

团 体 标 准

T/QGCML XXXX—2022

原酿本味老陈醋

Natural Plain Fermented Extra Aged Vinegar

（征求意见稿）

2022 - XX - XX 发布

2022 - XX - XX 实施

全国城市工业品贸易中心联合会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 技术要求 1

5 试验方法 3

6 检验规则 3

7 标志、包装、运输及贮存 4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国城市工业品贸易中心联合会提出并归口。

本文件起草单位：山西紫林醋业股份有限公司

本文件主要起草人：

原酿本味老陈醋

1 范围

本文件规定了原酿本味老陈醋的术语定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于原酿本味老陈醋的生产和检验。

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 191 包装储运图示标志
- GB 2715 食品安全国家标准 粮食
- GB 2719 食品安全国家标准 食醋
- GB 2760 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准
- GB 4789.1 食品安全国家标准 食品微生物学检验 总则
- 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 5749 生活饮用水卫生标准
- GB 7718 食品安全国家标准预包装食品标签通则
- GB/T 8231 高粱
- GB 8954 食品安全国家标准食醋生产卫生规范
- GB 12456 食品安全国家标准食品中总酸的测定
- GB/T 18187 酿造食醋
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 国家质量监督检验检疫总局[2005]令第75号《定量包装商品计量监督管理办法》

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

原酿本味老陈醋 natural plain fermented extra aged vinegar

以高粱为主要原料，以大麦、豌豆为原料制作的大曲作为主要糖化发酵剂，大曲用量不得少于30%，添加或不添加麸曲，不添加食品添加剂（食品工业用加工助剂除外），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。

4 技术要求

4.1 原辅材料

- a) 高粱应符合 GB/T 8231 的要求；
- b) 麸皮应符合 GB 2715 的规定；
- c) 生产用水应符合 GB 5749 的要求；
- d) 其他辅料符合相应的食品标准和有关规定。

4.2 生产加工过程卫生要求

应符合GB 8954 的规定。

4.3 感官要求

感官要求符合表1规定。

表1 感官要求

项目	要求
色泽	具有产品应有的色泽
滋味、气味	具有产品应有的滋味和气味，尝味不涩，无异味
状态	不浑浊，可有少量沉淀，无正常视力可见外来异物

4.4 理化指标

理化指标符合表2的要求。

表2 理化指标

项目	指标
总酸(以乙酸计)/(g/100mL) $\geq$	5.00
不挥发酸(以乳酸计)/(g/100mL) $\geq$	1.20
可溶性无盐固形物/(g/100mL) $\geq$	8.50
氨基酸态氮/(g/100mL) $\geq$	0.18
苯甲酸及其钠盐(以苯甲酸计) ^a /(g/kg) $\leq$	0.05
^a 原酿本味老陈醋发酵、熏醅及贮存过程中自然产生的苯甲酸。	

4.5 污染物限量和真菌毒素限量

4.5.1 污染物限量应符合表 3 的规定。

4.5.2 真菌毒素限量应符合 GB 2761 的规定。

表3 污染物限量

项 目	指 标
总砷（以As计）/（mg/kg） $\leq$	0.5
铅（Pb）/（mg/kg） $\leq$	0.9

4.6 微生物限量

微生物限量应符合表4的规定。

表4 微生物限量

项 目	采样方案 ^a 及限量			
	n	c	m	M
菌落总数/（CFU/mL）	5	2	10 ³	10 ⁴
大肠菌群/（CFU/mL）	5	2	10	10 ²
^a 样品的分析及处理按 GB 4789.1 执行。				

4.7 食品真实性要求

采用稳定同位素比值质谱法按附录A规定的方法测定食醋中乙酸甲基氢稳定同位素比值 (δD_{CH3})，判断是否为以低压羰基化法生产的冰乙酸作为主要原料稀释后的假冒食醋。

4.8 净含量

应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的要求。

5 试验方法

5.1 感官

按 GB 2719规定的方法检验。

5.2 理化指标

5.2.1 总酸

按GB 12456规定的方法测定。

5.2.2 不挥发酸

按GB/T 18187规定的方法测定。

5.2.3 可溶性无盐固形物

按GB/T 18187规定的方法测定。

5.2.4 苯甲酸及其钠盐

按GB 5009.28规定的方法测定。

5.3 食品安全指标

按 GB 2719 规定执行。

5.4 净含量

按 JJF1070 规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 分类

分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

从成品库同批产品的不同部位随机抽取样品，经质检部门检验合格后方可出厂，出厂检验项目为：

- 感官指标；
- 总酸；
- 不挥发酸；
- 氨基酸态氮；
- 可溶性无盐固形物；
- 净含量；
- 大肠菌群；
- 菌落总数。

6.3 型式检验

6.3.1 从成品库同批产品的不同部位随机抽取样品，型式检验项目为本文件要求的全部项目，在正常生产情况下，型式检验一年两次。

6.3.2 有下列情况之一时亦应做型式检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产时；
- b) 正式生产的产品在结构、材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 产品停产1年以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- e) 国家有关部门提出进行型式检验的要求时。

6.4 判定规则

6.4.1 出厂检验的判定如下：

- a) 出厂检验项目全部符合本标准要求，判为合格品；
- b) 出厂检验项目中有一项指标不符合本标准，可以加倍抽样复检，复检后如仍不符合本标准，判为不合格品；
- c) 食品安全指标中的微生物指标如不合格则不得复检，判为不合格品。

6.4.2 型式检验的判定如下：

- a) 型式检验项目全部符合本标准，判为合格品；
- b) 型式检验项目有一项不符合本标准，可以加倍抽样复检，复检后仍不符合本标准，判为不合格品；
- c) 食品安全指标中的微生物指标如不合格则不得复检，判为不合格品。

7 标志、包装、运输及贮存

7.1 标志

产品标签应符合 GB 2719、GB 7718 的规定，标示总酸含量，产品的包装标识上应醒目标出“食醋”字样。

7.2 包装

包装材料应符合相应国家标准和有关规定，外包装应标注“怕晒”、“怕雨”标志并符合GB/T 191的规定。

7.3 运输及贮存

在运输过程中应轻拿轻放，防止日晒雨淋及挤压碰撞，运输工具应清洁卫生，严禁与不洁或有毒有害物质混运；应贮存在阴凉、干燥、通风的专用仓库内，严禁与不洁或有毒有害物质混贮。

附录 A

(规范性)

冰乙酸假冒食醋的鉴别方法气相色谱-稳定同位素比值质谱法

A.1 范围

规定了食醋中乙酸甲基氢稳定同位素比值测定的气相色谱-稳定同位素比值质谱法。适用于以低压羰基化法生产的冰乙酸作为主要原料稀释后假冒食醋的鉴别。

A.2 原理

试样经氢氧化钠溶液碱化处理,将乙酸转化为乙酸盐,加热干燥除去水分,残渣加硫酸溶液酸化,将乙酸盐转化为乙酸后,用丙酮稀释,采用气相色谱-稳定同位素比值质谱法测定乙酸中甲基和羧基的氢稳定同位素比值(δD),经标准溶液校正后,计算得到试样中乙酸甲基氢稳定同位素比值(δD_{CH_3}),以此用于冰乙酸假冒食醋的鉴别。

A.3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

A.3.1 试剂

A.3.1.1 氢氧化钠(NaOH):优级纯。

A.3.1.2 硫酸(H_2SO_4):优级纯,浓度 $\geq 98\%$ 。

A.3.1.3 丙酮(CH_3COCH_3):色谱纯。

A.3.2 试剂配制

A.3.2.1 氢氧化钠溶液(5 mol/L):称取110 g氢氧化钠(A.3.1.1),溶于100 mL不含二氧化碳的水中,摇匀,注入试剂瓶(A.3.5.1)中,密闭放置至溶液清亮,吸取上清液54 mL并用不含二氧化碳的水稀释至200 mL,按GB/T 601对氢氧化钠溶液浓度进行标定。

A.3.2.2 硫酸溶液(2 mol/L):量取109 mL的硫酸(A.3.1.2),缓慢注入600 mL水中并不断搅拌,待溶液冷却至室温后稀释至1000 mL。

A.3.2.3 丙酮试剂:量取1000 mL丙酮(A.3.1.3),加入100 g分子筛(A.3.5.2),振摇。

A.3.3 标准品

乙酸钠(CH_3COONa , CAS号:127-09-3,相对分子质量82.04),以乙酸钠作为甲基氢稳定同位素标准品, δD_{CH_3} 值分别在 -400% ~ -280% 、 -240% ~ -180% 和 -120% ~ -10% 范围内,或经国家认证并授予证书的氢稳定同位素有证标准物质。

A.3.4 标准溶液配制

A.3.4.1 标准储备液(乙酸浓度100 g/L):分别将不同 δD_{CH_3} 值的甲基氢稳定同位素标准品(A.3.3)置于恒温干燥箱(A.4.4)中,在 $120^\circ C$ ~ $130^\circ C$ 温度下干燥12 h以上,在干燥器中冷却至室温。称取175 mg(精确至0.1 mg)干燥后的标准品,加入85 μL 氢氧化钠溶液(A.3.2.1),在 $120^\circ C$ ~ $130^\circ C$ 温度下干燥12 h以上,在干燥器中冷却至室温,用770 μL 硫酸溶液(A.3.2.2)溶解,加入510 μL 丙酮试剂(A.3.2.3)稀释,摇匀,配制成标准储备液。该标准储备液在 $-18^\circ C$ 及以下避光密封保存,有效期1个月。

A.3.4.2 标准工作溶液(乙酸浓度50 g/L):吸取250 μL 标准储备液(A.3.4.1),用250 μL 丙酮

试剂（A.3.2.3）稀释，摇匀。实验室可在实际应用时根据仪器响应值调整标准工作溶液的浓度。该标准工作溶液在4℃条件下密封保存，有效期5天。

A.3.5 材料

A.3.5.1 试剂瓶：聚乙烯材质，250 mL。

A.3.5.2 分子筛：球形 3Å，无水。

A.3.5.3 玻璃管：50 mL ~ 100 mL。

A.3.5.4 微孔滤膜：有机滤膜，孔径 0.45 μm。

A.4 仪器和设备

A.4.1 气相色谱-稳定同位素比值质谱仪

气相色谱-稳定同位素比值质谱仪，配备裂解接口和氢氦法拉第收集器。

A.4.2 旋涡振荡器：转速≥1800 r/min。

A.4.3 天平：感量分别为0.1 mg和0.01 g。

A.4.4 恒温干燥箱：20℃~200℃，精度±1℃。

A.5 分析步骤

A.5.1 样品前处理

A.5.1.1 样品预处理

按照GB 12456-2021的第二法或第三法测定样品的总酸含量（以乙酸计），并用水稀释至总酸含量为2.5 g/100 mL。

A.5.1.2 碱化

准确移取20 mL稀释后的样品溶液（A.5.1.1）于玻璃管中（A.3.5.3），加入2 mL氢氧化钠溶液（A.3.2.1）后立即盖上盖子，涡旋混匀。

A.5.1.3 干燥

将玻璃管开盖置于恒温干燥箱（A.4.4）中，在120℃~130℃温度下干燥12 h以上，得到样品残渣。

A.5.1.4 酸化

将样品残渣（A.5.1.3）在干燥器中冷却至室温后，加入3 mL硫酸溶液（A.3.2.2）后立即盖上盖子，涡旋混匀，得到待稀释液。

A.5.1.5 稀释

吸取300 μL ~ 500 μL待稀释液（A.5.1.4），用丙酮试剂（A.3.2.3）稀释，使得样品溶液与标准工作溶液的乙酸浓度相同。样品溶液与标准工作溶液过微孔滤膜（A.3.5.4）后，待上机测定。

注：样品应使用和标准溶液配制时相同批次的氢氧化钠溶液和硫酸溶液。

A.5.2 仪器参考条件

A.5.2.1 气相色谱条件

——色谱柱：极性键合二乙烯基苯/乙二醇二甲基丙烯酸酯柱（30 m×0.32 mm×10 μm）或其他等效柱；

——进样口温度：270℃；

——柱箱温度：180℃恒温；

——载气：高纯氦气（纯度≥99.999%）；

- 载气流速：1.5 mL/min；
- 进样方式：分流进样，分流比20:1；
- 进样量：2 μ L。

A. 5. 2. 2 裂解反应管条件

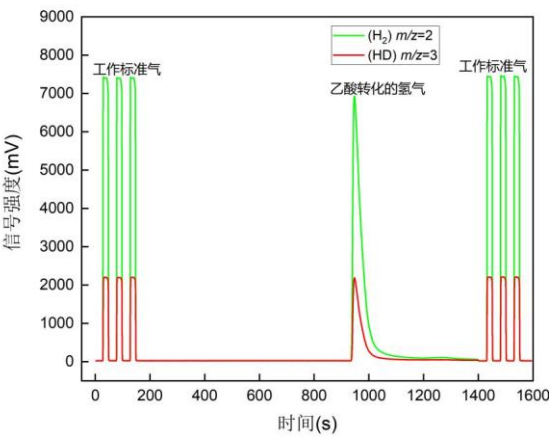
- 裂解温度：1420℃；
- 设定反吹功能。

A. 5. 2. 3 质谱条件

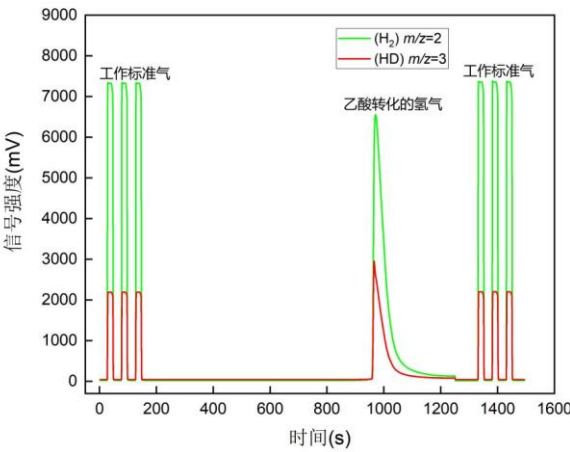
- 工作标准气：高纯氢气（纯度 $\geq 99.999\%$ ）；
- 离子源电压：2.97kV，或根据仪器设备选择适宜的离子源电压参数。

A. 5. 3 测定

将标准工作溶液和样品溶液分别注入气相色谱-稳定同位素比值质谱仪，测定乙酸中甲基和羧基的氢稳定同位素比值（ δD ）。标准工作溶液和样品溶液中乙酸氢和氘的离子流图如图A. 1和图A. 2。



图A. 1 标准工作溶液中乙酸氢和氘的稳定同位素测定离子流图



图A. 2 样品溶液中乙酸氢和氘的稳定同位素测定离子流图

A.6 标准曲线的绘制与结果表述

以标准工作溶液测得的乙酸中甲基和羧基氢稳定同位素比值 (δD) 为纵坐标, 以标准工作溶液中乙酸甲基氢稳定同位素比值 (δD_{CH_3}) 为横坐标, 绘制标准曲线。将样品中乙酸甲基和羧基的氢稳定同位素比值 (δD) 代入标准曲线后, 获得样品中乙酸甲基氢稳定同位素比值 (δD_{CH_3}), 结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示, 结果保留到小数点后一位。

A.7 精密度

在重复性条件下, 两次独立测定结果的绝对差值不得超过6.9%。

A.8 其他

当样品中测得的乙酸甲基氢稳定同位素比值 (δD_{CH_3}) 大于-240.0‰时, 表明样品中具有低压羧基化法生产的冰乙酸甲基氢稳定同位素特征, 应判定样品是以冰乙酸作为主要原料稀释后的假冒食醋。
