ICS 13.030.40
CCS J88

团　　体　　标　　准

T/QGCML XXXX—XXXX

老陈醋生产过程理化指标检验方法

Test methods for physical and chemical indexes of aged vinegar production process

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

全国城市工业品贸易中心联合会　　发 布

目　　次

1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　术语和定义 1
4　总则 2
5　原辅料理化指标测定方法 2
6　酒醪测定方法 3
7　醋醅、熏醅理化指标的测定方法 7
8　新醋、老陈醋理化指标的测定方法 9

老陈醋生产过程理化指标检验方法

1 范围

本文件规定了老陈醋生产过程理化指标检验方法的术语和定义、设备参数要求、处理流程要求、控制指标要求。

本文件适用于老陈醋生产过程中理化指标的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定
GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定
GB 5009.9 食品安全国家标准 食品中淀粉的测定
GB 5009.22 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定
GB 5009.44 食品安全国家标准 食品中氯化物的测定
GB/T 5494 粮油检验 粮食、油料的杂质、不完善粒检验
GB/T 5498 粮油检验 容重测定
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB 12456 食品安全国家标准 食品中总酸的测定
GB/T 13662 黄酒
GB/T 18186 酿造酱油
GB/T 18187 酿造食醋
GB/T 19777 地理标志产品 山西老陈醋
QB/T 4257 酿酒大曲通用分析方法
QB/T 4258 酿酒大曲术语

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

老陈醋 aged vinegar

以高粱为主要原料，以大麦、豌豆所制作的大曲为主要糖化发酵剂，大曲用量不得少于30%，添加或不添加麸曲；经酒精发酵、固态醋酸发酵，再经熏醅、淋醋、陈酿等工艺加工而成的食醋。

3.2

大曲 Daqu，Daqu Starter

酿制酒醪用的糖化发酵剂。以小麦（或大麦、豌豆、高粱等）为主要原料，经自然培菌、发酵、储存而成的，富含多菌群多酶系、具有产酒和生香功能的块状制品。

[来源：QB/T 4258 3.1.1 有改动]

3.3

酒醪 wine mash

蒸煮后的高粱经酵母菌把可发酵糖转化为酒精和二氧化碳后呈流动状态的物料。

3.4

醅醅 Cupei

酒醪中拌入多量辅料和疏松剂，呈固态的物料。

3.5

熏醅 baked Cupei

发酵结束的醅醅，经一定时间和温度加热后，颜色变成深褐色的醅醅。

3.6

新醋 original vinegar

熏醅结束后，经过淋醋，储存于容器中的醋。

4 总则

4.1 本文件所采用的的名词的术语、计量单位应符合国家相关标准的规定。

4.2 本文件中的“仪器”为分析中所必备的仪器，一般实验室常用仪器、设备等不逐项列出。

4.3 本文件中所用的水，在未注明其他要求时，应符合 GB/T 6682 中三级以上（含三级）水的规格。所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯。

4.4 本文件中的“溶液”，除另有说明外，均指水溶液。

5 原辅料理化指标测定方法

5.1 高粱理化指标测定方法

5.1.1 水分

按GB 5009.3中规定的方法测定。

5.1.2 杂质、不完善粒检验

按GB/T 5494中规定的方法测定。

5.1.3 容重检验

按GB/T 5498中规定的方法测定，辅助筛层改为4.5mm圆孔筛。

5.1.4 淀粉

按GB 5009.9中规定的方法测定。

5.1.5 脂肪

按GB 5009.6中规定的方法测定。

5.1.6 蛋白质

按GB 5009.5中规定的方法测定。

5.1.7 黄曲霉毒素 B1 测定

按GB 5009.22中规定的方法测定。

5.2 麸皮

5.2.1 水分

按GB 5009.3中规定的方法测定。

5.2.2 淀粉

按GB 5009.9中规定的方法测定。

5.3 大曲

按QB/T 4257中规定的方法测定。

6 酒醪测定方法

6.1 酒精度

6.1.1 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。

6.1.2 仪器和设备

—— 分析天平：感量 0.0001g；
—— 全玻璃蒸馏器：500mL；
—— 蛇形冷凝管；
—— 全自动天平密度仪（或其他同等功能仪器）：酒精计测量精度为±0.05 % vol；
—— 容量瓶：100 mL。

6.1.3 分析步骤

6.1.3.1 试样制备

取洁净，干燥的 100 mL 容量瓶，准确称取样品100 g 于 500 mL蒸馏瓶中，用50 mL水分三次冲洗容量瓶，洗液并入 500 mL蒸馏瓶中，加入消泡剂，连接蛇形冷凝管，以100 mL容量瓶作接收器，开启冷却水(冷却水温度宜低于15 ℃)，缓慢加热蒸馏，收集馏出液。当接近刻度时，取下容量瓶，盖塞，混匀，备用。

6.1.3.2 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。

6.1.3.3 样品测定

依照6.1.3.2方法校正全自动天平密度仪，之后调至酒精度测定模式，将6.1.3.1中制备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。

6.1.4 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。

6.1.5 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0.5 %vol。

6.2 总酸

6.2.1 原理

采用酸碱中和，以 pH 指示终点的电位滴定法，测定酒醪试样的酸度。

6.2.2 试剂和溶液

6.2.2.1 分析用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水或蒸馏水，使用前应煮沸后并冷却至室温。
6.2.2.2 氢氧化钠标准溶液（0.05mol/L）：按 GB/T 601 规定的方法配制与标定。

6.2.3 仪器与设备

——烧杯：100 mL；
——碱式滴定管：10 mL；

——pH 计：精度±0.1（pH）；
——电磁搅拌器。
——滤布。

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 试样制备

取酒醪样品，用纱布过滤，收集滤液。用移液管吸取 10mL 滤液至 100mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水定容至刻度，摇匀，备用。

6.2.4.2 试样测定

按仪器说明安装 pH 计，根据液温进行仪器校准。

吸取样液 20.0 mL（5.2.4.1）于 100 mL 烧杯中，加无二氧化碳水 60 mL，摇匀，插入电极，放入 1 枚磁力转子，开启电磁搅拌器，用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准溶液（6.2.2.2）进行滴定，当接近终点时，放慢滴定速度，每次加半滴氢氧化钠标准溶液，直至 pH=8.2 为其终点，记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_1。

以水做空白，同样操作进行空白试验，记录消耗氢氧化钠标准溶液的体积 V_2。

6.2.5 结果计算

试样中总酸的含量（以乙酸计）按式(1)计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.060}{V \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X—试样中总酸的含量（以乙酸计），单位为克每百毫升(g/100mL)；
V_1—测定用试样稀释液消耗氢氧化钠标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；
V_2—试剂空白消耗氢氧化钠标准滴定液的体积，单位为毫升(mL)；
c—氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
0.060—与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液[c(NaOH)=1.000 mol/L]相当的乙酸的质量，单位为克(g)；
V—试样体积，单位为毫升(mL)。

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% 。

6.3 还原糖

6.3.1 原理

在碱性溶液中，还原糖能将高价铜还原为低价铜，根据其被还原的数量，可求得还原糖的含量。

6.3.2 试剂和溶液

6.3.2.1 分析用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水或蒸馏水，使用前应煮沸后并冷却至室温。

6.3.2.2 菲林氏甲液：称取硫酸铜($CuSO_4$ $5H_2O$)15 g 及次甲基蓝 0.05 g 溶解于 1000 mL 蒸馏水中；

6.3.2.3 菲林氏乙液：称取酒石酸钾钠 50 g，氢氧化钠 54 g 及亚铁氰化钾 4g 溶解于 1000mL 蒸馏水中；

6.3.2.4 葡萄糖标准溶液：准确称取在 100 ℃烘至恒重的无水葡萄糖 1.0000 g，放于 100 mL 烧杯中，用蒸馏水溶解后倒入 1000 mL 容量瓶中，用蒸馏水反复冲洗烧杯，洗液一并倒入容量瓶，加浓盐酸 5 mL，用蒸馏水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1.0000 mg 葡萄糖。

6.3.3 仪器与设备

——滴定管：25 mL；
——锥形瓶：250 mL；
——吸量管：5.0 mL、2.0 mL；
——电炉：300 W～500 W。

6.3.4 操作步骤

6.3.4.1 试样制备

取酒醪样品，用纱布过滤，收集滤液。用移液管吸取 10mL 滤液至 100mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水定容至刻度，摇匀，备用。

6.3.4.2 试样测定

6.3.4.2.1 空白滴定

取菲林氏甲、乙液各5.0 mL于250 mL锥形瓶中，加入10 mL蒸馏水，用滴定管加入约9 mL葡萄糖标准溶液，摇匀后加热（电炉应预热15 min后使用），使其在2 min内沸腾，沸腾30 s后，以每2 s一滴的速度匀速滴入葡萄糖标准溶液，至蓝紫色消失即为终点，溶液沸腾后葡萄糖标准溶液的耗用量应控制在0.5 mL～1.0 mL之内，否则重做。记录沸腾前后共耗用葡萄糖标准溶液的体积。

6.3.4.2.2 预备滴定

取菲林氏甲、乙液各 5.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入 10.0 mL 蒸馏水，加入样品稀释液（6.3.4.1）2.0 mL，摇匀后加热，沸腾 30 s 后，以每 2 s 一滴的速度匀速滴入葡萄糖标准溶液，至蓝紫色消失即为终点，记录沸腾前后共耗用葡萄糖标准溶液的体积。

6.3.4.2.3 正式滴定

取菲林氏甲、乙液各 5.0 mL 于 250 mL 锥形瓶中，加入 10.0 mL 蒸馏水，加入样品稀释液（6.3.4.1）2.0 mL，再用滴定管加入比预滴定耗用量少约 1 mL 的葡萄糖标准溶液，摇匀后加热，沸腾 30 s 后，以每 2 s 一滴的速度匀速滴入葡萄糖标准溶液，至蓝紫色消失即为终点，溶液沸腾后，葡萄糖标准溶液的耗用量应控制在 0.5 mL～1.0 mL 之内，否则重做。记录沸腾前后共耗用葡萄糖标准溶液的体积。

6.3.5 结果计算

试样中还原糖的含量按式(2)计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times \rho}{2 \times \frac{5}{100} \times 1000} \times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：
X—样品中还原糖的含量，单位为克每 100 毫升(g/100mL)；
V_1—标定菲林氏甲、乙液耗用葡萄糖标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
V_2—测定样液耗用葡萄糖标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
ρ—葡萄糖标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)。
注：计算结果保留小数点后两位数字。

6.3.6 精密度

同一样品两次测定值之差不得超过 0.05g/100 mL。

6.4 淀粉

6.4.1 原理

淀粉分子在盐酸作用下被水解成还原性的单糖，然后按还原糖测定，并折算成淀粉。

6.4.2 试剂和溶液

6.4.2.1 分析用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水或蒸馏水，使用前应煮沸后并冷却至室温。
6.4.2.2 氢氧化钠溶液（400g/L）：称取 40g 强氧化钠加水溶解后，冷却至室温，稀释至 100mL。
6.4.2.3 盐酸溶液（1+1）：量取 50 mL 盐酸，与 50mL 水混合。
6.4.2.4 葡萄糖标准溶液：准确称取 1g（精确至 0.0001g）经过 98℃～100℃干燥 2h 的 D-无水葡萄糖，加水溶解后加入 5mL 盐酸，并以水定容至 1000mL。此溶液每毫升相当于 1.0mg 葡萄糖。
6.4.2.5 碱性酒石酸铜甲液：称取 15g 硫酸铜及 0.050g 亚甲蓝，溶于水中并定容至 1000mL。
6.4.2.6 碱性酒石酸铜乙液：称取 50g 酒石酸钾钠、75g 强氧化钠，溶于水中，再加入 4g 亚铁氰化钾，完全溶解后，用水定容至 1000mL，贮存于橡胶塞玻璃瓶内。

6.4.3 仪器和设备

——天平：感量为 1mg 和 0.1mg；
——恒温水浴锅：可加热至 100℃；
——回流装置，并附 250mL 锥形瓶；
——电炉。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试样制备

准确称取酒醪10g至250mL锥形瓶中，加入30mL盐酸（1+1），接好冷凝管，至沸水浴回流2h。回流完毕立即冷却。待试样水解液冷却后，以氢氧化钠溶液（400g/L）调pH 约为7，以盐酸（1+1）校正试样水解液的pH值，可用精密pH试纸测试。摇匀后将全部溶液及残渣转入500mL容量瓶中，用水洗涤锥形瓶，洗液合并入容量瓶中，加水稀释至刻度。过滤，弃去初滤液20mL，滤液供测定用。

6.4.4.2 试样测定

6.4.4.2.1 标定碱性酒石酸铜溶液

吸取 5.00 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.00 mL 碱性酒石酸铜乙液，置于 150 mL 锥形瓶中，加水 10 mL，加入玻璃珠两粒，从滴定管滴加约 9 mL 葡萄糖标准溶液，控制在 2 min 内加热至沸，保持溶液呈沸腾状态，以每两秒一滴的速度继续滴加葡萄糖，直至溶液蓝色刚好褪去为终点，记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积，同时做三份平行，取其平均值，计算每 10 mL(甲、乙液各 5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量 m_1(mg)。

注：也可以按上述方法标定4 mL～20 mL碱性酒石酸铜溶液(甲、乙液各半)来适应试样中还原糖的浓度变化。

6.4.4.2.2 试样溶液预测

吸取 5.00 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.00 ml 碱性酒石酸铜乙液，置于 150 mL 锥形瓶中，加水 10 mL，加入玻璃珠两粒，控制在 2 min 内加热至沸，保持沸腾以先快后慢的速度，从滴定管中滴加试样溶液，并保持溶液沸腾状态，待溶液颜色变浅时，以每两秒一滴的速度滴定，直至溶液蓝色刚好褪去为终点。记录试样溶液的消耗体积。当样液中葡萄糖浓度过高时，应适当稀释后再进行正式测定，使每次滴定消耗试样溶液的体积控制在与标定碱性酒石酸铜溶液时所消耗的葡萄糖标准溶液的体积相近，约在 10 mL 左右。

6.4.4.2.3 试样溶液测定

吸取 5.00 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.00 mL 碱性酒石酸铜乙液，置于 150 mL 锥形瓶中，加水 10 mL，加入玻璃珠两粒，从滴定管滴加比预测体积少 1 mL 的试样溶液至锥形瓶中，使在 2 min 内加热至沸，保持沸腾状态继续以每两秒一滴的速度滴定，直至蓝色刚好褪去为终点，记录样液消耗体积。同法平行操作三份，得出平均消耗体积。

6.4.4.2.4 试剂空白测定

同时量取 20.00 mL 水及与试样溶液处理时相同量的淀粉酶溶液,按反滴法做试剂空白试验。即:用葡萄糖标准溶液滴定试剂空白溶液至终点,记录消耗的体积与标定时消耗的葡萄糖标准溶液体积之差相当于 10 ml 样液中所含葡萄糖的量(mg)。

6.4.5 分析结果表述

试样中淀粉的含量按式（3）计算:

$$X=\frac{(A_1-A_2)\times 0.9}{m\times\frac{V}{500}\times 1000}\times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（3）$$

式中：

X —试样中淀粉的含量，单位为克每百克(g/100 g)；
A_1 —测定用试样中水解液葡萄糖质量，单位为毫克(mg)；
A_2—试剂空白中葡萄糖质量，单位为毫克(mg)；
0.9 —葡萄糖折算成淀粉的换算系数；
m —称取试样质量，单位为克(g)；
V —测定用试样水解液体积，单位为毫升(mL)；
500—试样液总体积，单位为毫升(mL)。
注：结果保留三位有效数字。

6.4.6 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得 10%。

7 醋醅、熏醅理化指标的测定方法

7.1 水分

7.1.1 原理

将醋醅试样置于101℃～105℃下烘干，根据烘干前后质量之差，计算出所失去的质量分数，即为水分含量。

7.1.2 仪器与设备

——电热干燥箱：精度±2℃；
——分析天平：感量为 0.0001g；
——称量瓶：50mm×30mm；
——干燥器：内盛有效干燥剂。

7.1.3 分析步骤

取洁净称量瓶置于101℃～105℃电热干燥箱中，瓶盖斜支于瓶边，加热1h，取出盖好，置干燥器内冷却0.5h，称量，并重复干燥至前后两次质量差不超过0.002g，即为恒重。

用烘干至恒重的称量瓶称取大曲试样2.0g～10.0g，精确至0.0001g，置于101℃～105℃电热干燥箱中烘干3h（烘干时打开瓶盖，侧立于该瓶边）。取出，迅速移入干燥器内（盖上瓶盖）冷却0.5h，称量。再放入电热干燥箱内，继续烘干1h，冷却称量，直至恒重。

7.1.4 结果计算

试样中的水分含量，按式（4）进行计算:

$$X=\frac{m_1-m_2}{m_1-m_3}\times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（4）$$

式中：

X —试样中水分的含量，单位为克每百克（g/100 g）；
m_1—烘干前，称量瓶加试样的质量，单位为克（g）；
m_0—烘干后，称量瓶加试样的质量，单位为克（g）；
m_3—恒重称量瓶的质量，单位为克（g）；
100—单位换算系数。

注：计算结果保留至小数点后一位。

7.1.5 精密性

在重复性条件下，或得两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%。

7.2 酸度

同6.2 。样液制备改为：称取醋醅试样10.0g，精确至0.01g，放入500mL烧杯中，加无二氧化碳水90mL，用玻璃棒搅拌0.5min，浸泡1h（每隔5min搅拌一次）后，用滤布过滤，收集滤液，备用。

7.3 酒精度

同 6.1。

7.4 还原糖

同6.3 。样液制备改为：称取醋醅试样10.0g，精确至0.01g，放入500mL烧杯中，加无二氧化碳水90mL，用玻璃棒搅拌0.5min，浸泡1h（每隔5min搅拌一次）后，用滤布过滤，收集滤液，备用。

7.5 淀粉

同6.4 。

7.6 不挥发酸

7.6.1 仪器

——酸度计：精度±0.1pH；
——单沸式蒸馏装置；
——碱式滴定管。

7.6.2 试剂

7.6.2.1 分析用水应符合 GB/T 6682 规定的二级水或蒸馏水，使用前应煮沸后并冷却至室温。
7.6.2.2 0.05mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液：按 GB/T 601 规定的方法配制与标定。

7.6.3 分析步骤

7.6.3.1 样品制备

称取醋醅试样10.0g，精确至0.01g，放入500mL烧杯中，加无二氧化碳水90mL，用玻璃棒搅拌0.5min，浸泡1h（每隔5min搅拌一次）后，用滤布过滤，收集滤液，备用。

7.6.3.2 样品测定

将样品摇匀后，准确吸取 2.00 mL 移入单沸式蒸馏装置的蒸馏管中,加入 8 mL 水摇匀。将蒸馏管插入装有适量水(其液面应高于蒸馏液液面而低于排气口)的蒸馏瓶中,连接蒸馏器和冷凝器,并将冷凝管下端的导管浸入盛有 10 mL 水的锥形瓶的液面下。

打开排气口,加热至烧瓶中的水沸腾 2 min 后,关闭排气口进行蒸馏。在蒸馏过程中,如蒸馏管内产生大量泡沫影响测定时,可重新取样,加一滴精制植物油或少量单宁再蒸馏。待馏出液至 180 mL时,打开排气口，关闭电源(以防蒸馏瓶内真空)。将残余液倒入 200 mL 烧杯中，用水反复冲洗蒸馏管及管上的进气孔，洗液并入烧杯，再补加水至烧杯中溶液总量约为 120 mL。

将盛有 120 mL 残留液的烧杯置于酸度计的托盘上,开动磁力搅拌器，用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴至 pH为8.2,记录消耗的毫升数(V)。同时做空白试验。

7.6.4 计算

样品中不挥发酸的含量按式（5）计算：

$$X=\frac{(V-V_0)\times c\times 0.090}{2}\times 100 \quad \cdots\cdots (5)$$

式中:

X—样品中不挥发酸的含量(以乳酸计)，g/100 mL;

V—滴定样品时消耗 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL;

V_0—空白试验消耗 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL;

c—氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，mol/L。

0.090—1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液[c(NaOH)=1.000 mol/L]相当于乳酸的质量，g。

7.6.5 精密度

同一样品平行试验的测定差不得超过 0.04 g/100 mL。

8 新醋、老陈醋理化指标的测定方法

8.1 总酸

按GB 12456 中规定的方法测定。

8.2 不挥发酸

按GB/T 18187 中规定的方法测定。

8.3 总酯

按GB/T 19777 中规定的方法测定。

8.4 氨基酸态氮

按GB/T 18186中规定的方法测定。

8.5 还原糖

按 GB/T 19777 中规定的方法测定。

8.6 可溶性总固形物

按GB/T 18187中规定的方法测定。

8.7 食盐

按GB 5009.44 规定的方法测定。

8.8 pH

按GB/T 13662中6.4 规定的方法测定。

8.9 总黄酮

按GB/T 19777中规定的方法测定。

8.10 川芎嗪

按GB/T 19777中规定的方法测定。