ICS 67.040
C 53

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.48—2003
代替 GB/T 5009.48—1996

蒸馏酒与配制酒卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of distilled wines and mixed wines

2003-08-11 发布
2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前　言

本标准代替 GB/T 5009.48—1996《蒸馏酒及配制酒卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.48—1996 相比主要修改如下：

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则　第 4 部分：化学分析方法》对原标准的结构和内容进行了修改；

——气相色谱法为甲醇和高级醇类测定第一法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、济南市卫生防疫站、广东省卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

蒸馏酒及配制酒卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了以含糖或淀粉的物质为原料，经糖化发酵蒸馏而制得的白酒及以发酵酒或蒸馏酒作酒基，经添加可食用的辅料制成的配制酒中各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于蒸馏酒和配制酒中各项卫生指标的分析。

甲醇的检出限为 0.02 g/100 mL。

杂醇油的检出限(以异戊醇和异丁醇计)为 0.03 g/100 mL。

锰的检出限为 0.50 mg/L。

蒸馏酒系指体积分数为 60 度以上的酒，如乙醇浓度不够 60 度时，各项测定结果应换算成 60 度时的含量。配制酒经蒸馏后测定乙醇浓度，低于 60 度时，各项测定结果也应换算成 60 度时的含量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 2757 蒸馏酒卫生标准

GB/T 5009.2 食品中相对密度的测定

GB/T 5009.11—2003 食品中总砷的测定

GB/T 5009.12 食品中铅的测定

GB/T 5009.35 食品中着色剂的测定

GB/T 5009.36—2003 粮食卫生标准的分析方法

GB/T 5009.90 食品中铁、镁、锰的测定

3 感官检查

3.1 量取 30 mL 试样，倒入 50 mL 清洁干燥无色玻璃烧杯中，观察其颜色，应透明，无沉淀或杂质。

3.2 尝其味应有该种酒特有的芳香味和滋味，不应有霉味、酸味、异味，应符合 GB 2757 的规定。

4 理化检验

4.1 乙醇浓度(比重计法)

4.1.1 原理

同 GB/T 5009.2 的原理。

4.1.2 仪器

酒精比重计。

4.1.3 分析步骤

吸取 100 mL 试样于 250 mL 或 500 mL 全玻璃蒸馏器中，加 50 mL 水，再加入玻璃珠数粒，蒸馏，用 100 mL 容量瓶收集馏出液 100 mL。

将蒸馏后的试样倒入量筒中，将洗净擦干的酒精计缓缓沉入量筒中，静止后再轻轻按下少许，待其上升静止后，从水平位置观察其与液面相交处的刻度，为乙醇浓度，同时测定温度，按测定的温度与浓度，查表 1，换算成温度为 20℃时的乙醇浓度(%体积分数)。

4.2 甲醇和高级醇类(气相色谱法)

4.2.1 原理

利用不同醇类在氢火焰中的化学电离进行检测,根据峰高与标准比较定量。

检出限:正丙醇、正丁醇 0.2 ng;异戊醇、正戊醇 0.15 ng;仲丁醇、异丁醇 0.22 ng。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 载体:GDX-102(60 目～80 目),气相色谱用。

4.2.2.2 甲醇:色谱纯。

4.2.2.3 正丙醇:色谱纯。

4.2.2.4 仲丁醇:色谱纯。

4.2.2.5 异丁醇:色谱纯。

4.2.2.6 正丁醇:色谱纯。

4.2.2.7 异戊醇:色谱纯。

4.2.2.8 乙酸乙酯:色谱纯。

4.2.2.9 无甲醇、无杂醇油乙醇:按 4.4.2.2 操作,并测其酒精度,取 0.5 μL 进样无杂峰出现即可。

4.2.2.10 标准溶液:分别准确称取甲醇、正丙醇、仲丁醇、异丁醇、正丁醇、异戊醇各 600 mg 及 800 mg 乙酸乙酯,以少量水洗入 100 mL 容量瓶中,并加水稀释至刻度,置冰箱保存。

4.2.2.11 标准使用液:吸取 10.0 mL 标准溶液于 100 mL 容量瓶中,加入一定量 4.2.2.9 处理后的乙醇定容后,控制乙醇含量在 60%,并加水稀释至刻度。此溶液贮于冰箱备用(或根据仪器灵敏度配制)。

4.2.3 仪器

4.2.3.1 气相色谱仪:具有氢火焰离子化检测器。

4.2.3.2 微量进样注射器:1 μL、50 μL。

4.2.4 分析步骤

4.2.4.1 色谱参考条件

4.2.4.1.1 色谱柱:长 2 m,内径 4 mm,玻璃柱或不锈钢柱。

4.2.4.1.2 固定相:GDX-102,60 目～80 目。

4.2.4.1.3 气化室温度:190℃。

4.2.4.1.4 检测器温度:190℃。

4.2.4.1.5 柱温:170℃。

4.2.4.1.6 载气(N_2)流速:40 mL/min。

4.2.4.1.7 氢气(H_2)流速:40 mL/min。

4.2.4.1.8 空气流速:450 mL/min。

4.2.4.1.9 进样量:0.5μL。

4.2.5 定性

以各组分保留时间定性。吸取标准使用液和样液各 0.50 μL,分别测得保留时间,试样与标准出峰时间对照而定性。

4.2.6 定量

进 0.5 μL 标准使用液,制得色谱图,分别量取各组分峰高。进 0.50 μL 试样,制得色谱图,分别量取峰高,与标准峰高比较计算。

4.2.7 结果计算

杂醇油以异丁醇、异戊醇总量计算见式(1)。

$$X = \frac{h_1 \times A \times V_1}{h_2 \times V_2 \times 1\,000} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——试样中某组分的含量，单位为克每百毫升(g/100 mL)；

A ——进样标准中某组分的含量，单位为毫克每毫升(mg/ mL)；

h_1 ——试样中某组分的峰高，单位为毫米(mm)；

h_2 ——标准中某组分的峰高，单位为毫米(mm)；

V_2 ——试样液进样量，单位为微升(μL)；

V_1 ——标准液进样量，单位为微升(μL)。

计算结果保留两位有效数字。

4.2.8 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不得超过算术平均值的20%。

4.3 甲醇

4.3.1 原理

甲醇经氧化成甲醛后，与品红亚硫酸作用生成蓝紫色化合物，与标准系列比较定量。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 高锰酸钾-磷酸溶液：称取3 g高锰酸钾，加入15 mL磷酸(85%)与70 mL水的混合液中，溶解后加水至100 mL。贮于棕色瓶内，防止氧化力下降，保存时间不宜过长。

4.3.2.2 草酸-硫酸溶液：称取5 g无水草酸($H_2C_2O_4$)或7 g含2分子结晶水的草酸($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$)，溶于硫酸(1+1)中至100 mL。

4.3.2.3 品红-亚硫酸溶液：称取0.1 g碱性品红研细后，分次加入共60 mL 80℃的水，边加入水边研磨使其溶解，用滴管吸取上层溶液滤于100 mL容量瓶中，冷却后加10 mL亚硫酸钠溶液(100 g/L)，1 mL盐酸，再加水至刻度，充分混匀，放置过夜。如溶液有颜色，可加少量活性炭搅拌后过滤，贮于棕色瓶中，置暗处保存，溶液呈红色时应弃去重新配制。

4.3.2.4 甲醇标准溶液：称取1.000 g甲醇，置于100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，此溶液每毫升相当于10.0 mg甲醇，置低温保存。

4.3.2.5 甲醇标准使用液：吸取10.0 mL甲醇标准溶液，置于100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度。再取25.0 mL稀释液置于50 mL容量瓶中，加水至刻度，该溶液每毫升相当于0.50 mg甲醇。

4.3.2.6 无甲醇的乙醇溶液：取0.3 mL按操作方法检查，不应显色。如显色需进行处理。取300 mL乙醇(95%)，加高锰酸钾少许，蒸馏，收集馏出液。在馏出液中加入硝酸银溶液(取1 g硝酸银溶于少量水中)和氢氧化钠溶液(取1.5g氢氧化钠溶于少量水中)，摇匀，取上清液蒸馏，弃去最初50 mL馏出液，收集中间馏出液约200 mL，用酒精比重计测其浓度，然后加水配成无甲醇的乙醇(体积分数为60%)。

4.3.2.7 亚硫酸钠溶液(100 g/L)。

4.3.3 仪器

分光光度计。

4.3.4 分析步骤

根据试样中乙醇浓度适当取样(乙醇浓度：30%，取1.0 mL；40%，取0.80 mL；50%，取0.60 mL；60%，取0.50 mL)，置于25 mL具塞比色管中。

着色或混浊的蒸馏酒和配制酒按4.1.3方法处理后再按上述取样体积取样。吸取0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL甲醇标准使用液(相当0、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 mg甲醇)分别置于25 mL具塞比色管中，并加入0.5 mL无甲醇的乙醇(体积分数为60%)。

于试样管及标准管中各加水至5 mL，再依次各加2 mL高锰酸钾-磷酸溶液，混匀，放置10 min，各加2 mL草酸-硫酸溶液，混匀使之褪色，再各加5 mL品红-亚硫酸溶液，混匀，于20℃以上静置0.5 h，用2 cm比色杯，以零管调节零点，于波长590 nm处测吸光度，绘制标准曲线比较，或与标准系列目测比较。

4.3.5 结果计算

试样中甲醇的含量按式(2)进行计算。

$$X=\frac{m}{V\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

X——试样中甲醇的含量，单位为克每百毫升(g/100mL)；

m——测定试样中甲醇的质量，单位为毫克(mg)；

V——试样体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

4.3.6 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：含量≥0.10 g/100 mL 为≤15%；含量<0.10 g/100 mL 为≤20%。

4.4 杂醇油

4.4.1 原理

杂醇油成分复杂，其中有正乙醇，正、异戊醇，正、异丁醇，丙醇等。本法测定标准以异戊醇和异丁醇表示，异戊醇和异丁醇在硫酸作用下生成戊烯和丁烯，再与对二甲胺基苯甲醛作用显橙黄色，与标准系列比较定量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 对二甲胺基苯甲醛-硫酸溶液(5 g/L)：取 0.5 g 对二甲胺基苯甲醛，加硫酸溶解至 100 mL。

4.4.2.2 无杂醇油的乙醇：取 0.1 mL 按分析步骤检查不显色，如显色需进行处理。取 4.3.2.6 中间馏出液，加 0.25 g 盐酸间苯二胺，加热回流 2 h，用分馏柱控制沸点进行蒸馏，收集中间馏出液 100 mL。再取 0.1 mL 按分析步骤测定不显色即可。

4.4.2.3 杂醇油标准溶液：准确称取 0.080 g 异戊醇和 0.020g 异丁醇于 100 mL 容量瓶中，加无杂醇油乙醇 50 mL，再加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1 mg 杂醇油，置低温保存。

4.4.2.4 杂醇油标准使用液：吸取杂醇油标准溶液 5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 0.10 mg 杂醇油。

4.4.3 仪器

分光光度计。

4.4.4 分析步骤

吸取 1.0 mL 试样于 10 mL 容量瓶中，加水至刻度，混匀后，吸取 0.30 mL，置于 10 mL 比色管中。含糖着色、沉淀、混浊的蒸馏酒和配制酒应按 4.1.3 项操作，取其蒸馏液作为试样。

吸取 0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50 mL 杂醇油标准使用液(相当 0、0.010、0.020、0.030、0.040、0.050 mg杂醇油)，置于 10 mL 比色管中。

于试样管及标准管中各准确加水至 1 mL，摇匀，放入冷水中冷却，沿管壁加入 2 mL 对二甲胺基苯甲醛-硫酸溶液(5 g/L)，使其沉至管底，再将各管同时摇匀，放入沸水浴中加热 15 min 后取出，立即放入冰浴中冷却，并立即各加 2 mL 水，混匀，冷却。10 min 后用 1 cm 比色杯以零管调节零点，于波长 520 nm 处测吸光度，绘制标准曲线比较，或与标准色列目测比较定量。

4.4.5 结果计算

试样中杂醇油的含量按式(3)进行计算。

$$X=\frac{m}{V_2\times V_1/10\times 1\,000}\times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：

X——试样中杂醇油的含量，g/100 mL；

m——测定试样稀释液中杂醇油的质量，mg；

V_2——试样体积，单位为毫升(mL)；

V_1——测定用试样稀释体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

4.4.6 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算术平均值的10%。

4.5 铅

按GB/T 5009.12操作。

4.6 锰

4.6.1 原子吸收光谱法

按GB/T 5009.90操作。

4.6.2 比色法

4.6.2.1 原理

试样经消化后在酸性条件下二价锰被过碘酸钾氧化成七价锰呈紫红色，与标准比较定量。

4.6.2.2 试剂

4.6.2.2.1 硫酸。

4.6.2.2.2 磷酸。

4.6.2.2.3 过碘酸钾。

4.6.2.2.4 硝酸。

4.6.2.2.5 锰标准溶液：精密称取0.274 6 g经400℃～700℃灼烧至恒量的硫酸锰，或精密称取0.307 3 g含一分子水的硫酸锰($MnSO_4 \cdot H_2O$)，或0.405 5 g含四分子水的硫酸锰($MnSO_4 \cdot 4H_2O$)，加水溶解后移入100 mL容量瓶中，加入3滴硫酸，再加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于1.0 mg锰。

4.6.2.2.6 锰标准使用液：吸取1.0 mL锰标准溶液，置于100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，再吸取此液10.0 mL用水稀释至50.0 mL，此溶液每毫升相当于2.0 μg锰。临用前配制。

4.6.2.3 仪器

分光光度计。

4.6.2.4 分析步骤

4.6.2.4.1 试样消化：按GB/T 5009.11—2003中5.1.14操作。

4.6.2.4.2 测定：吸取10.0 mL试样消化液(相当原试样4 mL)于100 mL锥形瓶中，加水至总体积为22 mL，混匀(试样消化液中含2 mL硫酸液量，如不足2 mL，应加到2 mL)。

吸取0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL锰标准使用液(相当0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 μg锰)，分别置于100 mL锥形瓶中，加水至总体积20 mL，再加2 mL硫酸，混匀。

于试样及标准液锥形瓶中分别加入1.5 mL磷酸，及0.3 g过碘酸钾，混匀。于小火上煮沸5 min，然后移入25 mL比色管中，以少量水洗涤锥形瓶，洗液一并移入比色管中，加水至刻度，混匀，用3 cm比色杯，以标准零管调节零点，于波长530 nm处测吸光度，绘制标准曲线比较，或与标准系列目测比较定量。

4.6.2.5 结果计算

试样中锰的含量按式(4)进行计算。

$$X = \frac{m \times 1\,000}{V_1 \times V_3 / V_2 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：

X——试样中锰的含量，单位为毫克每升(mg/L)；

m——测定试样消化液中锰的质量，单位为微克(μg)；

V_1 ——试样体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试样消化液总体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——测定用消化液体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

4.6.2.6 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10%。

4.7 氰化物

4.7.1 原理、试剂、仪器

同GB/T 5009.36—2003的4.4.2.1～4.4.2.3。

4.7.2 分析步骤

4.7.2.1 吸取1.0 mL试样于10 mL具塞比色管中，加氢氧化钠溶液(2 g/L)至5 mL，放置10min。

4.7.2.2 若酒样混浊或有色，取25 mL试样于250 mL全玻璃蒸馏器中，加5 mL氢氧化钠溶液(2 g/L)，碱解10 min，加饱和酒石酸溶液使呈酸性，进行水蒸气蒸馏，以10 mL氢氧化钠溶液(2 g/L)吸收，收集至50 mL，取2 mL馏出液于10 mL具塞比色管中，加氢氧化钠溶液(2 g/L)至5 mL。

4.7.2.3 分别吸取0、0.5、1.0、1.5、2.0 mL氰化物标准使用液(相当0、0.5、1.0、1.5、2.0 μg氢氰酸)于10 mL具塞比色管中，加氢氧化钠溶液(2 g/L)至5 mL。

4.7.2.4 于试样及标准管中分别加入2滴酚酞指示剂，然后加入乙酸(1+6)调至红色褪去，后用氢氧化钠溶液(2 g/L)调至近红色，然后加2 mL磷酸盐缓冲溶液(如果室温低于20℃即放入25℃～30℃水浴中10min)，再加入0.2 mL氯胺T溶液(10 g/L)，摇匀放置3 min，加入2 mL异烟酸-吡唑啉酮溶液，加水稀释至刻度，摇匀，在25℃～30℃放置30 min，取出用1 cm比色杯以零管调节零点，于波长638nm处测吸光度，绘制标准曲线比较。

4.7.3 结果计算

按4.7.2.1操作，计算公式见式(5)。

$$X = \frac{m \times 1\,000}{V \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：

X ——试样中氰化物的含量(按氢氰酸计)，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——测定用试样中氢氰酸的质量，单位为微克(μg)；

V ——试样体积，单位为毫升(mL)。

按4.7.2.2操作，计算公式见式(6)。

$$X = \frac{m \times 1\,000}{V \times 2/50 \times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中：

X ——试样中氰化物的含量(按氢氰酸计)，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——测定用试样馏出液中氢氰酸质量，单位为微克(μg)；

V ——试样体积，单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

4.7.4 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%。

4.8 着色剂

按GB/T 5009.35操作。