡萄糖标准溶液(6.2.2.2.3)滴定至终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的体积;
- c) 滴定:准确吸取甲溶液(6.2.2.2.1)、乙溶液(6.2.2.2.2)各 5 mL 及试样水解液[6.2.2.4.2 a)] 5 mL 于 100 mL 锥形瓶中,加入比预滴定少 1.00 mL 的葡萄糖标准溶液(6.2.2.2.3),摇匀后置于电炉上加热至沸腾,继续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体积(V_5)。接近终点时,滴入葡萄糖标准溶液的用量应控制在 0.5 mL~1.0 mL。

6.2.2.5 计算

试样中总糖含量按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{(V_4 - V_5) \times \rho \times n}{5} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- X_1 ——试样中总糖的含量,单位为克每升(g/L);
- V_4 ——空白试验时,消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_5 ——试样测定时,消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- ρ ——葡萄糖标准溶液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);
- n ——试样的稀释倍数。

所得结果表示至一位小数。

6.2.2.6 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%。

6.2.3 费林试剂-间接碘量电位滴定法

6.2.3.1 原理

用中性乙酸铅将试样进行澄清处理,费林溶液与还原糖共沸,在碱性溶液中将铜离子还原成亚铜离子,亚铜离子可将 I^- 还原为 I_2 ,之后由硫代硫酸钠溶液滴定生成的 I_2 ,用氧化还原电极测出氧化还原反应中电动势的变化,电动势变化斜率最大时为反应终点,根据硫代硫酸钠溶液的使用量计算试样中总糖的含量。

6.2.3.2 试剂和溶液

6.2.3.2.1 费林甲液:称取硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)69.8 g,加水溶解并定容至 1 000 mL。

6.2.3.2.2 费林乙液:称取酒石酸钾钠($C_4H_4KNaO_6 \cdot 4H_2O$)346 g 及氢氧化钠 100 g,加水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀,过滤,备用。

6.2.3.2.3 葡萄糖标准溶液(2.5 g/L):称取经 103 ℃~105 ℃烘干至恒重的无水葡萄糖 2.5 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解,并加浓盐酸 5 mL,再用水定容至 1 000 mL。

6.2.3.2.4 硫代硫酸钠溶液[$c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0.1 \text{ mol/L}$]:按照 GB/T 601 配制,也可以使用商品化的产品。

6.2.3.2.5 盐酸溶液(6 mol/L):量取浓盐酸 50 mL,加水稀释至 100 mL。

- 6.2.3.2.6 甲基红指示液(1 g/L):称取甲基红 0.10 g,溶于乙醇并稀释至 100 mL。
- 6.2.3.2.7 硫酸溶液(1+5,体积比):按 1:5(体积比)的比例用水稀释浓硫酸。
- 6.2.3.2.8 氢氧化钠溶液(500 g/L):称取氢氧化钠 50 g,用水溶解并定容至 100 mL。
- 6.2.3.2.9 碘化钾溶液(200 g/L):称取碘化钾 20 g,用水溶解并定容至 100 mL。
- 6.2.3.2.10 中性乙酸铅(近饱和)溶液(500 g/L):称取中性乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 250 g,加沸水至 500 mL,搅拌至全部溶解。
- 6.2.3.2.11 磷酸氢二钠溶液(70 g/L):称取 70 g 磷酸氢二钠,用水溶解并定容至 1 000 mL。

6.2.3.3 仪器

- 6.2.3.3.1 电位测定仪:配加液器、磁力搅拌。
- 6.2.3.3.2 复合铂电极。
- 6.2.3.3.3 电子恒温水浴锅。
- 6.2.3.3.4 电炉:300 W~500 W。

6.2.3.4 分析步骤

6.2.3.4.1 葡萄糖标准的滴定

准确吸取 10 mL 葡萄糖标准溶液(6.2.3.2.3)、费林甲液(6.2.3.2.1)和费林乙液(6.2.3.2.2)各 5 mL 于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,煮沸 2 min,冷却后加入 10 mL 碘化钾溶液(6.2.3.2.9)、5 mL 硫酸溶液(6.2.3.2.7),在合适的搅拌转速下用硫代硫酸钠溶液(6.2.3.2.4)进行电位滴定,电动势变化斜率最大时为反应终点,记录硫代硫酸钠溶液的消耗体积 V_6 。

6.2.3.4.2 试样制备

准确吸取一定量的试样(控制水解液含糖量在 1 g/L~5 g/L)于 100 mL 容量瓶中,加水至 50 mL,混匀然后加入 2 mL 中性乙酸铅溶液(6.2.3.2.10)摇匀,静止 5 min 后加入 3 mL 磷酸氢二钠溶液(6.2.3.2.11)摇匀,用水定容至 100 mL,放置至试样澄清。准确吸取 10 mL 试样上清液于烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液(6.2.3.2.5)和 5 mL 水,68 °C±1 °C 水浴 15 min,冷却后,用氢氧化钠溶液(6.2.3.2.8)调至 pH=6~8。

6.2.3.4.3 试样滴定

准确加入费林甲液(6.2.3.2.1)、费林乙液(6.2.3.2.2)各 5 mL 于 6.2.3.4.2 制备的试样中,煮沸 2 min,冷却后加入 10 mL 碘化钾溶液(6.2.3.2.9)和 5 mL 硫酸溶液(6.2.3.2.7),在合适的搅拌转速下用硫代硫酸钠溶液(6.2.3.2.4)进行电位滴定,电动势变化斜率最大时为反应终点,记录硫代硫酸钠溶液的消耗体积 V_7 。

6.2.3.4.4 空白试验

准确吸取费林甲液(6.2.3.2.1)和费林乙液(6.2.3.2.2)各 5 mL 于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 水,煮沸 2 min,冷却后加入 10 mL 碘化钾溶液(6.2.3.2.9)和 5 mL 硫酸溶液(6.2.3.2.7),在合适的搅拌转速下用硫代硫酸钠溶液(6.2.3.2.4)进行电位滴定,电动势变化斜率最大时为反应终点,记录硫代硫酸钠溶液的消耗体积 V_8 。

6.2.3.5 计算

试样中总糖含量按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{V_8 - V_7}{V_8 - V_6} \times \rho_1 \times n_1 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- X_2 ——试样中总糖含量,单位为克每升(g/L);
- V_8 ——葡萄糖标准溶液测定时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_7 ——试样测定时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_6 ——空白试验时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为毫升(mL);
- ρ_1 ——葡萄糖标准溶液的浓度,单位为克每升(g/L);
- n_1 ——样品稀释倍数。

结果以两次测定值的算术平均值表示,计算结果保留至小数点后一位。

6.2.3.6 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%。

6.3 非糖固形物

6.3.1 第一法 重量法(仲裁法)

6.3.1.1 原理

试样经100℃~105℃加热,其中的水分、乙醇等可挥发性的物质被蒸发,剩余的残留即为总固形物。总固形物减去总糖即为非糖固形物。

6.3.1.2 仪器

- 6.3.1.2.1 天平:感量0.0001g。
- 6.3.1.2.2 电热干燥箱:温控±1℃。
- 6.3.1.2.3 干燥器:内装盛有效干燥剂。

6.3.1.3 分析步骤

吸取试样5mL(干黄酒、半干黄酒直接取样,半甜黄酒稀释1倍~2倍后取样,甜黄酒稀释2倍~6倍后取样)于已知干燥至恒重的蒸发皿(或直径为50mm、高30mm称量瓶)中,放入103℃±2℃电热干燥烘箱中烘干4h,取出称量。

6.3.1.4 计算

6.3.1.4.1 试样中总固形物含量按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{(m_2 - m_3) \times n_2}{V_9} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- X_3 ——试样中总固形物的含量,单位为克每升(g/L);
- m_2 ——蒸发皿(或称量瓶)和试样烘干至恒重的质量,单位为克(g);
- m_3 ——蒸发皿(或称量瓶)烘干至恒重的质量,单位为克(g);
- n_2 ——试样稀释倍数;
- V_9 ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

6.3.1.4.2 试样中非糖固形物含量按式(6)计算:

$$X_4 = X_3 - X_2 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

X_3 ——试样中固形物的含量,单位为克每升(g/L);

X_4 ——试样中非糖固形物的含量,单位为克每升(g/L);

X_5 ——试样中总糖含量,单位为克每升(g/L);

所得结果表示至一位小数。

6.3.1.5 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%。

6.3.2 第二法 仪器法

6.3.2.1 原理

首先利用仪器测定试样脱醇溜出液密度和试样的原始密度,仪器自动换算总固形物的含量,总固形物含量减去总糖的含量,即得非糖固形物的含量。

6.3.2.2 试剂

6.3.2.2.1 消泡剂。

6.3.2.2.2 氧化钙。

6.3.2.2.3 氧化钙溶液(12%):称取 12.00 g 氧化钙(6.3.2.2.2)于烧杯中,加水至 100 g,混匀呈乳浊液。

6.3.2.3 仪器

6.3.2.3.1 快速蒸馏器。

6.3.2.3.2 全自动天平密度仪(或其他同等功能仪器):精度 0.000 05 kg/L,测量范围 0.5 kg/L~2.25 kg/L。

6.3.2.3.3 恒温水浴池:温控 ± 0.2 °C。

6.3.2.3.4 容量瓶:100 mL。

6.3.2.4 分析步骤

6.3.2.4.1 仪器校正

使用前用蒸馏水或者乙醇标准溶液依照仪器说明书对全自动天平密度仪进行校正。

6.3.2.4.2 样品蒸馏

使用 100 mL 容量瓶取试样 100 mL(液温 20 °C),全部移入快速蒸馏器的蒸馏瓶中,用 100 mL 水分 3 次洗涤容量瓶,洗液并入蒸馏瓶中,在蒸馏瓶中依次加入约 1 mL 氧化钙溶液(6.3.2.2.3)和 5 滴消泡剂(6.3.2.2.1)。选择酒精蒸馏模式,将快速蒸馏器的馏出液质量设置为 85 g,开启冷却水(冷却水温度宜低于 15 °C),启动快速蒸馏器,用原 100 mL 容量瓶接收馏出液。蒸馏结束后,待馏出液恢复至 20 °C,使用 20 °C 的水将馏出液定容至刻度,摇匀。

6.3.2.4.3 样品测定

将校正后的全自动天平密度仪调至固形物测定模式,将试样(液温 20 °C)注入全自动天平密度仪测定其密度值 ρ_s ;用蒸馏水冲洗后将该试样依照 6.3.2.4.2 方法蒸馏定容后的待测液注入全自动天平密度仪测定其密度值 ρ_e ,之后仪器自动换算并显示试样中总固形物的含量值,待读数稳定,记录测定值。

6.3.2.5 结果表达

根据仪器测定的试样中总固形物的含量,减去试样中总糖的含量,即得试样中非糖固形物的含量,以 g/L 表示。所得结果表示至一位小数。

6.3.2.6 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%。

6.4 pH

6.4.1 原理

将玻璃电极和甘汞电极浸入试样溶液中,构成一个原电池。两极间的电动势与溶液的 pH 有关。通过测量原电池的电动势,即可得到试样溶液的 pH。

6.4.2 仪器

酸度计:精度 0.01 pH,备有玻璃电极和甘汞电极(或复合电极)。

6.4.3 分析步骤

6.4.3.1 按仪器使用说明书调试和校正酸度计。

6.4.3.2 用水洗电极,再用试液洗涤电极两次,用滤纸吸干电极外面附着的液珠,调整试液温度值 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,直接测定,直至 pH 读数稳定 1 min 为止,记录。或在室温下测定,换算成 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的 pH。所得结果表示至小数点后一位。

6.4.4 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 1%。

6.5 总酸、氨基酸态氮

6.5.1 原理

氨基酸是两性化合物,分子中的氨基与甲醛反应后失去碱性,而使羧基呈酸性。用氢氧化钠标准溶液滴定羧基,通过氢氧化钠标准溶液消耗的量可以计算出氨基酸态氮的含量。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 甲醛溶液:36%~38%(质量比,无缩合沉淀)。

6.5.2.2 无二氧化碳的水:按 GB/T 603 制备。

6.5.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L):按 GB/T 601 配制和标定。

6.5.3 仪器

6.5.3.1 酸度计或自动电位滴定仪:精度 0.01 pH。

6.5.3.2 磁力搅拌器。

6.5.3.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

6.5.4 分析步骤

总酸、氨基酸态氮的分析按如下步骤操作:

- a) 按仪器使用说明书调试和校正酸度计；
- b) 吸取试样 10 mL 于 150 mL 烧杯中，加入无二氧化碳的水 50 mL。烧杯中放入磁力搅拌棒，置于电磁搅拌器上，开启搅拌，用氢氧化钠标准滴定溶液(6.5.2.3)滴定，开始时可快速滴加氢氧化钠标准滴定溶液，当滴定至 pH=7.0 时，放慢滴定速度，每次加半滴氢氧化钠标准滴定溶液，直至 pH=8.20 为终点。记录消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_{10})。加入甲醛溶液(6.5.2.1)10 mL，继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH=9.20，记录加甲醛后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_{11})。同时做空白试验，分别记录不加甲醛溶液及加入甲醛溶液时，空白试验所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积(V_{12} 、 V_{13})。

6.5.5 计算

6.5.5.1 试样中总酸含量按式(7)计算：

$$X_6 = \frac{(V_{10} - V_{12}) \times c_1 \times M_1}{V_{14}} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中：

- X_6 —— 试样中总酸的含量，单位为克每升(g/L)；
- c_1 —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位摩尔每升(mol/L)；
- M_1 —— 乳酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=90$)；
- V_{10} —— 测定试样时，消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_{12} —— 空白试验时，消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_{14} —— 吸取试样的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果表示至两位小数。

6.5.5.2 试样中氨基酸态氮含量按式(8)计算：

$$X_7 = \frac{(V_{11} - V_{13}) \times c_2 \times M_2}{V_{14}} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中：

- X_7 —— 试样中氨基酸态氮的含量，单位为克每升(g/L)；
- c_2 —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位摩尔每升(mol/L)；
- M_2 —— 氮的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=14$)；
- V_{11} —— 加甲醛后，测定试样时消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_{13} —— 加甲醛后，空白试验时消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_{14} —— 吸取试样的体积，单位为毫升(mL)。

所得结果表示至两位小数。

6.5.6 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%。

6.6 氧化钙

6.6.1 第一法 原子吸收分光光度法(仲裁法)

6.6.1.1 原理

试样经火焰燃烧产生原子蒸气，通过从光源辐射出待测元素特征波长的光，被蒸气中待测元素的基态原子吸收，吸收程度与火焰中元素浓度的关系符合波朗伯比尔定律。

6.6.1.2 试剂

6.6.1.2.1 浓硝酸：优级纯(GR)。

6.6.1.2.2 浓盐酸:优级纯(GR)。

6.6.1.2.3 氯化镧溶液(50 g/L):称取氯化镧 5.0 g,加去离子水溶解,并定容至 100 mL。

6.6.1.2.4 钙标准贮备液(1 mL 溶液含有 100 μg 钙):精确称取于 105 ℃~110 ℃干燥至恒重的碳酸钙(GR)0.250 g,用浓盐酸(6.6.1.2.2)10 mL 溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用去离子水定容。

6.6.1.2.5 钙标准使用液:分别吸取钙标准贮备液(6.6.1.2.4)0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 于 5 个 100 mL 容量瓶中,各加入氯化镧溶液(6.6.1.2.3)10 mL 和浓硝酸(6.6.1.2.1)1 mL,用去离子水定容,此溶液每毫升分别相当于 0.00 μg、1.00 μg、2.00 μg、4.00 μg、8.00 μg 钙。

6.6.1.3 仪器

6.6.1.3.1 原子吸收分光光度计。

6.6.1.3.2 高压釜:50 mL,带聚四氟乙烯内套。

6.6.1.3.3 电热干燥箱:温控±1 ℃。

6.6.1.3.4 天平:感量 0.000 1 g。

6.6.1.4 分析步骤

6.6.1.4.1 试样的处理

准确吸取试样 2 mL~5 mL(V_{10})于 50 mL 聚四氟乙烯内套的高压釜中,加入浓硝酸(6.6.1.2.1) 4 mL,置于电热干燥箱(120 ℃)内,加热溶解 4 h~6 h,冷却后转移至 500 mL(V_{11})容量瓶中,加氯化镧溶液(6.6.1.2.3)5 mL,用去离子水定容,搅匀。同时做空白试验。

6.6.1.4.2 光谱条件

测定波长为 422.7 nm,狭缝宽度为 0.7 nm,火焰为空气乙炔气,灯电流为 10 mA。

6.6.1.4.3 测定

将钙标准使用液(6.6.1.2.5)、试剂空白溶液和处理后的试样液(6.6.1.4.1)依次导入火焰中进行测定,记录其吸光度。

6.6.1.4.4 绘制标准曲线

标准曲线的绘制按如下步骤操作:

- 以标准溶液的钙含量(μg/mL)与对应的吸光度绘制标准工作曲线(或用回归方程计算);
- 分别以试剂空白和试样液的吸光度,从标准工作曲线中查出钙含量(A 、 A_1)(或用回归方程计算)。

6.6.1.5 计算

试样中氧化钙的含量按式(9)计算:

$$X_s = \frac{(A_1 - A) \times V_{16} \times 1.4 \times 1\,000}{V_{15} \times 1\,000 \times 1\,000} = \frac{(A_1 - A) \times V_{16} \times 1.4}{V_{15} \times 1\,000} \dots\dots\dots (9)$$

式中:

X_s ——试样中氧化钙的含量,单位为克每升(g/L);

A_1 ——从标准工作曲线中查出(或用回归方程计算)试样中钙的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

A ——从标准工作曲线中查出(或用回归方程计算)试样空白中钙的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

- V_{15} ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);
 - V_{16} ——试样稀释后的总体积,单位为毫升(mL);
 - 1.4——钙与氧化钙的换算系数。
- 所得结果表示至一位小数。

6.6.1.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

6.6.2 第二法 高锰酸钾滴定法

6.6.2.1 原理

试样中的钙离子与草酸铵反应生成草酸钙沉淀。将沉淀滤出,洗涤后,用硫酸溶解,再用高锰酸钾标准溶液滴定草酸根,根据高锰酸钾溶液的消耗量计算试样中氧化钙的含量。

6.6.2.2 试剂

- 6.6.2.2.1 甲基橙指示液(1 g/L):称取 0.10 g 甲基橙,用水溶解并稀释至 100 mL。
- 6.6.2.2.2 饱和草酸铵溶液。
- 6.6.2.2.3 浓盐酸。
- 6.6.2.2.4 氢氧化铵溶液(1+10):1 体积氢氧化铵加入 10 体积的水,混匀。
- 6.6.2.2.5 硫酸溶液(1+3):1 体积硫酸缓慢加入至 3 体积水中,冷却后混匀。
- 6.6.2.2.6 高锰酸钾标准溶液(0.01 mol/L):按 GB/T 601 配制与标定。临用前,准取稀释 10 倍。

6.6.2.3 仪器

- 6.6.2.3.1 电炉:300 W~500 W。
- 6.6.2.3.2 滴定管:50 mL。

6.6.2.4 分析步骤

分析步骤按如下步骤操作:

- a) 准取吸取试样 25 mL 于 400 mL 烧杯中,加水 50 mL,再依次加入甲基橙指示液(6.6.2.2.1) 3 滴,浓盐酸(6.6.2.2.3)2 mL、饱和草酸铵溶液(6.6.2.2.2)30 mL,加热煮沸,搅拌,逐滴加入氢氧化铵溶液(6.6.2.2.4)直至试液变为黄色;
- b) 将 6.6.2.4a) 所得溶液置于约 40 °C 温热处保温 2 h~3 h,用玻璃漏斗和滤纸过滤,用 500 mL 氢氧化铵溶液(6.6.2.2.4)分数次洗涤沉淀,直至无氯离子(经硝酸酸化,用硝酸银检验)。将沉淀及滤纸小心从玻璃漏斗中取出,放入烧杯中,加沸水 100 mL 和硫酸溶液(6.6.2.2.5)25 mL,加热,保持 60 °C~80 °C 使沉淀完全溶解。用高锰酸钾标准溶液(6.6.2.2.6)滴定至微红色并保持 30 s 为终点。记录消耗的高锰酸钾标准溶液的体积(V_{17})。同时用 25 mL 水代替试样作空白试验,记录消耗高锰酸钾标准溶液的体积(V_{18})。

6.6.2.5 计算

试样中氧化钙的含量按式(10)计算:

$$X_9 = \frac{(V_{17} - V_{18}) \times c_3 \times M_3}{V_{19} \times 2} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

X_3 ——试样中氧化钙的含量,单位为克每升(g/L);

c_3 ——高锰酸钾标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_3 ——氧化钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3=56.1$);

V_{17} ——测定试样时,消耗 0.01 mol/L 高锰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{18} ——空白试验时,消耗 0.01 mol/L 高锰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{19} ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);

2 ——高锰酸钾滴定草酸钙的摩尔比例系数。

所得结果表示至一位小数。

6.6.2.6 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%。

6.6.3 第三法 EDTA 滴定法

6.6.3.1 原理

用氢氧化钾溶液调整试样的 pH 至 12 以上,以盐酸羟胺、三乙醇胺和硫化钠作掩蔽剂,排除锰、铁、铜等离子的干扰。在过量 EDTA 存在下,用钙标准溶液进行反滴定。

6.6.3.2 试剂

6.6.3.2.1 钙指示剂:称取 1.00 g 钙羧酸[2-羟基-1(2-羟基-4-磺基-1-萘偶氮)3-萘甲酸]指示剂和干燥研细的氯化钠 100 g 与研钵中,充分研磨呈紫红色的均匀粉末,置于棕色瓶中保存、备用。

6.6.3.2.2 氯化镁溶液(100 g/L):称取氯化镁 100 g,溶解于 1 000 mL 水中。

6.6.3.2.3 盐酸羟胺溶液(10 g/L):称取盐酸羟胺 10 g,溶解于 1 000 mL 水中。

6.6.3.2.4 三乙醇胺溶液(500 g/L):称取三乙醇胺 500 g,溶解于 1 000 mL 水中。

6.6.3.2.5 硫化钠溶液(50 g/L):称取硫化钠 50 g,溶解于 1 000 mL 水中。

6.6.3.2.6 氢氧化钾溶液(5 mol/L):称取氢氧化钾 280 g,溶解于 1 000 mL 水中。

6.6.3.2.7 氢氧化钾溶液(1 mol/L):吸取氢氧化钾溶液(6.6.3.2.6)20 mL,用水定容至 100 mL。

6.6.3.2.8 盐酸溶液(1+4):1 体积的浓盐酸加入 4 体积的水。

6.6.3.2.9 钙标准溶液(0.01 mol/L):精确称取于 105 °C 烘干至恒重的基准级碳酸钙 1 g(精确至 0.000 1 g)于小烧杯中,加水 50 mL,用盐酸溶液(6.6.3.2.8)使之溶解,煮沸,冷却至室温。用氢氧化钾溶液(6.6.3.2.7)中和至 pH=6~8,用水定容至 1 000 mL。

6.6.3.2.10 EDTA 溶液(0.02 mol/L):称取 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)7.44 g 溶于 1 000 mL 水中。

6.6.3.3 仪器

6.6.3.3.1 电热干燥箱:105 °C±2 °C。

6.6.3.3.2 滴定管:50 mL。

6.6.3.4 分析步骤

准确吸取试样 2 mL~5 mL(视试样中钙含量的高低而定)于 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL,依次加入氯化镁溶液(6.6.3.2.2)1 mL、盐酸羟胺溶液(6.6.3.2.3)1 mL、三乙醇胺溶液(6.6.3.2.4)0.5 mL、硫化钠溶液(6.6.3.2.5)0.5 mL、摇匀,加氢氧化钾溶液(6.6.3.2.6)5 mL,再准确加入 EDTA 溶液(6.6.3.2.10)5 mL、钙指示剂(6.6.3.2.1)一小勺(约 0.1 g),摇匀,用钙标准溶液(6.6.3.2.9)滴定至蓝色消失并初现酒

红色为终点。记录消耗钙标准溶液的体积(V_{20})。同时以水代替试样做空白试验,记录消耗钙标准溶液的体积(V_{21})。

6.6.3.5 计算

试验中氧化钙的含量按式(11)计算:

$$X_{10} = \frac{c_4 \times (V_{21} - V_{20}) \times M_3}{V_{22}} \dots\dots\dots(11)$$

式中:

- X_{10} ——试样中氧化钙的含量,单位为克每升(g/L);
- c_4 ——钙标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_3 ——氧化钙的摩尔质量分数,单位为克每摩尔(g/mol)($M_3=56.1$);
- V_{20} ——测定试样时,消耗钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{21} ——空白试验时,消耗钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_{22} ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至一位小数。

6.6.3.6 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%。

6.7 酒精度

按 GB 5009.225 规定方法测定或参见附录 A。

6.8 苯甲酸

按 GB 5009.28 规定的方法测定。

6.9 净含量

按 JJF 1070 规定的方法测定。

7 检验规则

7.1 组批

同一生产日期生产的、质量相同的、具有同样质量合格证的产品为一批。

7.2 抽样

按表 10 抽取样品。样品总量不足 3.0 L 时,应适当按比例加取。并将其中三分之一样品封存,保留 3 个月备查。

表 10 抽样表

样本批量范围/桶、袋、箱或坛	样品数量/桶、袋、瓶或坛
≤1 200	6
1 201~35 000	9
≥35 001	12

7.3 检验分类

7.3.1 出厂检验

7.3.1.1 产品出厂前,应由生产企业的质量检验部门按本标准规定逐批进行检验。检验合格并签发质量合格证明的产品,方可出厂。

7.3.1.2 出厂检验项目:感官、总糖、非糖固形物、酒精度、总酸、氨基酸态氮、pH、净含量和标签。

7.3.2 型式检验

7.3.2.1 检验项目为 5.1~5.4 规定的全部项目。

7.3.2.2 一般情况下,型式检验每年进行一次。有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 原辅料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产 3 个月后,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家食品质量监督检验机构按有关规定需要抽检时。

7.4 不合格项目分类

7.4.1 A 类不合格:净含量、标签、感官要求、非糖固形物、酒精度、苯甲酸。

7.4.2 B 类不合格:氨基酸态氮、总酸、氧化钙、总糖、pH。

7.5 判定规则

7.5.1 若受检样品项目全部合格时,判整批样品为合格。

7.5.2 指标如有两项或两项以下不符合要求时,可以在同批产品中抽取两倍样品进行复验,以复验结果为准;若复验结果仍有一项 A 类不合格或两项 B 类不合格时,判整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标签标示

8.1.1 预包装产品标签应按 GB 7718 和 GB 2758 规定执行,还应标明产品风格(传统型黄酒可不标注产品风格)和按产品分类标示含糖量范围;若产品涉及酒龄的标注,标注酒龄的标示值应小于或等于加权平均计算值。

8.1.2 外包装箱上除应标明产品名称、酒精度、类型、制造者的名称和地址之外,还应标明单位包装的净含量和总数量。

8.2 包装

8.2.1 包装材料应符合食品安全要求。包装容器应封装严密、无渗漏。

8.2.2 包装箱应符合 GB/T 6543 要求,封装、捆扎牢固。

8.3 运输

8.3.1 运输工具应清洁、卫生。产品不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品混装混运。

8.3.2 搬运时应轻拿轻放,不得扔摔、撞击、挤压。

8.3.3 运输过程中不得暴晒、雨淋、受潮。

8.4 贮存

8.4.1 产品不得与有毒、有害、有腐蚀性、易挥发或有异味的物品同库贮存。

8.4.2 产品宜贮存于阴凉、干燥、通风的库房中；不得露天堆放、日晒、雨淋或靠近热源；接触地面的包装箱底部应垫有 100 mm 以上的间隔材料。

8.4.3 产品宜在 5 ℃~35 ℃贮存。

附录 A
(资料性附录)
酒精度的测定 仪器法

A.1 原理

试样经快速蒸馏器蒸馏后,注入全自动天平密度仪,测定馏出液中酒精的含量。

A.2 试剂

同 6.3.2.2。

A.3 仪器

同 6.3.2.3。

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

A.4 分析步骤**A.4.1 仪器校正**

同 6.3.2.4.1。

A.4.2 样品测定

依照 6.3.2.4.1 方法校正全自动天平密度仪,之后调至酒精度测定模式,依照 6.3.2.4.2 方法对试样蒸馏、定容。将定容后的馏出液注入密度快速测定仪中,仪器自动换算 20 ℃时的酒精度值(% vol),待读数稳定后,记录测定值。

A.5 结果的表达

20 ℃时样品的酒精度,以体积分数“% vol”表示。所得结果表示为一位小数。

A.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 0.5% vol。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
黄 酒

GB/T 13662—2018

*

中国标准出版社出版发行
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 1.75 字数 50 千字
2018年9月第一版 2018年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-61121 定价 27.00 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



GB/T 13662—2018