

CS 67.160.10
X 61



中华人民共和国国家标准

GB/T 13662—2008
代替 GB/T 13662—2000

文件编号: GDLT-S-47

黄
酒



Chinese rice wine

2008-06-25 发布

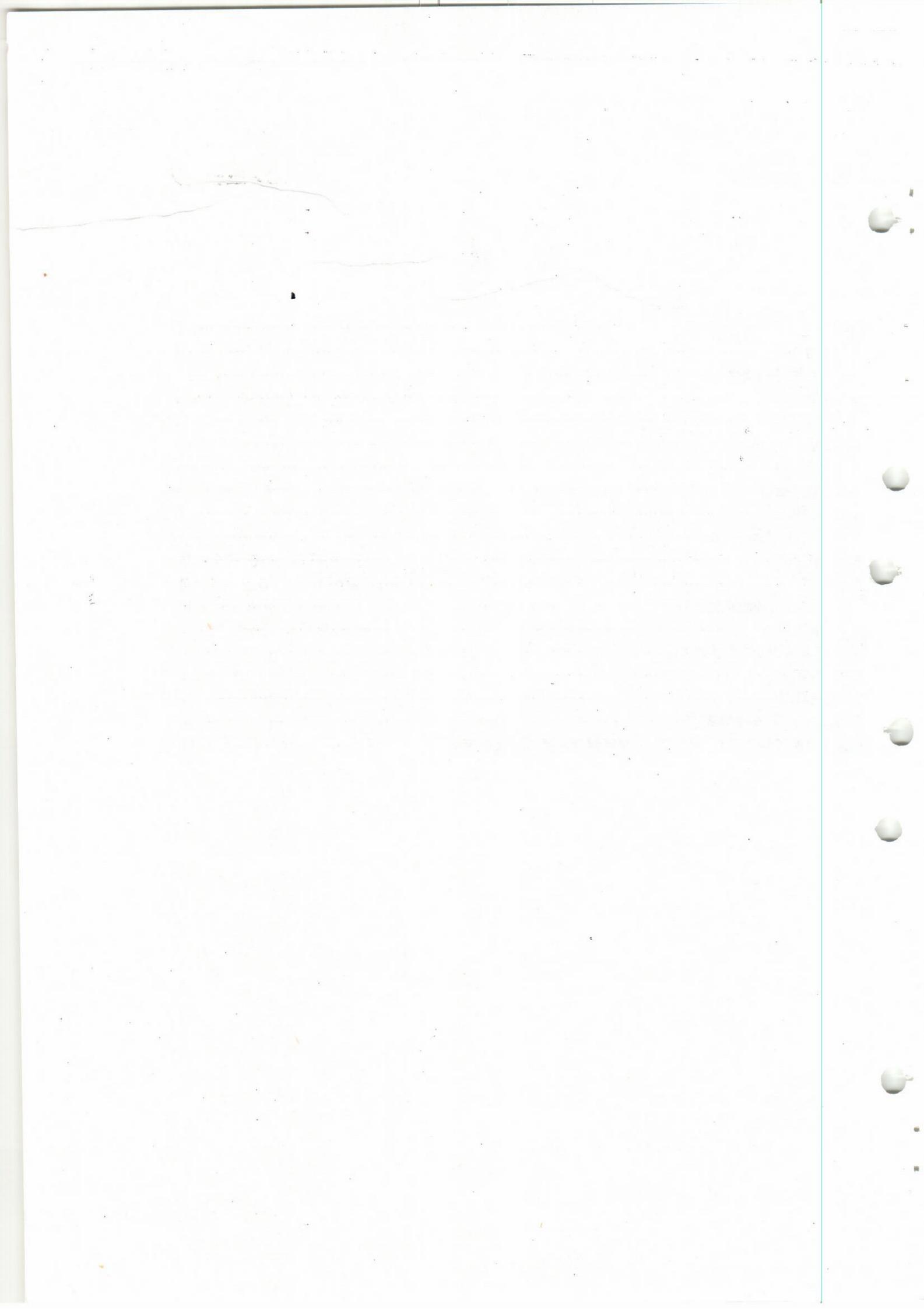
2009-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会发布



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 产品分类	2
5 要求	2
6 分析方法	6
6.1 感官检查	6
6.2 总糖	6
6.3 非糖固形物	9
6.4 酒精度	10
6.5 pH	10
6.6 总酸、氨基酸态氮	10
6.7 氧化钙	11
6.8 β-苯乙醇(气相色谱法)	14
6.9 净含量	16
7 检验规则	16
8 标志、包装、运输和贮存	16
附录 A (规范性附录) 温度 20 ℃时酒精计浓度与温度换算表	18



前　　言

本标准代替 GB/T 13662—2000《黄酒》。

本标准与 GB/T 13662—2000 相比主要变化如下：

- 对定义进行了适当地修改；
- 参考了 QB/T 2746—2005《清爽型黄酒》，并将其主要内容纳入本标准中；自本标准实施之日起，QB/T 2746—2005 自行废止；
- 分类中增加了按产品风格为类；
- 非稻米黄酒增加了分级，分为优级和一级；
- 理化指标作了相应的调整。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会酿酒分技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国食品发酵工业研究院、浙江省轻工业研究所、浙江古越龙山绍兴酒股份有限公司、上海金枫酿酒有限公司、会稽山绍兴酒股份有限公司、江苏张家港酿酒有限公司、无锡振太酒业有限公司、山东即墨妙府老酒有限公司。

本标准主要起草人：郭新光、许荣年、胡志明、袁军川、陈宝良、黄庭明、朱志铭、于秦峰、张蔚、鲍忠定、邹慧君、毛严根、俞关松、范洪、边文刚。

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。

1947.1.2

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/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 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB 2758 发酵酒卫生标准

GB 2760 食品添加剂使用卫生标准

GB/T 6543 运输包装用单瓦楞纸箱和双瓦楞纸箱

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3639:1987)

GB 8817 食品添加剂 焦糖色(亚硫酸铵法、氨法、普通法)

GB 10344 预包装饮料酒标签通则

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标准。

3.1

黄酒 Chinese rice wine

老酒

以稻米、黍米等为主要原料，经加曲、酵母等糖化发酵剂酿制而成的发酵酒。

3.2

酒龄 age of Chinese rice wine

发酵后的成品原酒在酒坛、酒罐等容器中贮存的年限。

3.3

标注酒龄 marking age

销售包装标签上标注的酒龄，以勾兑酒的酒龄加权平均计算，且其中所标注酒龄的基酒不低于50%。

3.4

聚集物 aggregate

成品酒在贮存过程中自然产生的沉淀(或沉降)物。

3.5

传统型黄酒 traditional type Chinese rice wine

以稻米、黍米、玉米、小米、小麦等为主要原料，经蒸煮、加酒曲、糖化、发酵、压榨、过滤、煎酒(除菌)、

贮存、勾兑而成的黄酒。

3.6

清爽型黄酒 qingshuang type Chinese rice wine

以稻米、黍米、玉米、小米、小麦等为主要原料,加入酒曲(或部分酶制剂和酵母)为糖化发酵剂,经蒸煮、糖化、发酵、压榨、过滤、煎酒(除菌)、贮存、勾兑而成的、口味清爽的黄酒。

3.7

特型黄酒 special type Chinese rice wine

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。

4 产品分类

4.1 按产品风格分

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

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 8817 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
外观	干黄酒、半干黄酒、半甜黄酒、甜黄酒	橙黄色至深褐色,清亮透明,有光泽;允许瓶(坛)底有微量聚集物		橙黄色至深褐色,清亮透明,允许瓶(坛)底有少量聚集物
香气	干黄酒、半干黄酒、半甜黄酒、甜黄酒	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,无异香
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
风格	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
	干黄酒、半干黄酒、半甜黄酒、甜黄酒	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

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	橙黄色至黄褐色,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	具有本类黄酒特有的清雅醇香,无异味	
	半干黄酒		
	半甜黄酒		
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

特型黄酒感官的基本要求应符合 5.1.1 或 5.1.2 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	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					
非糖固体物/(g/L) ≥	20.0	16.5	13.5	20.0	16.5					
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) ≥	0.50	0.40	0.30	0.20						
pH	3.5~4.6									
氧化钙/(g/L) ≤	1.0									
β-苯乙醇/(mg/L) ≥	60.0			—						
注 1: 稻米黄酒: 酒精度低于 14%vol 时, 非糖固体物、氨基酸态氮、β-苯乙醇的值, 按 14%vol 折算。非稻米黄酒: 酒精度低于 11%vol 时, 非糖固体物、氨基酸态氮的值按 11%vol 折算。										
注 2: 采用福建红曲工艺生产的黄酒, 氧化钙指标值可以≤4.0 g/L。										
注 3: 酒精度标签标示值与实测值之差为±1.0。										

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) ≥	27.5	23.0	18.5	22.0	18.5		
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) ≥	0.60	0.50	0.40	0.25			
pH	3.5~4.6						
氧化钙/(g/L) ≤	1.0						
β-苯乙醇/(mg/L) ≥	80.0			—			
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						
非糖固形物/(g/L) ≥	27.5	23.0	18.5	23.0	18.5		
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) ≥	0.50	0.40	0.30	0.20			
pH	3.5~4.6						
氧化钙/(g/L) ≤	1.0						
β-苯乙醇/(mg/L) ≥	60.0			—			
注: 同表 3.							

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	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				
非糖固形物/(g/L) ≥	23.0	20.0	16.5	20.0	16.5
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) ≥	0.40	0.35	0.30	0.20	
pH	3.5~4.8				

表 6 (续)

项 目	稻米黄酒			非稻米黄酒	
	优级	一级	二级	优级	一级
氧化钙/(g/L) ≤	1.0				
β-苯乙醇/(mg/L) ≥	40.0			—	

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			
非糖固体物/(g/L) ≥	7.0			
酒精度(20 °C)/(%vol)	8.0~15.0			
pH	3.5~4.6			
总酸(以乳酸计)/(g/L)	2.5~7.0			
氨基酸态氮/(g/L) ≥	0.30		0.20	
氧化钙/(g/L) ≤	0.5			
β-苯乙醇/(mg/L) ≥	35.0			

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			
非糖固体物/(g/L) ≥	15.0	12.0	15.0	12.0
酒精度(20 °C)/(%vol)	8.0~16.0			
pH	3.5~4.6			
总酸(以乳酸计)/(g/L)	2.5~7.0			
氨基酸态氮/(g/L) ≥	0.50	0.30	0.25	
氧化钙/(g/L) ≤	0.5			
β-苯乙醇/(mg/L) ≥	35.0			

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			
非糖固体物/(g/L)	≥	10.0	8.0	10.0
酒精度(20 ℃)/(% vol)	8.0~16.0			8.0
pH	3.5~4.6			
总酸(以乳酸计)/(g/L)	3.8~8.0			
氨基酸态氮/(g/L)	≥	0.40	0.30	0.20
氧化钙/(g/L)	≤	0.5		
β-苯乙醇/(mg/L)	≥	30.0		
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,不应低于本标准相应产品类型表3~表9中的最低级别要求。

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 卫生要求

应符合 GB 2758 的规定。

6 分析方法

本标准中所用的水,在未注明其他要求时,应符合 GB/T 6682 的规格。所用试剂,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 ℃~25 ℃。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,再嗅闻香气。依据上述程序,判断是原料香或有其他异香,写出评语。

饮用少量酒样(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

费林溶液与还原糖共沸，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($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)69.28 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)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 费林溶液的标定

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，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刚好消失为终点，并记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积(V₁)。全部滴定操作应在3 min内完成。

费林甲、乙液各5 mL相当于葡萄糖的质量按式(1)计算：

$$m_1 = \frac{m \times V_1}{1000} \quad (1)$$

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：

式中：

X —试样中总糖的含量,单位为克每升(%)

m_1 ——费林甲、乙液各 5 mL 相当于葡萄糖的量, mg。

V_1 —滴定用时消耗试样稀释液的体积, mL。

V_1 —滴定时消耗试样稀释液的体积, 单位:

V_3 —吸取试样的体积,单位同上。

6.2.1.2 换向器

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：亚铁氯化钾滴定法

适用于干黄酒和半干黄酒。

6.2.2.1 原理

斐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，并与溶液中的亚铁氯化钾络合而呈黄色。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($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)15.0 g 及次甲基蓝0.05 g，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 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。

6.2.2.3 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0.0001 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 0.0001 g。

6.2.2.3.2 分析天平: 感量 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、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 试样的测定

- 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 63 °C~70 °C 水浴中加热水解 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, 摆匀, 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, 摆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、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), 摆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,滴入的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:

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

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的5%。

6.3 非糖固形物

6.3.1 原理

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

6.3.2 仪器

6.3.2.1 天平:感量0.0001 g。

6.3.2.2 电热干燥箱:温控±1℃。

6.3.2.3 干燥器:内装盛有效干燥剂。

6.3.3 分析步骤

吸取试样5 mL(干、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50 mm、高30 mm称量瓶)中,放入103℃±2℃电热干燥箱中烘干4 h,取出称量。

6.3.4 计算

试样中总固形物含量按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times n}{V} \times 1000 \quad (4)$$

式中:

X_1 ——试样中总固形物的含量,单位为克每升(g/L);

m_1 ——蒸发皿(或称量瓶)和试样烘干至恒重的质量,单位为克(g);

m_2 ——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(5)计算:

$$X = X_1 - X_2 \quad (5)$$

式中:

X——试样中非糖固形物的含量,单位为克每升(g/L);

X_1 ——试样中总固形物的含量,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。

6.3.5 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 5%。

6.4 酒精度

6.4.1 原理

试样经过蒸馏，用酒精计测定馏出液中酒精的含量。

6.4.2 仪器

6.4.2.1 电炉：500 W～800 W。

6.4.2.2 冷凝管：玻璃，直形。

6.4.2.3 酒精计：标准温度 20 ℃，分度值为 0.2。

6.4.2.4 水银温度计：50 ℃，分度值为 0.1 ℃。

6.4.2.5 量筒：100 mL。

6.4.3 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 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。

6.4.4 计算

所得结果表示至一位小数。

6.4.5 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 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 用水冲洗电极，再用试液洗涤电极两次，用滤纸吸干电极外面附着的液珠，调整试液温度至 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。

6.7.1.2.2 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(GR)0.250 g,用浓盐酸(6.7.1.2.2)10 mL溶解后,移入1 000 mL容量瓶中,用去离子水定容。

6.7.1.2.5 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,各加氯化镧溶液(6.7.1.2.3)10 mL和浓硝酸(6.7.1.2.1)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。

6.7.1.3 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0.000 1 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(μg/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钙含量(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(8)计算:

$$X = \frac{(A - A_0) \times V_2 \times 1.4 \times 1000}{V_1 \times 1000 \times 1000} = \frac{(A - A_0) \times V_2 \times 1.4}{V_1 \times 1000} \quad \dots\dots\dots (8)$$

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(μg/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;

V_1 ——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 高锰酸钾标准溶液(0.01 mol/L):按 GB/T 601 配制与标定。临用前,准确稀释 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

准确吸取试样 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(9)计算:

$$X = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.028}{V_2} \times 1000 \quad \text{----- (9)}$$

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);

0.028—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)。

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。

6.7.3.2 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-萘甲酸]指示剂和干燥研细的氯化钠 100 g 于研钵中,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 1 000 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 1 000 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 1 000 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 1 000 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 1 000 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 1 000 mL。
- 6.7.3.2.10 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。

6.7.3.3 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,再准确加入 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

试样中氧化钙的含量按式(10)计算:

$$X = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times 0.056 1}{V} \times 1 000 \quad (10)$$

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,单位为克每升(g/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);

0.056 1—1 mmol 氧化钙的质量,单位为克(g);

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差值不得超过算术平均值的 5%。

6.8 β-苯乙醇(气相色谱法)

6.8.1 原理

试样被气化后,随同载气进入色谱柱。利用被测各组分在气、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。分离后的组分先后流出色谱柱,进入氢火焰检测器中被检测,依据色谱图各组分的保留值与标样作对照定性;利用峰面积,按内标法定量。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 乙醇溶液(15% vol):吸取 15 mL 乙醇(色谱纯),加水稀释至 100 mL,摇匀。

6.8.2.2 β-苯乙醇标准溶液(2% vol):吸取 β-苯乙醇(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(6.8.2.1)定容至 100 mL。

6.8.2.3 2-乙基正丁酸内标溶液(2% vol):吸取 2-乙基正丁酸(色谱纯)2 mL,用乙醇溶液(6.8.2.1)定容至 100 mL。

容至 100 mL。

6.8.3 仪器

6.8.3.1 气相色谱仪,配用氢火焰离子化检测器(FID)。

6.8.3.2 微量注射器,2 μL。

6.8.3.3 毛细管色谱柱:PEG 20M,柱长 25 m~30 m,内径 0.32 mm,或同等分析效果的其他色谱柱。

6.8.4 色谱条件

载气:高纯氮。

汽化室温度:230 °C。

检测器温度:250 °C。

柱温(PEG20M毛细管色谱柱):在 50 °C恒温 2 min 后,以 5 °C/min 的升温速度至 200 °C,继续恒温 10 min,

载气、氢气、空气的流速:随仪器而异,应通过试验选择最佳操作流速,使 β-苯乙醇、内标峰与酒样中其他组分峰获得完全分离。

6.8.5 标样 *f* 值的测定

吸取 β-苯乙醇标准溶液(6.8.2.2)1 mL,移入 100 mL 容量瓶中,加入的内标溶液(6.8.2.3)1 mL,用乙醇溶液(6.8.2.1)定容。此溶液中 β-苯乙醇和内标的浓度均为 0.02% vol。

开启仪器,待色谱仪基线稳定后,用微量注射器进样(进样量随仪器的灵敏度而定),记录 β-苯乙醇峰和内标的保留时间及其峰面积。

β-苯乙醇的相对校正因子 *f* 值按式(11)计算:

$$f = \frac{A_1}{A_2} \times \frac{d_2}{d_1} \quad (11)$$

式中:

f—β-苯乙醇的相对校正因子;

*A*₁—测定标样 *f* 值时,内标的峰面积;

*A*₂—测定标样 *f* 值时,β-苯乙醇的峰面积;

*d*₂—β-苯乙醇的相对密度;

*d*₁—内标物的相对密度。

6.8.6 试样的测定

取试样约 8 mL 于 10 mL 容量瓶中,加入内标溶液(6.8.2.3)0.1 mL,用试样定容。混匀后,在与测定 *f* 值相同的条件下进样。依据保留时间确定 β-苯乙醇和内标色谱峰的位置,并测定其面积,计算出试样中 β-苯乙醇的含量。

6.8.7 计算

试样中 β-苯乙醇的含量按式(12)计算:

$$X = f \times \frac{A_3}{A_4} \times c \quad (12)$$

式中:

X—试样中 β-苯乙醇的含量,单位为毫克每升(mg/L);

*A*₃—试样中 β-苯乙醇的峰面积;

*A*₄—添加于试样中内标的峰面积;

c—试样中添加内标的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

所得结果表示至一位小数。

附录 (规范性)

表 A.1 温度 20 °C 时酒精计浓度与温度换算表(酒

溶液温度/℃	酒精计示值/									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
5	2.0	3.0	4.0	5.1	6.2	7.3	8.4	9.6	10.7	11.8
6	2.0	3.0	4.0	5.1	6.2	7.3	8.4	9.5	10.6	11.8
7	1.9	3.0	4.0	5.1	6.1	7.2	8.4	9.5	10.6	11.7
8	1.9	2.9	4.0	5.0	6.1	7.2	8.3	9.4	10.5	11.6
9	1.9	2.9	4.0	5.0	6.0	7.1	8.2	9.3	10.4	11.5
10	1.8	2.9	3.9	5.0	6.0	7.1	8.2	9.3	10.3	11.4
11	1.8	2.8	3.9	4.9	6.0	7.0	8.1	9.2	10.2	11.3
12	1.7	2.8	3.8	4.8	5.9	6.9	8.0	9.1	10.1	11.2
13	1.7	2.7	3.7	4.8	5.8	6.8	7.9	9.0	10.0	11.1
14	1.6	2.6	3.6	4.7	5.7	6.7	7.8	8.9	9.9	11.0
15	1.5	2.5	3.5	4.6	5.6	6.6	7.7	8.8	9.8	10.8
16	1.4	2.4	3.4	4.5	5.5	6.5	7.6	8.6	9.6	10.7
17	1.3	2.3	3.3	4.4	5.4	6.4	7.4	8.5	9.5	10.5
18	1.2	2.2	3.2	4.2	5.3	6.3	7.3	8.3	9.3	10.4
19	1.1	2.1	3.1	4.1	5.1	6.1	7.2	8.2	9.2	10.2
20	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	8.0	9.0	10.0
21	0.9	1.9	2.9	3.9	4.8	5.8	6.8	7.8	8.8	9.8
22	0.7	1.7	2.7	3.7	4.7	5.7	6.7	7.7	8.6	9.6
23	0.6	1.6	2.6	3.6	4.6	5.5	6.5	7.5	8.4	9.4
24	0.4	1.4	2.4	3.4	4.4	5.4	6.3	7.3	8.3	9.2
25	0.3	1.3	2.3	3.2	4.2	5.2	6.2	7.1	8.1	9.0
26	0.1	1.1	2.1	3.1	4.0	5.0	6.0	6.9	7.9	8.8
27	0.0	1.0	1.9	2.9	3.9	4.8	5.8	6.7	7.7	8.6
28	—	0.8	1.8	2.7	3.7	4.6	5.6	6.5	7.5	8.4
29	—	0.6	1.6	2.5	3.5	4.4	5.4	6.3	7.2	8.2
30	—	0.4	1.4	2.4	3.3	4.2	5.2	6.1	7.0	7.9
31	—	0.2	1.2	2.2	3.1	4.1	5.1	6.0	7.0	7.9

A

附录)

浓度与温度换算表

精度范围 1%vol~21%vol, 间隔 1%vol)

(%vol)										
11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21
13.0	14.3	15.6	16.8	18.2	19.5	20.9	22.2	23.4	24.7	26.0
13.0	14.2	15.4	16.7	18.0	19.3	20.6	21.9	23.2	24.4	25.6
12.9	14.1	15.3	16.5	17.8	19.1	20.4	21.6	22.8	24.1	25.3
12.8	14.0	15.2	16.4	17.6	18.9	20.1	21.3	22.6	23.8	24.9
12.7	13.8	15.0	16.2	17.4	18.6	19.9	21.1	22.3	23.4	24.6
12.6	13.7	14.9	16.0	17.2	18.4	19.6	20.8	22.0	23.1	24.3
12.4	13.6	14.7	15.8	17.0	18.2	19.4	20.5	21.7	22.8	23.9
12.3	13.4	14.5	15.7	16.8	18.0	19.1	20.2	21.4	22.5	23.6
12.2	13.2	14.4	15.5	16.6	17.7	18.8	20.0	21.1	22.2	23.3
12.0	13.1	14.2	15.3	16.4	17.5	18.6	19.7	20.8	21.9	23.0
11.9	12.9	14.0	15.1	16.2	17.2	18.3	19.4	20.5	21.6	22.6
11.7	12.8	13.8	14.9	15.9	17.0	18.1	19.2	20.2	21.2	22.3
11.5	12.6	13.6	14.7	15.7	16.8	17.8	18.9	19.8	20.9	22.0
11.4	12.4	13.4	14.4	15.5	16.5	17.6	18.6	19.6	20.6	21.6
11.2	12.2	13.2	14.2	15.2	16.3	17.3	18.3	19.3	20.3	21.3
11.0	12.0	13.0	14.0	15.0	16.0	17.0	18.0	19.0	20.0	21.0
10.8	11.8	12.8	13.8	14.8	15.7	16.7	17.7	18.7	19.7	20.7
10.6	11.6	12.6	13.6	14.5	15.5	16.5	17.4	18.4	19.4	20.4
10.4	11.4	12.3	13.3	14.3	15.2	16.2	17.1	18.1	19.0	20.0
10.2	11.2	12.1	13.1	14.0	15.0	15.9	16.9	17.8	18.7	19.7
10.0	10.9	11.9	12.8	13.8	14.7	15.6	16.6	17.5	18.4	19.4
9.8	10.7	11.7	12.6	13.5	14.4	15.4	16.3	17.2	18.1	19.0
9.5	10.5	11.4	12.3	13.2	14.2	15.1	16.0	16.9	17.8	18.7
9.3	10.3	11.2	12.1	13.0	13.9	14.8	15.7	16.6	17.5	18.4
9.1	10.0	10.9	11.8	12.7	13.6	14.5	15.4	16.3	17.2	18.0
8.9	9.8	10.7	11.6	12.5	13.4	14.2	15.1	16.0	16.8	17.7
8.7	9.6	10.5	11.4	12.2	13.1	13.9	14.8	15.7	16.5	17.4

中华人民共和国

国家标准

黄 酒

GB/T 13662—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

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 1.5 字数 41 千字

2008 年 9 月第一版 2008 年 9 月第一次印刷

*

书号：155066 · 1-33660

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)68533533

