

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.49—2008
代替 GB/T 5009.49—2003

发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard
of fermented alcoholic beverages and their integrated alcoholic beverages

2008-11-21 发布

2009-03-01 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 5009.49—2003《发酵酒卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.49—2003 相比主要修改如下：

- 修改了标准的名称；
- 修改了标准方法的名称；
- 增加了总二氧化硫的测定方法；
- 删除了黄曲霉毒素 B₁ 的测定；
- 删除了 N-亚硝胺类(啤酒)的测定；
- 删除了着色剂的测定。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国食品发酵工业研究院、辽宁省疾病预防控制中心、黑龙江省疾病预防控制中心、重庆市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：杨大进、常迪、赵馨、康永璞、李敏、肖白曼、赵舰。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 5009.49—1985、GB/T 5009.49—1996、GB/T 5009.49—2003。

发酵酒及其配制酒卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了发酵酒及其配制酒中各项卫生指标的分析方法。

本标准适用于发酵酒及其配制酒中各项卫生指标的分析。

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 5009.1—2003 食品卫生检验方法 理化部分 总则

GB/T 5009.12 食品中铅的测定

GB/T 5009.34—2003 食品中亚硫酸盐的测定

GB/T 5009.185 苹果和山楂制品中展青霉素的测定

3 感官检查

应符合相应产品标准的有关规定。

4 理化检验

4.1 总二氧化硫

4.1.1 氧化法

4.1.1.1 原理

在低温条件下,样品中的游离二氧化硫与过量的过氧化氢反应生成硫酸,再用碱标准溶液滴定生成的硫酸,由此可得到样品中游离二氧化硫的含量。在加热条件下,样品中的结合二氧化硫被释放,与过氧化氢发生氧化还原反应,通过用氢氧化钠标准溶液滴定生成的硫酸,可得到样品中结合二氧化硫的含量。将结合二氧化硫与游离二氧化硫测定值相加,即得出样品中总二氧化硫的含量。

4.1.1.2 试剂

4.1.1.2.1 过氧化氢(H_2O_2):分析纯。

4.1.1.2.2 磷酸(H_3PO_4):分析纯。

4.1.1.2.3 氢氧化钠(NaOH):分析纯。

4.1.1.2.4 甲基红($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$):指示剂。

4.1.1.2.5 次甲基蓝($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{ClN}_3\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$):指示剂。

4.1.1.2.6 过氧化氢溶液(0.3%):吸取 1 mL 30%过氧化氢(开启后存于冰箱),用水稀释至 100 mL。使用当天配制。

4.1.1.2.7 磷酸溶液(25%):量取 295 mL 85%磷酸,用水稀释至 1 000 mL。

4.1.1.2.8 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 5009.1—2003 的附录 B 配制与标定。存放在橡胶塞上装有钠石灰管的瓶中,每周重配。

4.1.1.2.9 甲基红-次甲基蓝混合指示液:

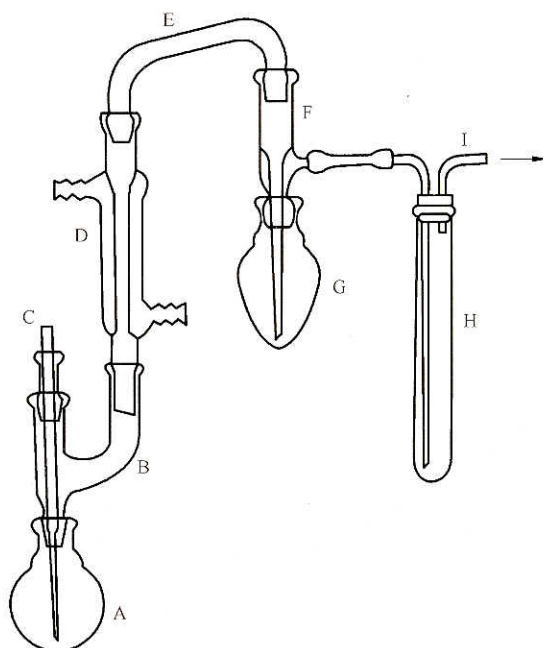
溶液 I:称取 0.1 g 次甲基蓝,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

溶液 II:称取 0.1 g 甲基红,溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

取 50 mL 溶液 I、100 mL 溶液 II，混匀。

4.1.1.3 仪器

4.1.1.3.1 二氧化硫测定装置，见图 1。



- A——短颈球瓶；
- B——三通连接管；
- C——通气管；
- D——直管冷凝管；
- E——弯管；
- F——真空蒸馏接受管；
- G——梨形瓶；
- H——气体洗涤器；
- I——直角弯管(接真空泵或抽气管)。

图 1 二氧化硫测定装置

4.1.1.3.2 真空泵。

4.1.1.4 分析步骤

4.1.1.4.1 游离二氧化硫的测定

4.1.1.4.1.1 按图 1 所示，将二氧化硫测定装置连接妥当，I 管与真空泵(或抽气管)相接，D 管通入冷却水。取下梨形瓶(G)和气体洗涤器(H)，在 G 瓶中加入 20 mL 过氧化氢溶液、H 管中加入 5 mL 过氧化氢溶液，各加 3 滴混合指示液后，溶液立即变为紫色，滴入氢氧化钠标准溶液，使其颜色恰好变为橄榄绿色，然后重新安装妥当，将 A 瓶浸入冰浴中。

4.1.1.4.1.2 吸取 20.00 mL 样品(液温 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$)，从 C 管上口加入 A 瓶中，随后吸取 10 mL 磷酸溶液(4.1.1.2.7)，亦从 C 管上口加入 A 瓶中。

4.1.1.4.1.3 开启真空泵，使抽入空气流量 $1\ 000\ \text{mL}/\text{min} \sim 1\ 500\ \text{mL}/\text{min}$ ，抽气 10 min。取下 G 瓶，用氢氧化钠标准滴定溶液(4.1.1.2.8)滴定至重现橄榄绿色即为终点，记下消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数。以水代替样品做空白试验，操作同上。一般情况下，H 管中溶液不应变色，如果溶液变为紫色，也需用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至橄榄绿色，并将所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积与 G 瓶消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积相加。

4.1.1.4.1.4 结果计算

样品中游离二氧化硫的含量按式(1)计算。

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 32}{20} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——样品中游离二氧化硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V——测定样品时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

32——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

20——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

4.1.1.4.1.5 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10%。

4.1.1.4.2 结合二氧化硫的测定

4.1.1.4.2.1 继4.1.1.4.1测定游离二氧化硫后,将滴定至橄榄绿色的G瓶重新与F管连接。拆除A瓶下的冰浴,用温火小心加热A瓶,使瓶内溶液保持微沸。

4.1.1.4.2.2 开启真空泵,以下操作同4.1.1.4.1.3。

4.1.1.4.2.3 计算

同4.1.1.4.1.4。计算结果为结合二氧化硫含量。

4.1.1.4.3 结果计算

将游离二氧化硫与结合二氧化硫的测定值相加,即为样品中总二氧化硫含量。

4.1.2 直接碘量法

4.1.2.1 原理

在碱性条件下,结合态二氧化硫被解离出来,然后再用碘标准滴定溶液滴定,得到样品中总二氧化硫的含量。

4.1.2.2 试剂

4.1.2.2.1 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

4.1.2.2.2 硫酸溶液(1+3):取1体积浓硫酸缓慢注入3体积水中。

4.1.2.2.3 碘标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{2}I_2) = 0.02 \text{ mol/L}]$:称取13 g碘及35 g碘化钾,溶于100 mL水中,稀释至1000 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中。标定后,再准确稀释5倍。

4.1.2.2.4 淀粉指示液(10 g/L):称取1 g淀粉,加5 mL水使其成糊状,在搅拌下将糊状物加到90 mL沸腾的水中,煮沸1 min~2 min,冷却稀释至100 mL,再加入40 g氯化钠。使用期为两周。

4.1.2.3 分析步骤

吸取25.00 mL氢氧化钠溶液(4.1.2.2.1)于250 mL碘量瓶中,再准确吸取25.00 mL样品(液温20℃),并以吸管尖插入氢氧化钠溶液的方式,加入到碘量瓶中,摇匀,盖塞。静置15 min后,再加入少量碎冰块、1 mL淀粉指示液(4.1.2.2.4)、10 mL硫酸溶液(4.1.2.2.2),摇匀,用碘标准滴定溶液(4.1.2.2.3)迅速滴定至淡蓝色,30 s内不变即为终点,记下消耗碘标准滴定溶液的体积(V)。

以水代替样品做空白试验,操作同上。

4.1.2.4 结果计算

样品中总二氧化硫的含量按式(2)计算。

$$X = \frac{c \times (V - V_0) \times 32}{25} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——样品中总二氧化硫的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——测定样品消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

32——二氧化硫的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol);

25——吸取样品的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

4.1.2.5 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10%。

4.1.3 直接蒸馏法

按 GB/T 5009.34—2003 的第二法操作。

4.2 铅

按 GB/T 5009.12 操作。

4.3 展青霉素

按 GB/T 5009.185 操作。

4.4 甲醛

4.4.1 原理

甲醛在过量乙酸铵的存在下,与乙酰丙酮和氨离子生成黄色的 2,6-二甲基 3,5-二乙酰基-1,4-二氢吡啶化合物,在波长 415 nm 处有最大吸收,在一定浓度范围,其吸光度值与甲醛含量成正比,与标准系列比较定量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 乙酰丙酮($C_5H_8O_2$):分析纯。

4.4.2.2 乙酸铵($C_2H_7NO_2$):分析纯。

4.4.2.3 乙酸($C_2H_4CO_2$):分析纯。

4.4.2.4 甲醛(CH_2O):分析纯。

4.4.2.5 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$):基准物质。

4.4.2.6 碘(I_2):分析纯。

4.4.2.7 淀粉($C_6H_{10}O_5$):指示剂。

4.4.2.8 硫酸(H_2SO_4):分析纯。

4.4.2.9 氢氧化钠($NaOH$):分析纯。

4.4.2.10 磷酸(H_3PO_4):分析纯。

4.4.2.11 乙酰丙酮溶液:称取新蒸馏乙酰丙酮 0.4 g 和乙酸铵 25 g、乙酸 3 mL 溶于水中,定容至 200 mL 备用,用时配制。

4.4.2.12 甲醛:36%~38%。

4.4.2.13 硫代硫酸钠标准溶液(0.100 0 mol/L):见 GB/T 5009.1—2003 的第 B.15 章。

4.4.2.14 碘标准溶液(0.1 mol/L):见 GB/T 5009.1—2003 的第 B.13 章。

4.4.2.15 淀粉指示剂(5 g/L):称取 0.5 g 可溶性淀粉,加入 5 mL 水,搅匀后缓缓倾入 100 mL 沸水中,随加随搅拌,煮沸 2 min,放冷,备用。此指示剂应临用时现配。

4.4.2.16 硫酸溶液(1 mol/L):量取 30 mL 硫酸,缓缓注入适量水中,冷却至室温后用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

4.4.2.17 氢氧化钠溶液(1 mol/L):吸取 56 mL 澄清的氢氧化钠饱和溶液,加适量新煮沸过的冷水至 1 000 mL,摇匀。

4.4.2.18 磷酸溶液(200 g/L):称取 20 g 磷酸,加水稀释至 100 mL,混匀。

4.4.2.19 甲醛标准溶液的配制和标定:吸取 36%~38% 甲醛溶液 7.0 mL,加入 1 mol/L 硫酸 0.5 mL,用水稀释至 250 mL,此液为标准溶液。吸取上述标准溶液 10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水稀释定容。再吸 10.0 mL 稀释溶液于 250 mL 碘量瓶中,加水 90 mL、0.1 mol/L 碘溶液 20 mL 和 1 mol/L 氢氧化钠 15 mL,摇匀,放置 15 min。再加入 1 mol/L 硫酸溶液 20 mL 酸化,用 0.100 0 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,然后加约 5 g/L 淀粉指示剂 1 mL,继续滴定至蓝色褪去即为终点。同时做试剂空白试验。

甲醛标准溶液的浓度按式(3)计算。

$$X = (V_1 - V_2) \times c_1 \times 15 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X——甲醛标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定甲醛溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

15——与 1.000 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液 1.0 mL 相当的甲醛的质量,单位为毫克(mg)。

用上述已标定甲醛浓度的溶液,用水配制成含甲醛 1 μ g/mL 的甲醛标准使用液。

4.4.3 仪器

4.4.3.1 分光光度计。

4.4.3.2 水蒸气蒸馏装置。

4.4.3.3 500 mL 蒸馏瓶。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试样处理

吸取已除去二氧化碳的啤酒 25 mL 移入 500 mL 蒸馏瓶中,加 200 g/L 磷酸溶液 20 mL 于蒸馏瓶,接水蒸气蒸馏装置中蒸馏,收集馏出液于 100 mL 容量瓶中(约 100 mL)冷却后加水稀释至刻度。

4.4.4.2 测定

精密吸取 1 μ g/mL 的甲醛标准溶液各 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 于 10 mL 比色管中,加水至 10 mL。

吸取样品馏出液 10 mL 移入 25 mL 比色管中。标准系列和样品的比色管中,各加入乙酰丙酮溶液 2 mL,摇匀后在沸水浴中加热 10 min,取出冷却,于分光光度计波长 415 nm 处测定吸光度,绘制标准曲线。从标准曲线上查出试样的含量。

4.4.5 结果计算

试样中甲醛的含量按式(4)计算。

$$X = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X——试样中甲醛的含量,单位为毫克每升(mg/L);

m——从标准曲线上查出的相当的甲醛的质量,单位为微克(μ g);

V——测定样液中相当的试样体积,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%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
发 酵 酒 及 其 配 制 酒 卫 生 标 准 的 分 析 方 法
GB/T 5009.49—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

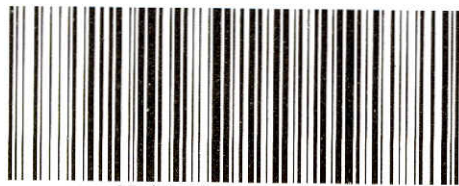
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 12 千 字
2009 年 3 月 第 一 版 2009 年 3 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-36105 定 价 14.00 元

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



GB/T 5009.49-2008