

中华人民共和国国家标准

GB/T 13662—201X

代替 GB/T 13662-2008

黄 酒

Huangjiu

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

(征求意见稿)

<u>- XX - X</u>X 发布

XXXX-XX-XX 实施

目 次

	音II
1	范围
2	规范性引用文件
3	术语和定义
	产品分类2
	要求2
	分析方法
7	检验规则20
8	标志、包装、运输和贮存2
附	录 A (资料性附录) 酒精度对照表 23

前 言

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:

- ——修改了黄酒的定义。
- ——增加了原酒、勾调和抑制发酵的定义。
- ——调整了原辅料要求的表达。
- ——调整了理化指标的限定值。
- ——增加了苯甲酸指标,指黄酒发酵过程中天然产生的苯甲酸。
- ——新增了总糖和酒精度的测定方法。
- ——调整了检验规则、标志包装等内容。
- 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归口。
- 本标准起草单位:
- 本标准主要起草人:

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 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、产品分类、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,仅所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 试验方法中所有制剂及制品的制备(GB/T 603-2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB 1186.64 食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色

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/T 6543 运输包装用单瓦格楞纸箱和双瓦格楞纸箱

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682-2008, ISO 3639: 1987, MOD)

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)

食品标识管理规定(国家质量监督检验检疫总局[2009]第123号令)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

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 of huangjiu

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 unblended huangjiu

经3.1方法酿制的发酵酒,煎酒(除菌)后,直接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,以勾调所用原酒的酒龄加权平均计算,且其中达到所标注酒龄的原酒 不低于50%。

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混合,并可加适量水调整的过程。

3.10

抑制发酵 inhibited fermentation

在甜型黄酒和半甜型黄酒的生产过程中,可适量加入白酒或食用酒精以抑制发酵的过程。

4 产品分类

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 要求
- 5.1 原辅料要求
- 5.1.1 在特型黄酒生产过程中,可以添加符合国家规定的、既可食用又可药用的食品和(或)药材等物质。
- 5. 1. 2 黄酒中可以按照 GB 2760 的规定添加焦糖色(其焦糖色产品应符合 GB 1886. 64 要求)。
- 5.2 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
	干黄酒、半干黄酒、	淡黄色至深褐色,清亮	E透明,有光泽,允许瓶	淡黄色至深褐色,清
外观	半甜黄酒、甜黄酒	(坛)底有	百微量聚集物	亮透明,允许瓶(坛)
			底有少量聚集物	
香气	干黄酒、半干黄酒、	具有黄酒特有的浓郁	黄酒特有的醇香较浓	具有黄酒特有的醇
音し	半甜黄酒、甜黄酒	醇香,无异香	郁,无异香	香,无异味
	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	醇厚,较柔和鲜爽,无	尚醇厚鲜爽, 无异味
口味		异味	异味	
	半甜黄酒	醇厚,鲜甜爽口,无	醇厚, 较鲜甜爽口, 无	醇厚,尚鲜甜爽口,
		异味	异味	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、半干黄酒、	酒体协调,具有黄酒	酒体较协调, 具有黄酒	酒体尚协调, 具有黄
八竹	半甜黄酒、甜黄酒	品种的典型风格	品种的典型风格	酒品种的典型风格

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					
	干黄酒							
外观	半干黄酒	淡黄色至黄褐色,清亮透明,有光泽,允	元 许瓶(坛)底有微量聚集物					
	半甜黄酒							
	干黄酒							
香气	半干黄酒	具有本类型黄酒特有的清雅醇香,无异春	K I					
	半甜黄酒							
	干黄酒	柔净醇和、清爽、无异味	柔净醇和、较清爽、无异味					
口味	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					
	干黄酒		酒体较协调,具有本类黄酒的					
风格	半干黄酒	酒体协调,具有本类黄酒的典型风格	四件权协师, 共有本关页码的 典型风格					
	半甜黄酒		州					

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 传统型干黄酒理化指标要求

项目		稻米黄酒			非稻米黄酒	
		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	14.0	11.5
酒精度(20℃)/(%vol)	≥	8.0				
总酸(以乳酸计)/(g/L)		3.0~7.0				
氨基酸态氮/(g/L)	≥	0.35	0.25	0.20	0	.16
pН		3.5~4.6				
氧化钙/ (g/L)	<u>≤</u>	1.0				
苯甲酸/ (mg/L)	<u> </u>	50.0				

注1: 稻米黄酒: 酒精度低于14% vol时,非糖固形物、氨基酸态氮的值,按14% vol折算,非稻米黄酒: 酒精度低于11% vol时,非糖固形物、氨基酸态氮的值按11% vol折算。

注2: 酒精度标签所示值与实测值之间差为±1.0% vol。

注3: 苯甲酸指黄酒发酵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		稻米黄酒 非稻米克			米黄酒	
		优级	一级	二级	优级	一级
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	(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)	≥	8.0				
总酸(以乳酸计)/(g/L)		3.0~7.5				
氨基酸态氮/ (g/L)	≥	0.40	0.35	0.30	0	.16
pH				3.5~4.6	5	
氧化钙/(g/L)	\leq	1.0				
苯甲酸/ (mg/L)	<u>≤</u>	50.0				
注: 同表3。						

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		稻米黄酒			非稻米黄酒	
		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)	≥	18.5	16.0	13.0	16.0	13.0
酒精度(20°C)/(%vol)	≥	8.0				
总酸(以乳酸计)/(g/L)		4.0~8.0				
氨基酸态氮/(g/L)	≥	0.35	0.30	0.20	0	.16
pH				3.5~4.6	б	
氧化钙/(g/L)	≤	1.0				
苯甲酸/ (mg/L)	<u>≤</u>	50.0				
注: 同表3。	•	•				

5. 3. 1. 4 甜型黄酒

应符合表6的规定。

表6 传统型甜黄酒理化要求

项目		稻米黄酒			非稻米黄酒	
		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)	\geq	16.5	14.0	13.0	14.0	11.5
酒精度(20℃)/(%vol)	≥	8.0				

总酸(以乳酸计)/(g/L)		4.0~8.0				
氨基酸态氮/ (g/L)	\	0.30	0.25	0.20	0.16	
pН		3.5~4.8				
氧化钙/ (g/L)	>	1.0				
苯甲酸/ (mg/L)	~	50.0				
注: 同表3。						

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		稻米貴	黄酒	非稻米黄酒			
		一级	二级	一级	二级		
总糖(以葡萄糖计)/(g/L)	≤	15.0					
非糖固形物/ (g/L)	≥	5.0					
酒精度(20℃)/(%vol)	≥	6.0					
总酸(以乳酸计)/(g/L)		2.5~7.0					
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/ (mg/L)	≤	50.0					
注: 同表3。							

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)	≥	10.5	8.5	10.5	8.5		
酒精度(20°C)/(%vol)	≥	6.0					
总酸(以乳酸计)/(g/L)			2.5~	~7.0			
氨基酸态氮/ (g/L)	≥	0.35	0.20	0	.16		
pН			3.5~	~4.6			
氧化钙/ (g/L)	≤	0.5					
苯甲酸/ (mg/L)	≤	50.0					
注: 同表3。							

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					
总酸(以乳酸计)/(g/L)			3.8~	~8.0			
氨基酸态氮/(g/L)	\	0.30	0.20	C	0.16		
pH			3.5~	~4.6			
氧化钙/ (g/L)	\geq	0.5					
苯甲酸/ (mg/L)	<u> </u>	50.0					
注: 同表3。							

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

按国家质量监督检验检疫总局[2005]第75号令执行。

5.5 食品安全要求

应符合GB 2758 的规定。

6 分析方法

本标准中所有的水,在未注明其他要求时,应符合GB/T 6682的规格。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,置于水浴中,调温至 20° C。将洁净、干燥的评酒杯对应酒样编号,对号注入酒样约25~mL。

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。

饮入少量酒样(约2 mL)于口中,尽量均匀分布于味觉区,仔细品评口感,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 第一法: 廉爱农法 (Lane Eynon method)

适用于甜酒和半甜酒。

6.2.1.1 原理

菲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 菲林溶液。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 菲林甲液: 称取硫酸铜 (GuSO₄ 5H₂O) 69.28g, 加水溶解并定容至 1000 mL。
- 6.2.1.2.2 菲林乙液: 称取酒石酸钾钠 346 g 及氢氧化钠 100 g, 加水溶解并定容至 1000 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 0.0001 g), 加水溶解, 并加浓盐酸 5 mL, 再用水定容至 1000 mL。
- 6.2.1.2.4 次甲基蓝指示液(10g/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(1g/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 0.0001 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 标定菲林溶液的预滴定

准确吸取菲林甲、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) 两滴,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 菲林溶液的标定

准确吸取菲林甲、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)两滴,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。

菲林甲、乙液各5 mL相当于葡萄糖的质量按式(1)计算:

$$m_1 = \frac{m \times V_1}{1000} \tag{1}$$

式中:

m₁----菲林甲、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);

V₁----正式标定时,消耗葡萄糖标准溶液的总体积,单位为毫升(mL)。

6.2.1.4.3 试样的测定

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)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,摇匀,用滤纸过滤后备用。

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。

6.2.1.5 计算

试样中总糖含量按式(2)计算:

$$X = \frac{500 \times m_1}{V_2 \times V_3} \times 1000. \tag{2}$$

式中:

X——试样中总糖的含量,单位为克每升(g/L);

m₁——菲林甲、乙液各5 mL相当于葡萄糖的质量,单位为克(g);

 V_2 ——滴定时消耗试样稀释液的体积,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 第二法:亚铁氰化钾滴定法

适用于干黄酒和半干黄酒

6.2.2.1 原理

菲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($C_USO_4~5H_2O$)15.0 g 及次甲基蓝 0.05g,加水溶解并定容至 1000 mL,摇匀备用。

6.2.2.2.2 乙溶液: 称取酒石酸钾钠 50g、氢氧化钠 54g、亚铁氰化钾 4g, 加水溶解并定容至 $1000 \, \text{mL}$, 摇匀备用。

6.2.2.2.3 葡萄糖标准溶液(1g/L): 称取经 103℃-105℃烘干至恒重的无水葡萄糖 1g(精确至 0.0001g),加水溶解,并加浓盐酸 5 mL,用水定容至 1000 mL,摇匀备用。

6.2.2.3 仪器

6.2.2.3.1 分析天平: 感量 0.0001g。

6.2.2.3.2 分析天平: 0.01 g。

6.2.2.3.3 电炉: 300W-500W。

6.2.2.4 分析步骤

6.2.2.4.1 空白试验

准确吸取甲、乙溶液(6.2.2.2.1、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2min内沸腾,然后以4s~5s 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_0)。

6.2.2.4.2 试样测定

- a) 吸取试样 2 mL-10 mL(控制水解液含糖量在 1 g/L ~ 2g/L)与 100 mL 容量瓶中,加水 30 mL 和盐酸溶液(6.2.1.2.5)5 mL,在 68° C ~ 70° C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、乙溶液(6.2.2.2.1、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,记录记录消耗葡萄糖标准溶液的体积。
- c) 滴定:准确吸取甲、乙溶液(6.2.2.2.1、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)。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:

$$X = \frac{(V_0 - V) \times c \times n}{5} \times 1000 \qquad (3)$$

式中:

X----试样中总糖的含量,单位为克每升(g/L);

 V_0 ---空白试验时,消耗葡萄糖标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

- V ---试样测定时,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5%。

6.2.3 第三法 电位滴定法

6.2.3.1 原理

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可认为是反应终点。菲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 Γ 还原为 I_2 ,之后由硫代硫酸钠溶液滴定过量的斐林试剂。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

- 6.2.3.2.1 菲林甲液: 称取硫酸铜(GuSO₄ 5H₂O) 69.28 g, 加水溶解并定容至 1000 mL。
- 6.2.3.2.2 菲林乙液: 称取酒石酸钾钠 346 g 及氢氧化钠 100 g, 加水溶解并定容至 1000 mL, 摇匀,过滤,备用。
- 6.2.3.2.3 葡萄糖标准溶液 (1 g/L): 称取经 103° C- 105° C烘干至恒重的无水葡萄糖 1 g (精确至 0.0001g), 加水溶解,并加浓盐酸 5 mL,再用水定容至 1000 mL。
- 6.2.3.2.4 硫代硫酸钠溶液(0.1 mol /L): 称取硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3$)15.81 g,加水溶解并定容至 1000 mL。
- 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): 取1体积的浓硫酸加入5体积的蒸馏水。
- 6.2.3.2.8 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。
- 6.2.3.2.9 碘化钾溶液(200 g/L): 称取碘化钾 20 g, 用水溶解并稀释至 100 mL。
- 6.2.3.3 仪器
- 6.2.3.2.1 电位滴定仪。
- 6.2.3.2.2 加液器。
- 6.2.3.2.3 磁力搅拌滴定台。
- 6.2.3.2.4 交换单元: 20 mL。
- 6.2.3.2.5 复合铂电极。
- 6.2.3.2.6 电子恒温水浴锅。

6.2.3.2.7 烧杯: 100 mL。

6.2.3.2.8 电炉: 300 W~500 W。

6.2.3.4 分析步骤

6.2.3.4.1 样品前处理

准确吸取一定量的样品于100 mL容量瓶中,使之所含总糖量为0.05 g~0.40 g,加5 mL盐酸溶液 (6.2.3.2.5) ,加水至20 mL,摇匀。于 (68 ± 1) \mathbb{C} 水浴上水解15 min,取出,冷却。加两滴甲基红指示剂(6.2.3.2.6) ,用氢氧化钠溶液(6.2.3.2.8) 中和至中性,调温至20 \mathbb{C} ,加水定容。

6.2.3.4.2 空白试验

取菲林试剂甲液(6.2.3.2.1)5 mL和菲林试剂乙液(6.2.3.2.2)5 mL于100 mL小烧杯中,加入35 mL蒸馏水,煮沸2 min,冷却20 min,然后加入碘化钾溶液(6.2.3.2.9)和硫酸溶液(6.2.3.2.7)各5 mL,立即用全自动电位滴定仪滴定,滴定到自动结束。记录所用硫代硫酸钠溶液(6.2.3.2.4)的有效体积(V_0)。

6.2.3.4.3 样品测定

取菲林试剂甲液(6.2.3.2.1)5 mL和菲林试剂乙液(6.2.3.2.2)5 mL于100 mL小烧杯中,加入10 mL 葡萄糖标准溶液(6.2.3.2.3)和25 mL蒸馏水,煮沸2 min,冷却20 min,然后加入碘化钾溶液(6.2.3.2.9)和硫酸溶液(6.2.3.2.7)各5 mL,立即用全自动电位滴定仪滴定,滴定到自动结束。记录所用硫代硫酸钠溶液(6.2.3.2.4)的有效体积(V_1)。

取菲林试剂甲液(6.2.3.2.1)5 mL和菲林试剂乙液(6.2.3.2.2)5 mL于100 mL小烧杯中,加入10 mL样品溶液(6.2.3.4.1)和25 mL蒸馏水,煮沸2 min,冷却20 min,然后加入碘化钾溶液(6.2.3.2.9)和硫酸溶液(6.2.3.2.7)各5 mL,立即用全自动电位滴定仪滴定,滴定到自动结束。记录所用硫代硫酸钠溶液(6.2.3.2.4)的有效体积(V_2)。

6.2.3.5 计算

试样中总糖含量按式(4)计算:

$$X = \frac{V_0 - V_1}{V_0 - V_2} \times m \times N$$
 (4)

式中:

X ——试样中总糖含量,单位为克每升(g/L);

 V_0 ——空白试验时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为克毫升 (mL);

 V_1 ——葡萄糖标准溶液测定时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为克毫升(mL);

V₂ ——试样测定时,消耗硫代硫酸钠溶液的体积,单位为克毫升(mL);

M ——葡萄糖标准溶液的含量,单位为克每升(g/L);

N ——样品稀释倍数。

所得结果表示至一位小数。

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5%。

- 6.3 酒精度
- 6.3.1 酒精计法
- 6.3.1.1 原理

试样经过蒸馏,用酒精计测定溜出液中酒精的含量。

- 6.3.1.2 仪器
- 6.3.1.2.1 电炉: 500 W~800 W。
- 6.3.1.2.2 冷凝管:玻璃,直形。
- 6.3.1.2.3 酒精计: 标准温度 20 ℃, 分值为 0.2。
- 6.3.1.2.4 水银温度计:50 ℃,分度值为0.1 ℃。
- 6.3.1.2.5 量筒: 100 mL。
- 6.3.1.3 分析步骤

在约20℃时,用容量瓶量取试样100 mL,全部移入500 mL蒸馏瓶中。用100 mL水分次洗涤容量瓶,洗液并入蒸馏瓶中,加数粒玻璃珠。装上冷凝管,通入冷水,用原100 mL容量瓶接收馏出液(外加冰浴)。加热蒸馏,直至收集馏出液体积约为95 mL时,停止蒸馏。于水浴中冷却至约20℃,用水定容,摇匀。倒入100 mL量筒中,测量馏出液的温度与酒精度。按测得的实际温度和酒精度标示值查附录A,换算成20℃时的酒精度。

6.3.1.4 计算

所得结果表示为一位小数。

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数平均值的5%。

- 6.3.2 快速蒸馏法
- 6.3.2.1 原理

试样经快速蒸馏装置蒸馏后,注入酒精度快速测定仪,测定溜出液中酒精的含量。

- 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 酒精度快速测定仪。
- 6.3.2.3.3 恒温水浴池。
- 6.3.2.3.4 容量瓶: 100 mL。

6.3.2.4 分析步骤

将待测酒样和定容用蒸馏水放入 20℃恒温水浴池中 30 min,保证样品温度与水浴池温度一致。使用容量瓶取 100 mL 待测样品,全部移入快速蒸馏器的蒸馏瓶中,使用 100 mL 蒸馏水分 3 次润洗容量瓶将液体一并加入蒸馏瓶中。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,将取样时所用的容量瓶悬挂于出液口,设置馏出液重量为 85,开启冷凝水,启动蒸馏装置。蒸馏完成后,自动停止,使用 20℃恒温水浴池中蒸馏水将馏出液定容至刻度,摇匀。将定容后的馏出液注入酒精度快速测定仪中,仪器自动换算 20℃时的酒精度值,记录测定值。

6.3.2.5 计算

所得结果表示为一位小数。

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数平均值的5%。

6.4 非糖固形物

6.4.1 重量法

6.4.1.1 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,剩余的残留既为总固形物。总固形物减去总糖即为非糖固形物。

- 6.4.1.2 仪器
- 6.4.1.2.1 天平: 感量 0.0001 g。
- 6.4.1.2.2 电热干燥箱: 温控±1℃。
- 6.4.1.2.3 干燥器: 内装盛有效干燥剂。

6.4.1.3 分析步骤

吸取试样 $5\,\text{mL}$ (干、半干型黄酒直接取样,半甜黄酒稀释1倍-2倍后取样,甜型黄酒稀释2倍-6倍后取样)于已知干燥至恒重的蒸发皿(或直径为 $50\,\text{mm}$ 、高 $30\,\text{mm}$ 称量瓶)中,放入103°C ± 2 °C电热干燥烘箱中烘干 $4\,\text{h}$,取除称量。

6. 4. 1. 4 计算

试样中总固形物含量按式(5)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times n}{V} \times 1000 \dots (5)$$

式中:

 X_1 ——试样中总固形物的含量,单位为克每升(g/L);

m₁——蒸发皿(或称量瓶)和试样烘干至恒重的质量,单位为克(g);

m2——蒸发皿(或称量瓶)烘干至恒重的质量,单位为克(g);

n ——试样稀释倍数;

V ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

试样中非糖固形物含量按式(6)计算:

$$X = X_1 - X_2 \qquad (6)$$

式中:

X——试样中非糖固形物的含量,单位为克每升(g/L);

 X_1 ——试样中固形物的含量,单位为克每升(g/L);

 X_2 ——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。

6.4.1.5 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%。

6.4.2 仪器法

6.4.2.1 原理

首先利用仪器测定黄酒试样的密度,之后依照酒精度测定方法测定蒸馏后馏出液密度,计算样品脱醇后的密度,仪器自动换算总固形物的含量,再从中减去总糖的含量,即得非糖固形物的含量。

6.4.2.2 试剂

同6.3.2.2。

6.4.2.3 仪器

同6.3.2.3。

6.4.2.4 分析步骤

选择酒精度快速测定仪的固形物测定模式,将提前放入20°C恒温水浴池中的黄酒试样注入酒精度快速测定仪测定其密度值 ρ_s ,之后将该试样依照6.3.2.4方法蒸馏定容后的待测液注入酒精度快速测定仪测定试样的密度值 ρ_e ,之后仪器自动换算在20°C时试样的酒精度值与总固形物的含量值,记录读数。

6.4.2.5 分析结果的表达

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,即得样品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。

6.4.2.6 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%。

6.5 pH

6.5.1 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。

6.5.2 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)。

6.5.3 分析步骤

- 6.5.3.1 按仪器使用说明书调试和校正酸度计。
- 6.5.3.2 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 ℃ ± 1 ℃,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 ℃时的 pH。所得结果表示至小数点后一位。

6.5.4 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1%。

6.6 总酸、氨基酸态氮

6.6.1 原理

氨基酸是两性化合物,分子中的氨基酸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。

6.6.2 试剂

- 6.6.2.1 甲醛溶液: 36%~38%(无缩合沉淀)。
- 6.6.2.2 无二氧化碳的水: 按 GB/T 603 制备。
- 6.6.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液(0.1 mol/L): 按 GB/T 601 配制和标定。
- 6.6.3 仪器
- 6.6.3.1 酸度计或自动电位滴定仪: 精度 0.01 pH。
- 6.6.3.2 磁力搅拌器。
- 6.6.3.3 分析天平: 感量 0.0001 g。

6.6.4 分析步骤

按仪器使用说明书调试和校正酸度计。

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(6.6.2.3)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_1)。加入甲醛溶液(6.6.2.1)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_2)。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_3 、 V_4)。

6.6.5 计算

试样中总酸含量按式(7)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_3) \times c \times 90}{V} \qquad (7)$$

式中:

X₁——试样中总酸的含量,单位为克每升(g/L);

 V_1 ——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_3 ——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);

c—— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位摩尔每升(mol/L);

90——乳酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

V——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

试样中氨基酸态氮含量按式(8)计算:

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_4) \times c \times 14}{V}$$
(8)

式中:

 X_2 ——试样中氨基酸态氮的含量,单位为克每升(g/L);

 V_2 ——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_4 ——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);

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位摩尔每升(mol/L);

14——氮的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

V——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至两位小数。

6.6.6 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5%。

6.7 氧化钙

6.7.1 第一法: 原子吸收分光光度法

6.7.1.1 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具有特征波长的光,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。

6.7.1.2 试剂

6.7.1.2.1 浓硝酸: 优级纯(GR)。

6.7.1.2.2 浓盐酸: 优级纯(GR)。

6.7.1.2.3 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。

6.7.1.2.4 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0.250 g, 用浓盐酸(6.7.1.2.2) 10 mL溶解后,移入1000 mL容量瓶中,用去离子水定容。

6.7.1.2.5 钙标准使用液:分别吸取钙标准贮备液(6.7.1.2.4)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(6.7.1.2.3)10 mL和浓硝酸(6.7.2.1)1 mL,用去离子水定容,此溶液每毫升分别相当于0.00 μ g、1.00 μ g、2.00 μ g、4.00 μ g、8.00 μ g钙。

6.7.1.3 仪器

- 6.7.1.3.1 原子吸收分光光度计。
- 6.7.1.3.2 高压釜: 50 mL, 带聚四氟乙烯内套。
- 6.7.1.3.3 电热干燥箱: 温控±1℃。
- 6.7.1.3.4 天平: 感量 0.0001 g。
- 6.7.1.4 分析步骤

6.7.1.4.1 试样的处理

准确吸取试样2 mL~5 mL(V_1)于 50 mL聚四氟乙烯内套的高压釜中,加入硝酸(6.7.1.2.1)4 mL,置于电热干燥箱(120°)内,加热消解4 h~6 h,冷却后转移至500 mL(V_2)容量瓶中,加氯化镧溶液(6.7.1.2.3)5 mL,用去离子水定容,摇匀。同时做空白试验。

6.7.1.4.2 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。

6.7.1.4.3 测定

将钙标准使用液(6.7.1.2.5)、试剂空白溶液和处理后的试样液(6.7.1.4.1)依次导入火焰中进行测定,记录其吸光度(A)。

6.7.1.4.4 绘制标准曲线

以标准溶液的钙含量($\mu g/mL$)与对应的吸光度(A)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(A_0),从标准工作曲线中查出该含量(或用回归方程计算)。

6.7.1.5 计算

试样中氧化钙的含量按式(9)计算:

$$X = \frac{(A - A_0) \times V_2 \times 1.4 \times 1000}{V_1 \times 1000 \times 1000} = \frac{(A - A_0) \times V_2 \times 1.4}{V_1 \times 1000}$$
(9)

式中:

X——试样中氧化钙的含量,单位为克每升(g/L);

A——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_0 ——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 ($\mu g/mL$);

 V_2 ——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;

V₁——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至一位小数。

6.7.1.6 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%。

6.7.2 第二法: 高锰酸钾滴定法

6.7.2.1 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。

- 6.7.2.2 试剂
- 6.7.2.2.1 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。
- 6.7.2.2.2 饱和草酸铵溶液。
- 6.7.2.2.3 浓盐酸。
- 6.7.2.2.4 氢氧化铵溶液(1+10): 1 体积氢氧化铵加入 10 体积的水,混匀。
- 6.7.2.2.5 硫酸溶液(1+3): 1 体积硫酸+3 体积水。
- 6.7.2.2.6 高猛酸钾标准溶液(0.01 mol/L): 按 GB/T 601 配制与标定。临用前, 准取稀释 10 倍。
- 6.7.2.3 仪器
- 6.7.2.3.1 电炉: 300 W~500 W。
- 6.7.2.3.2 滴定管: 50 mL。

6.7.2.4 分析步骤

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(6.7.2.2.1)3滴,盐酸(6.7.2.2.3)2 mL、饱和草酸铵溶液(6.7.2.2.2)30 mL,加热煮沸,搅拌,逐滴加入氢氧化铵溶液(6.7.2.2.4)直至试液变为黄色。

将上述烧杯置于约40℃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 (6.7.2.2.4) 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(6.7.2.2.5)25 mL,加热,保持60℃~80℃使沉淀完全溶解。用高锰酸钾标准溶液(6.7.2.2.6)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_1) 。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_0) 。

6.7.2.5 计算

试样中氧化钙的含量按式(10)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 56.1}{V_2 \times 2}$$
 (10)

式中:

X——试样中氧化钙的含量,单位为克每升(g/L);

 V_1 ——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_0 ——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);

- c——高锰酸钾标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 56.1——氧化钙的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_2 ——吸取试样的体积,单位为毫升(mL);
- 2——高猛酸价滴定草酸钙的摩尔比例系数。

所得结果表示至一位小数。

6.7.2.6 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%。

6.7.3 第三法: EDTA 滴定法

6.7.3.1 原理

用氢氧化钾溶液调整试验的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。

6.7.3.2 试剂

- 6.7.3.2.1 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-萘甲基]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。
- 6.7.3.2.2 氯化镁溶液(100 g/L): 称取氯化镁 100 g, 溶解于 1000 mL 水中。
- 6.7.3.2.3 盐酸羟胺溶液(10 g/L): 称取盐酸羟胺 10 g, 溶解于 1000 mL 水中。
- 6.7.3.2.4 三乙醇胺溶液(500 g/L): 称取三乙醇胺 500 g, 溶解于 1000 mL 水中。
- 6.7.3.2.5 硫化钠溶液(50 g/L): 称取硫化钠 50 g, 溶解于 1000 mL 水中。
- 6.7.3.2.6 氢氧化钾(5 mol/L): 称取氢氧化钾 280 g, 溶解于 1000 mL 水中。
- 6.7.3.2.7 氢氧化钾(1 mol/L): 吸取氢氧化钾溶液(6.7.3.2.6)20 mL, 用水定容至100 mL。
- 6.7.3.2.8 盐酸溶液(1+4): 1 体积的浓盐酸加入 4 体积的水。
- 6.7.3.2.9 钙标准溶液 (0.01 mol/L): 精确称取于 105℃烘干至恒重的基准级碳酸钙 1 g (精确至 0.0001 g) 于小烧杯中,加水 50 mL,用盐酸溶液 (6.7.3.2.8) 使之溶解,煮沸,冷却至室温。用氢氧化钾溶液 (6.7.3.2.7) 中和至 pH=6~8,用水定容至 1000 mL。
- 6.7.3.2.10 EDTA 溶液 (0.02 mol/L): 称取 EDTA (乙二胺四乙酸钠) 7.44 g 溶于 1000 mL 水中。

6.7.3.3 仪器

- 6.7.3.3.1 电热干燥箱: 105℃±2℃。
- 6.7.3.3.2 滴定管: 50 mL。

6.7.3.4 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(6.7.3.2.2)1 mL、盐酸羟胺溶液(6.7.3.2.3)1 mL、三乙醇胺溶液(6.7.3.2.4)0.5 mL、硫化钠溶液(6.7.3.2.5)0.5 mL、摇匀,加氢氧化钾溶液(6.7.3.2.6)5 mL,在准确加入EDTA溶液(6.7.3.2.10)

5~mL、钙指示剂(6.7.3.2.1)一小勺(约0.1~g),摇匀,用钙标准溶液(6.7.3.2.9)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_1)。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_0)。

6.7.3.5 计算

试验中氧化钙的含量按式(11)计算:

$$X = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times 56.1}{V}$$
 (11)

式中:

X——试样中氧化钙的含量,单位为克每升(g/L);

c——钙标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

 V_0 ——空白试验时,消耗钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

 V_1 ——测定试样时,消耗钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

56.1——氧化钙的摩尔质量分数,单位为克每摩尔(g/mol);

V——吸取试样的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至一位小数。

6.7.3.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值不得超过算术平均值的5%。

6.8 净含量

按JJF 1070检验。

7 检验规则

7.1 批次

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。

 样本批量范围/桶、袋、箱或坛
 样品数量/桶、袋、瓶或坛

 ≤1 200
 6

 1201-35 000
 9

 ≥35 001
 12

表10 抽样表

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、氧化钙、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. 5 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

A类不合格:食品安全要求、净含量、标签、感官要求、非糖固形物、酒精度、总酸。 B类不合格:氨基酸态氮、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 微生物指标如有一项不符合要求, 判整批产品为不合格。
- 7.5.3 其余指标如有一项(或两项)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 预包装产品标签按 GB 7718 和 GB 2758 规定执行,还应标明产品风格和含糖量(传统型黄酒可不标注产品风格)。
- 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卫生要求。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 产品应贮存于阴凉、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) 酒精度对照表