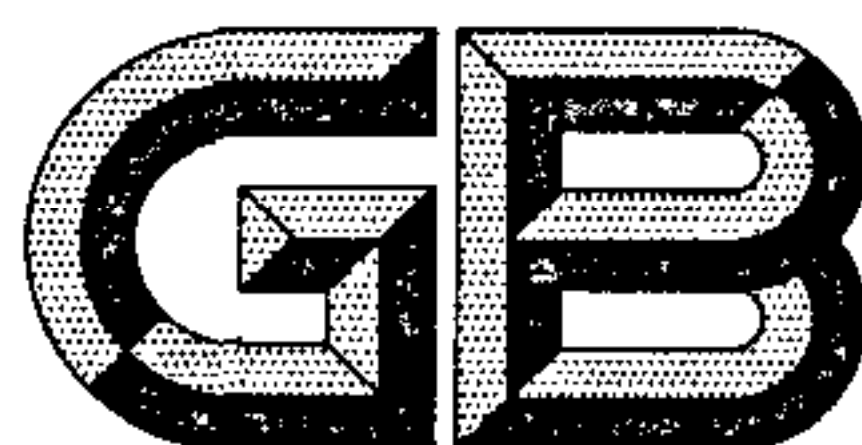




中华人民共和国国家标准

GB/T 20369—2006

啤酒花制品

Hop products

2006-01-23 发布

2006-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目次

前言 III

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 3

7 检验规则 9

8 标志、包装、运输和贮存..... 11

附录 A（资料性附录） 高效液相色谱法测定 α -酸和 β -酸 12

图 1 乙酸铅溶液滴定终点图 8

表 1 压缩啤酒花感官要求 2

表 2 颗粒啤酒花感官要求 2

表 3 压缩啤酒花理化要求 3

表 4 颗粒啤酒花理化要求 3

表 5 二氧化碳酒花浸膏理化要求 3

表 6 消耗乙酸铅溶液与电导率读数表 8

表 7 抽样 10

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会酿酒分标委会归口。

本标准起草单位：中国食品发酵工业研究院、新疆啤酒花股份有限公司、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、新疆绿嘉啤酒花有限公司、新疆阜北三宝乐啤酒花有限公司、青岛啤酒股份有限公司、深圳金威啤酒有限公司、北京燕京啤酒集团有限公司。

本标准主要起草人：张五九、康永璞、林艳、单奇、徐彦栋、高智明、董建军、吴永阳、冯景章、郭新光、许文宪、宋常欣、刘奎钊、段明德、苏萍、王健。

啤酒花制品

1 范围

本标准规定了啤酒花制品的术语和定义、产品分类、要求、分析方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于经烘烤加工压缩成包的压缩啤酒花、经粉碎压缩成型的颗粒啤酒花和经萃取而成的二氧化碳酒花浸膏。

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 191 包装储运图示标志

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/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

压缩啤酒花 compressed hop cone

将采摘的新鲜酒花球果经烘烤、回潮，垫以包装材料，打包成型制得的产品。

3.2

颗粒啤酒花(90型) type 90 hop pellet

压缩啤酒花经粉碎、筛分、混合、压粒、包装后制得的颗粒产品。

3.3

颗粒啤酒花(45型) type 45 hop pellet

压缩啤酒花经粉碎、深冷、筛分、混合、压粒、包装后制得的浓缩型颗粒产品。

3.4

二氧化碳酒花浸膏 CO₂ hop extract

压缩啤酒花或颗粒啤酒花经二氧化碳萃取酒花中有效成分后制得的浸膏产品。

3.5

褐色花片 brownish bract

浅棕色至褐色部分超过花片面积三分之一的花片。

3.6

崩解时间 dissolved time

颗粒啤酒花在沸水中完全松散时所需的时间。

3.7

散碎颗粒(匀整度) incomplete pellet
散碎及长度小于正常颗粒直径二分之一的颗粒。

3.8

贮藏指数 hop storage index, HSI
啤酒花的碱性甲醇浸出液在波长 275 nm 和 325 nm 下吸光度之比。

3.9

夹杂物 impurity
压缩啤酒花中含有的非酒花球果的植株部分。如啤酒花中的茎、叶、花梗等。

4 产品分类

按形态分为：

4.1 压缩啤酒花。

4.2 颗粒啤酒花,按加工方法又分为：

- a) 颗粒啤酒花 90 型；
- b) 颗粒啤酒花 45 型。

4.3 二氧化碳酒花浸膏,按萃取方式又分为：

- a) 超临界二氧化碳萃取酒花浸膏；
- b) 液态二氧化碳萃取酒花浸膏。

5 要求

5.1 感官要求

5.1.1 压缩啤酒花

应符合表 1 的要求。

表 1 压缩啤酒花感官要求

项 目	优 级	一 级	二 级
色泽	浅黄绿色,有光泽		浅黄色
香气	具有明显的、新鲜正常的酒花香气,无异杂气味		有正常的酒花香气,无异杂气味
花体状态	花体基本完整	有少量破碎花片	破碎花片较多

5.1.2 颗粒啤酒花

应符合表 2 的要求。

表 2 颗粒啤酒花感官要求

项 目	90 型	45 型
色泽	黄绿色或绿色	
香气	具有明显的、新鲜正常的酒花香气,无异杂气味	

5.2 理化要求

5.2.1 压缩啤酒花

应符合表 3 的要求。

表 3 压缩啤酒花理化要求

项 目	优 级	一 级	二 级
夹杂物 ^a /(%) ≤	1.0		1.5
褐色花片/(%) ≤	2.0	5.0	8.0
水分/(%)	7.0~9.0		
α-酸(干态计) ^b /(%) ≥	7.0	6.5	6.0
β-酸(干态计) ^b /(%) ≥	4.0	3.0	
贮藏指数(HSI) ^b ≤	0.35	0.40	0.45
a 不允许有植株以外的任何金属、沙石、泥土等有害物质。			
b 已正式定名的芳香型、高 α-酸型酒花品种,其 α-酸、β-酸、贮藏指数不受此要求限制。			

5.2.2 颗粒啤酒花
应符合表 4 的要求。

表 4 颗粒啤酒花理化要求

项 目	90 型		45 型
	优级	一级	
散碎颗粒(匀整度)/(%)	4.0		
崩解时间/s	15		
水分/(%)	6.5~8.5		
α -酸(干态计)*/(%)	6.7	6.2	11.0
β -酸(干态计)*/(%)	3.0		5.0
贮藏指数(HSI)*	0.40	0.45	0.45
a 已正式定名的芳香型、高 α -酸型酒花制成的颗粒啤酒花,其 α -酸、 β -酸、贮藏指数不受此要求限制。			

5.2.3 二氧化碳酒花浸膏
应符合表 5 的要求。

表 5 二氧化碳酒花浸膏理化要求

项 目	超临界二氧化碳萃取	液态二氧化碳萃取
α-酸(干态计)/(%) ≥	35	30
水分/(%) ≤	5.0	

6 分析方法

本方法中所用的水,在没有注明其他要求时,应符合 GB/T 6682—1992 中三级(含三级)以上水要求。所用试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯(AR)。配制的“溶液”,除另有说明,均指水溶液。

同一检测项目,有两个或两个以上分析方法时,实验室可根据各自条件选用,但以第一法为仲裁法。

分析中所使用的压缩啤酒花、颗粒啤酒花、二氧化碳酒花浸膏样品,均采用按 7.2.3.1、7.2.3.2 和 7.2.3.3 的抽样方法抽取的样品。

6.1 色泽与香气

取压缩啤酒花(或颗粒啤酒花)试样,在光线充足(避免直射阳光)、无不良气味的场所,观看颜色并嗅其气味,做好记录,依据表 1(或表 2)要求,评价试样的色泽与香气。

6.2 花体状态

取压缩啤酒花试样,仔细观看其花体完整程度,做好记录,并依据表 1 要求,评价花体状态。

6.3 褐色花片

称取压缩啤酒花试样 20 g,拣出褐色花片,在天平(感量±0.1 g)上称量,以其质量分数表示,并依据表 3 要求,进行判定。

6.4 夹杂物

称取压缩啤酒花试样 20 g,拣出茎、叶、花梗等,在天平(感量±0.1 g)上称量,以其质量分数表示,并依据表 3 要求,进行判定。

6.5 散碎颗粒(匀整度)

称取颗粒啤酒花试样 20 g,观察颗粒之间是否大小匀整,收集小于颗粒直径二分之一的散碎颗粒及碎末,在天平(感量±0.1 g)上称量,以其质量分数表示,并依据表 4 要求,进行判定。

6.6 崩解时间

于 400 mL 烧杯中盛入约 200 mL 自来水,放在电炉上加热,在沸腾状态下,投入(2~3)粒颗粒啤酒花试样,投入时立即按下秒表计时,观察颗粒啤酒花在沸水中已完全松散时,停止秒表计时,记录时间[单位为秒(s)]。

6.7 水分

6.7.1 原理

样品于 103℃~105℃ 直接干燥,所失质量的百分数即为该样品的水分。

6.7.2 仪器

6.7.2.1 分析天平:感量±0.1 mg。

6.7.2.2 电热干燥箱:控温精度±1℃。

6.7.2.3 玻璃称量皿:30 mm×70 mm。

6.7.2.4 干燥器:用变色硅胶作干燥剂。

6.7.3 分析步骤

称取压缩啤酒花试样 3 g(或颗粒啤酒花粉碎试样 4 g),精确至 0.001 g。置于已烘至恒重的称量皿中,连同盖一并放入(104±1)℃的电热干燥箱中烘 1 h,加盖取出,放入干燥器中冷却至室温,称量。

称取二氧化碳酒花浸膏试样 5 g,精确至 0.001 g,置于已烘至恒重的称量皿中,连同盖一并放入(60±1)℃的电热干燥箱中烘 15 min,加盖取出,放入干燥器中冷却至室温,称量。

6.7.4 结果计算

试样中水分的质量分数按式(1)计算,数值以%表示。

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

w_1 ——试样中水分的质量分数,%;

m_1 ——干燥前称量皿加试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量皿加试样的质量,单位为克(g);

m ——称量皿的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至一位小数。

6.7.5 允许差

同一试样两次测定值之差,不得超过平均值的 3%。

6.8 α -酸和 β -酸

6.8.1 紫外分光光度法(第一法)

6.8.1.1 原理

用有机溶剂萃取酒花中的 α -酸和 β -酸,然后,使用紫外分光光度计在波长 275 nm、325 nm、355 nm

下测定吸光度,通过方程式计算出试样中 α -酸和 β -酸的含量。

6.8.1.2 试剂和材料

- 甲苯:吸取此试剂 1 mL,用碱性甲醇稀释至 100 mL。用 1 cm 比色皿,在波长 275 nm 下测定吸光度(用水作参比),其吸光度应小于 0.11;
- 甲醇:用 1 cm 比色皿,在波长 275 nm 下测定吸光度(用水作参比),其吸光度应小于 0.06;
- 氢氧化钠饱和溶液:将氢氧化钠配成饱和溶液,注入塑料瓶中,密闭放置至溶液清亮;
- 无二氧化碳的水:按 GB/T 603 制备;
- 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})=6.0 \text{ mol/L}$]:吸取 31.2 mL 氢氧化钠饱和溶液[6.8.1.2c)],加入无二氧化碳的水中,并定容至 100 mL;
- 碱性甲醇溶液:于 100 mL 甲醇[6.8.1.2b)]中加入 0.2 mL 氢氧化钠溶液[6.8.1.2e)],此溶液需在使用当天配制。

6.8.1.3 仪器

- 紫外分光光度计:波长 200 nm~800 nm,备有 1 cm 石英比色皿;
- 分析天平:感量 $\pm 0.1 \text{ mg}$;
- 粉碎机:5000 r/min;
- 具塞锥形瓶:250 mL;
- 振荡器。

6.8.1.4 试样的制备

6.8.1.4.1 压缩啤酒花(或颗粒啤酒花):取试样约 20 g 进行粉碎,混合均匀。称取两份试样各 5 g,精确至 0.001 g,分别投入两个 250 mL 具塞锥形瓶中,用移液管移入 100 mL 甲苯,盖塞称重后,在振荡器上振摇(或用手摇动)30 min,将锥形瓶倾斜静置,使其澄清备用(振摇 30 min 后再称量,若失重超过 0.3 g,则应重新称取样品进行处理)。

6.8.1.4.2 二氧化碳酒花浸膏:取试样 1 听,放入 40℃ 水浴中保温 30 min,使膏体变成流体状,然后开罐,用取样勺将样品混合均匀,称取两份试样各 0.5 g,精确至 0.001 g,分别投入两个 250 mL 具塞锥形瓶中,用移液管移入 100 mL 甲苯,盖塞称量后,置于振荡器上(或用手摇动)30 min,将锥形瓶倾斜静置,使其澄清备用(振摇 30 min 后再称量,若失重超过 0.3 g,则应重新称取样品进行处理)。

6.8.1.5 分析步骤

- 稀释 A 液:吸取试样萃取液 5.0 mL,用甲醇稀释定容至 100 mL。
- 稀释 B 液:吸取稀释 A 液 3.0 mL,用碱性甲醇稀释定容至 50 mL。
- 参比液:吸取 5.0 mL 甲苯,用甲醇稀释定容至 100 mL。然后吸取该溶液 3.0 mL,再用碱性甲醇稀释定容至 50 mL。
- 按仪器说明书调整紫外分光光度计处于正常工作状态,用 1 cm 石英比色皿,以参比液校正仪器吸光度为零,然后在波长 275 nm、325 nm、355 nm 下分别测定稀释 B 液的吸光度 A。测定时,应迅速读数。

6.8.1.6 结果计算

6.8.1.6.1 稀释系数按式(2)计算。

$$n = \frac{V_A \times V_B}{100 \times m \times V_1 \times V} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

n ——稀释系数;

V_A ——稀释 A 液的体积,单位为毫升(mL);

V_B ——稀释 B 液的体积,单位为毫升(mL);

100——转换系数;

m ——称取试样的质量,单位为克(g);
 V_1 ——吸取试样萃取液的体积,单位为毫升(mL);
 V ——制备稀释 B 液时吸取稀释 A 液的体积,单位为毫升(mL)。

所得结果表示至两位小数。

6.8.1.6.2 试样中 α -酸的质量分数按式(3)、(4)计算,数值以%表示。

$$w_2 = n \times [-(51.56 \times A_{355}) + (73.79 \times A_{325}) - (19.07 \times A_{275})] \dots\dots\dots(3)$$

$$w_3 = \frac{w_2}{1 - w_1} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中:

w_2 ——试样中 α -酸的质量分数,%;
 n ——稀释系数;
 A_{355} ——稀释 B 液在波长 355 nm 下的吸光度;
 A_{325} ——稀释 B 液在波长 325 nm 下的吸光度;
 A_{275} ——稀释 B 液在波长 275 nm 下的吸光度;
 w_3 ——试样的 α -酸的质量分数(以干态计),%;
 w_1 ——试样中水分的质量分数,%。

所得结果表示至一位小数。

6.8.1.6.3 试样中 β -酸的质量分数按式(5)、(6)计算,数值以%表示。

$$w_4 = n \times [(55.57 \times A_{355}) - (47.59 \times A_{325}) + (5.10 \times A_{275})] \dots\dots\dots(5)$$

$$w_5 = \frac{w_4}{1 - w_1} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

w_4 ——试样中 β -酸的质量分数,%;
 n ——稀释系数;
 A_{355} ——稀释 B 液在波长 355 nm 下的吸光度;
 A_{325} ——稀释 B 液在波长 325 nm 下的吸光度;
 A_{275} ——稀释 B 液在波长 275 nm 下的吸光度;
 w_5 ——试样中 β -酸的质量分数(以干态计),%;
 w_1 ——试样中水分的质量分数,%。

所得结果表示至一位小数。

6.8.1.7 允许差

同一试样两次测定值之差,不得超过平均值的 5%。

6.8.2 电导滴定法(第二法)

6.8.2.1 原理

用有机溶剂萃取酒花中 α -酸,并配成混合液,当向混合液滴加醋酸铅溶液时, α -酸与铅离子形成络合物,溶液的电导率稳定不变。当到达络合反应的终点后,随着过量铅离子浓度的增大,溶液的电导率也增大。通过作图,求出拐点即为滴定终点,进而计算出 α -酸的含量。

6.8.2.2 试剂和材料

- a) 甲苯;
- b) 甲醇;
- c) 二甲亚砜;
- d) 冰乙酸;
- e) 电极浸泡液:甲醇+冰乙酸=1+1,混匀备用;

f) 硫酸标准溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.1\text{ mol/L}\right]$:按 GB/T 601 配制与标定;

g) 乙酸铅溶液(2%);

配制:称取乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 10 g,精确至 0.000 2 g,放入小烧杯中,加少量甲醇和(2~3)滴冰乙酸使其溶解,再用甲醇稀释定容至 500 mL,摇匀备用;

标定:于 80 mL 甲醇中加入 4 mL 硫酸标准溶液[6.8.2.2f)],用乙酸铅溶液[6.8.2.2g)]滴定。每滴入 0.1 mL 或 0.2 mL 记录一次读数,当电导率急剧升高后,再滴(6~7)次,并记录各次的电导率读数。将每次滴定消耗 2%乙酸铅溶液的毫升数与其相应的电导率读数在坐标纸上作点,连接各点,得起始近似水平的直线和电导率急增的直线,两条直线的交点即为终点。

计算:乙酸铅溶液的浓度按式(7)计算,数值以%表示。

$$X = \frac{c \times 4 \times 189.67}{1\,000 \times V} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X——乙酸铅溶液的浓度,%;

c——硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

4——加入硫酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

189.67——乙酸铅 $\left[\frac{1}{2}\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2\right]$ 摩尔质量,单位为摩尔每升(g/mol);

V——标定时消耗乙酸铅的体积,单位为毫升(mL)。

6.8.2.3 仪器

- a) 电导率仪;
- b) 磁力搅拌器;
- c) 微量滴定管:5 mL;
- d) 分析天平:感量 $\pm 0.1\text{ mg}$;
- e) 具塞锥形瓶:250 mL;
- f) 烧杯:50 mL、100 mL。

6.8.2.4 试样的制备

同 6.8.1.4。

6.8.2.5 分析步骤

6.8.2.5.1 按仪器说明书安装调节电导率仪,使其进入工作状态。

6.8.2.5.2 吸取 10.0 mL 萃取清液于 50 mL 或 100 mL 干净烧杯中,加 40 mL 甲醇(测定陈酒花时,再加 10 mL 二甲亚砩),投入一枚玻璃铁芯转子,将烧杯放在磁力搅拌器平台上,插入铂黑电极于液面下,开启磁力搅拌器,用微量滴定管滴入 2%乙酸铅溶液 0.1 mL 或 0.2 mL,并记录电导率读数。每滴入 0.1 mL 或 0.2 mL 记录一次读数,当电导率急剧升高后,再滴(6~7)次,并记录各次的电导率,整个滴定操作要求在 5 min 内完成。滴定完毕后将电极插入浸泡液[6.8.2.2e)]中数分钟,再用甲醇冲洗,备下次滴定使用。

6.8.2.5.3 作图:在直角毫米坐标纸上以 2%乙酸铅溶液的毫升数为横坐标,电导率为纵坐标,将每次滴定消耗 2%乙酸铅溶液的毫升数与其相应的电导率读数在图上作点,连接各点,得起始近似水平的直线和电导率急增的直线,延长两条直线,在两条直线交点处往横坐标上作垂线,即可在横坐标上读得滴定终点时消耗 2%乙酸铅溶液的毫升数。

6.8.2.5.4 举例:消耗乙酸铅溶液与电导率读数见表 6,根据表 6 数据作图(见图 1)。

表 6 消耗乙酸铅溶液与电导率读数表

2%乙酸铅溶液/ mL	电导率/ ($\mu\Omega/\text{cm}$)	2%乙酸铅溶液/ mL	电导率/ ($\mu\Omega/\text{cm}$)
0.4	0.62	2.6	0.67
0.8	0.65	2.8	0.72
1.0	0.67	3.0	0.79
1.2	0.67	3.2	1.00
1.4	0.67	3.4	1.34
1.6	0.67	3.6	1.65
1.8	0.67	3.8	1.95
2.0	0.67	4.0	2.20
2.2	0.67	4.2	2.50
2.4	0.67		

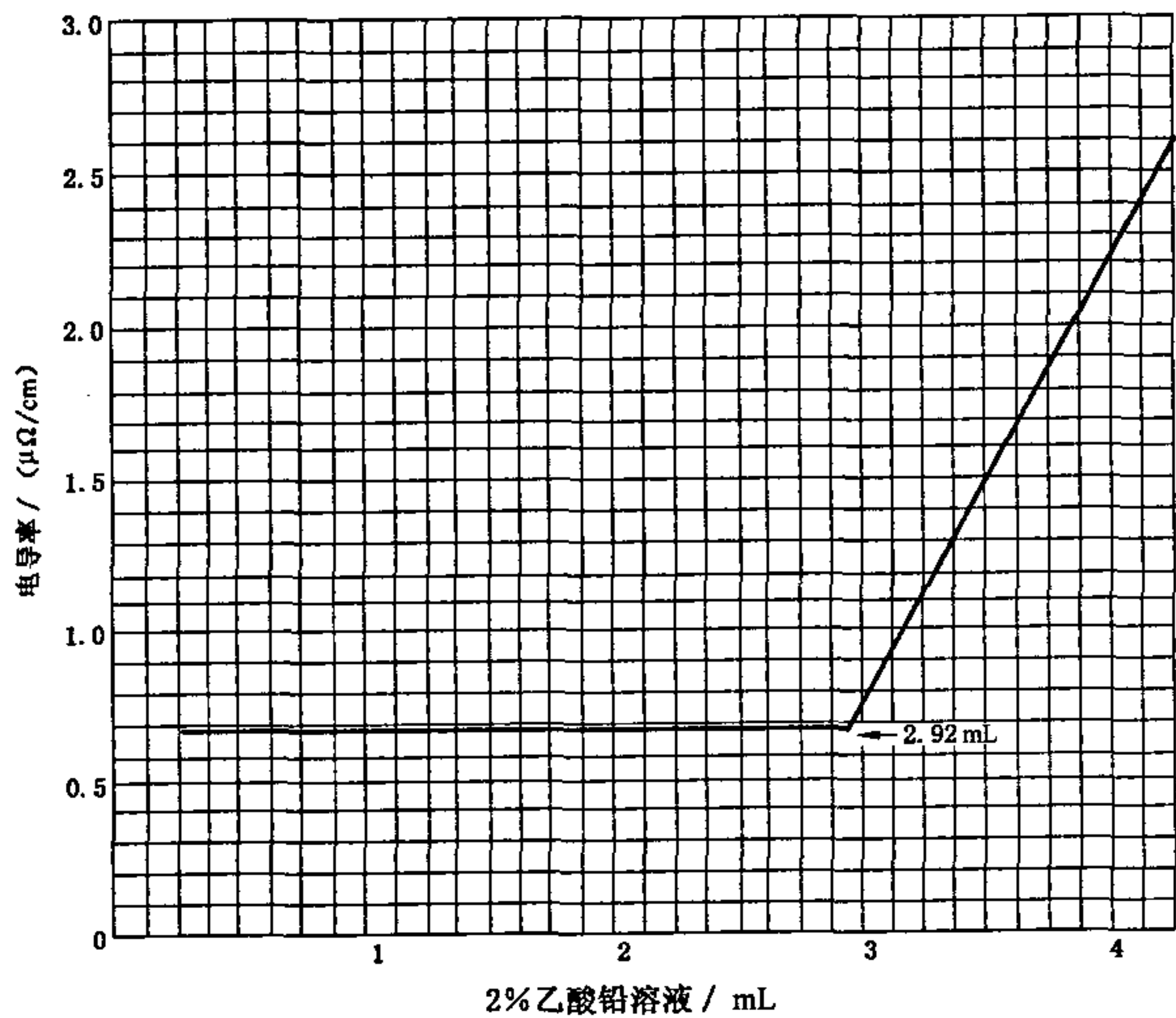


图 1 乙酸铅溶液滴定终点图

6.8.2.6 结果计算

试样中 α -酸的质量分数按式(8)、(9)计算,数值以%表示。

$$w_7 = \frac{c \times V \times 179 \times V_1}{189.67 \times 5 \times 10} \times 100$$

.....(8)

$$w_8 = \frac{w_7}{1 - w_1}$$

.....(9)

式中:

- w_7 ——试样中 α -酸的质量分数,%;
- c ——乙酸铅溶液的溶度,%;
- V ——滴定终了时消耗乙酸铅溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 179—— $\frac{1}{2}\alpha$ -酸平均摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- V_1 ——加入甲苯萃取试样的体积($V_1=100\text{ mL}$);

189.67——乙酸铅 $\left[\frac{1}{2}\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2\right]$ 摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

5——称取试样的质量,单位为克(g);

10——吸取萃取液的体积,单位为毫升(mL);

w_8 ——试样的 α -酸的质量分数(以干态计),%;

w_1 ——试样中水分的质量分数,%。

所得结果表示至一位小数。

6.8.2.7 允许差

同一试样两次测定值之差,不得超过平均值的5%。

6.9 贮藏指数

6.9.1 原理

酒花和酒花颗粒的加工过程和贮存、运输方法不当时, α -酸和 β -酸会发生氧化反应,造成贮藏指数升高,以及陈货酒花的混入也会使贮藏指数升高。采用紫外分光光度计,在波长275 nm和325 nm下,测定酒花制品的碱性甲醇萃取液的吸光度之比,即为酒花和酒花颗粒的贮藏指数。

6.9.2 试剂和材料

同6.8.1.2。

6.9.3 仪器

同6.8.1.3。

6.9.4 试样的制备

同6.8.1.4。

6.9.5 分析步骤

同6.8.1.5。

6.9.6 结果计算

试样的贮藏指数按式(10)计算。

$$w_9 = \frac{A_{275}}{A_{325}} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

w_9 ——试样的贮藏指数(HSI);

A_{275} ——试样在波长275 nm下的吸光度;

A_{325} ——试样在波长325 nm下的吸光度。

所得结果表示至一位小数。

7 检验规则

7.1 组批

7.1.1 同一生产厂(场)的同一品种,同一时期采摘、烘烤、回潮、打包成型的压缩啤酒花为同一批。每一生产厂(场),每年从开工之日生产第一包起按顺序连续编号,并注明生产年份。压缩啤酒花的批量以质量不超过5 t(或相当于5 t的包数)为一个检验标准批次。

7.1.2 同一生产厂(场)、用同一加工方法、在同一时期加工的颗粒啤酒花为同一批,并注明加工日期、酒花品种和加工方法(90型或45型)。颗粒啤酒花的批量以质量不超过5 t(或相当于5 t的包数或箱数)为一个检验标准批次。

7.1.3 同一生产厂在同一时期加工的二氧化碳酒花浸膏为同一批,并注明加工日期、萃取方法和 α -酸含量。二氧化碳酒花浸膏的批量以质量不超过0.5 t~1.0 t(或相当于0.5 t~1.0 t的罐数)为一个检验标准批次。

7.2 取样

7.2.1 标准批次的取样数

标准批次的取样数遵循开平方根的原则。抽取样品数按式(11)计算：

$$N = \sqrt{P} \dots\dots\dots(11)$$

式中：

- N——抽取样品数；
- P——该批次的总件数。

7.2.2 非标准批次或数量不足一个标准批次的取样数

非标准批次或数量不足一个标准批次按表 7 抽取样本数。

表 7 抽样

批量/包(或箱、罐)	抽取样本数/包(或箱、罐)
26~90	5
91~150	8
151~500	13
501~1 200	20

7.2.3 取样方法及外观检验

7.2.3.1 压缩啤酒花

按 7.2 的原则从同一批产品的堆垛上下内外部位随机抽取样本数。取样前,对照检验单,核实产品批次、数量、包装等。然后在压缩啤酒花包的任一侧面,用不锈钢刀切口,掀开包装材料,从切口下 50 mm~100 mm 深处取一块不少于 50 g 的样品,迅速装入密闭的容器(干净的金属筒或不透气的塑料袋)中,每批取样总量不得少于 600 g。取样量少时,可适当加大每件样品的取样量。将所有抽取的样品混匀,用对角四分法分为两份(各约 300 g)装入密闭容器中,一份封存备查,另一份样品再均分成两份(各约 150 g)做感官和理化分析。取样时随时注意产品的外观、香气、有害夹杂物、包与包之间的差异,并做好记录。

7.2.3.2 颗粒啤酒花

按 7.2 的原则从同一批产品中随机抽取样本数。取样前,对照检验单,核实产品批次、数量、包装等。然后从每箱(桶)中抽取一袋(或一盒),用小铲任意铲取 25 g~50 g 样品,迅速装入密闭的容器(干净的金属筒或不透气的塑料袋)中,每批取样总量不得少于 600 g。取样量少时,可适当加大每件样品的取样量。将所有抽取的样品混匀,用对角四分法分为两份(各约 300 g)装入密闭容器中,一份封存备查,另一份样品再均分成两份(各约 150 g)做感官和理化分析。取样时随时注意产品的外观、香气、有害夹杂物、包与包之间的差异,并做好记录。

7.2.3.3 二氧化碳酒花浸膏

按 7.2 的原则从同一批产品中随机抽取样本数。取样前,对照检验单,核实产品批次、数量、包装等。用小刀打开包装罐,置于 40℃ 的恒温水浴中加热 30 min 后,搅拌均匀,每罐取样不少于 10 g,总量不少于 200 g,混合后加热搅拌均匀,取足分析用量后,余量封存备查。

7.3 出厂检验

7.3.1 产品出厂(场)前,应由生产厂(场)的技术检验部门按本标准规定逐批进行检验,符合本标准要求,并签发产品质量检验合格证明的产品,方可出厂(场)。

7.3.2 检验项目：

- 压缩啤酒花——夹杂物、水分、α-酸、贮藏指数；
- 颗粒啤酒花——匀整度、崩解时间、水分、α-酸、贮藏指数；
- 二氧化碳酒花浸膏——水分、α-酸。

7.4 型式检验

7.4.1 检验项目:本标准要求的全部项目。

7.4.2 一般情况下,同一类产品的型式检验每半年进行一次,有下列情况之一者,亦应进行型式检验:

- a) 原辅材料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月后,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家质量监督检验机构按有关规定需要抽检时。

7.5 判定规则

7.5.1 检验结果有两项以下(含两项)不合格项目时,允许重新自同批产品中抽取两倍量样品对不合格项目进行复检,以复检结果为准。复检结果仍有一项不合格,则判该批产品不合格。

7.5.2 当供需双方对检验结果有异议时,可由相关各方协商解决,或委托有关单位进行仲裁检验,以仲裁检验结果为准。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

8.1.1 销售的产品应标明生产厂(场)名称、厂(场)址、啤酒花原产地及其采摘年份、产品名称、规格、等级、生产日期、毛重、净重、执行标准号。

8.1.2 储运图示的标志须符合 GB/T 191 的有关规定,并在醒目的位置标明“防潮”、“避光”、“避高温”等字样。

8.2 包装

8.2.1 包装材料应符合有关食品卫生要求。

8.2.2 压缩啤酒花用内衬牛皮纸和聚乙烯塑料膜,外包白布和麻布,包的正面和背面各置三根竹片,打六道烤蓝带钢箍,包形尺寸为 40 cm×60 cm×65 cm,允许公差±1 cm。包装应当严密、整齐,不得有漏缝和破包现象。

8.2.3 压缩啤酒花宜采用传统包装,每包净重为 30 kg,允许公差为±1.0%。

8.2.4 颗粒啤酒花用内衬聚乙烯的铝复合包装袋包装,必须抽真空并充以惰性气体(如氮气)进行包装。每袋的质量可按袋子(桶)大小和数量酌情而定。

8.2.5 二氧化碳酒花浸膏用避光的符合食品卫生要求的容器包装。

8.3 运输

8.3.1 在运输过程必须要有遮篷严密覆盖或使用密闭车厢,密闭仓货物底部要垫有一定高度的不透水材料。

8.3.2 不得与有异味或有毒物品同仓、同车厢运输。

8.3.3 搬运过程和运输中应轻放,严禁雨淋、受潮、曝晒。

8.4 贮存

在干燥、避光、4℃以下的环境中贮存。不得露天存放。

附录 A
(资料性附录)

高效液相色谱法测定 α -酸和 β -酸

A.1 原理

采用 C_{18} 分析柱, 配有紫外或二极管阵列检测器的高效液相色谱分析仪, α -酸被分离成合萆草酮峰以及萆草酮、加萆草酮合峰; β -酸被分离成合蛇麻酮峰以及蛇麻酮、加蛇麻酮合峰。通过计算, 得到样品中的 α -酸和 β -酸含量。

A.2 试剂和材料

- A.2.1 甲醇: 色谱纯;
- A.2.2 重蒸水;
- A.2.3 磷酸: 85%;
- A.2.4 盐酸溶液 [$c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$]: 按 GB/T 601 配制;
- A.2.5 甲苯;
- A.2.6 乙醚;
- A.2.7 α -酸和 β -酸酒花浸膏标样。

A.3 仪器和装置

- A.3.1 高效液相色谱仪系统: 紫外或二极管阵列检测器, 自动或手动进样阀;
- A.3.2 一元或多元泵;
- A.3.3 分析柱保温箱;
- A.3.4 色谱柱: C_{18} 柱 (如: Nucleosil-5 C_{18} 250 mm $\times$ 4.6 mm 或 ODS RP18), 也可采用其他等同分析效果色谱柱;
- A.3.5 过滤装置: 1 000 mL 真空抽滤器, 0.2 μm 或 0.45 μm 滤膜;
- A.3.6 除气装置: 氮气瓶或超声波清洗器;
- A.3.7 溶解和浸提装置: 超声波水浴和温控摇床;
- A.3.8 容量瓶: 50 mL、100 mL;
- A.3.9 移液管: 20 mL、100 mL;
- A.3.10 具塞锥形瓶: 250 mL;
- A.3.11 微量进样器和塑料注射器;
- A.3.12 分析天平: 感量 $\pm 0.1 \text{ mg}$;
- A.3.13 酒花粉碎机。

A.4 流动相配比及处理方法

甲醇 + 重蒸水 + 磷酸 (85%) = 85 + 19 + 0.26。按体积比配制好后, 真空抽滤, 氮气或超声波清洗器除气。

A.5 酒花浸膏标样和待测试样的处理

A.5.1 酒花浸膏标样

将酒花浸膏标样置于 25℃ ~ 30℃ 水浴中, 搅匀。称取 0.5 g, 于 50 mL 烧杯中, 加入 30 mL 甲醇溶解, 置于超声波水浴 30 min, 转移到 100 mL 容量瓶中, 用甲醇定容, 充分混匀。取 20 mL 于 50 mL 容

量瓶中,用甲醇定容,充分混匀。用 0.45 μm 膜过滤,存于样品瓶中,准备进样。样品应低温避光保存,此样品在 24 h 内稳定。

A.5.2 压缩啤酒花和颗粒啤酒花试样的前处理

称取酒花粉末(将压缩啤酒花或颗粒啤酒花样品进行粉碎)试样 10 g,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,用 20 mL 甲醇和 100 mL 乙醚(或甲苯)萃取,于恒温 25℃ 摇床振荡 30 min,加入 40 mL 盐酸溶液(A.2.4),再摇床振荡 10 min 后,静置 20 min,分层。取上层乙醚层 20 mL,用甲醇定容至 50 mL,充分混匀,用 0.45 μm 膜过滤,存于样品瓶中,准备进样。样品应低温避光保存,此样品在 24 h 内稳定。

A.5.3 二氧化碳酒花浸膏试样的前处理

将二氧化碳酒花浸膏样品置于 25℃~30℃ 水浴中,搅匀,称取 1 g。以下操作同 A.5.1。

A.6 分析步骤

A.6.1 仪器操作条件

柱温:恒温 25℃~30℃;
检测波长:315 nm;
进样量:20 μL。

A.6.2 标样校正因子的测定

酒花浸膏标样(A.5.1),进样 20 μL,重复进样六次,计算平均校正因子。

A.6.3 试样的测定

待测试样(A.5.2 或 A.5.3),进样 20 μL,外标法计算各组分质量分数。

A.7 结果计算

各组分的校正因子按式(A.1)计算。

$$f_i = \frac{m_i \times w'_i}{A_i} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

f_i ——各组分的校正因子;
 m_i ——标样的质量,单位为克(g);
 w'_i ——标样中各组分的质量分数,%;
 A_i ——标样中各组分的峰面积。

试样中各组分的质量分数按式(A.2)计算,数值以%表示。

$$w_i = f_i \times \frac{A \times n}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

w_i ——试样中各组分的质量分数,%;
 f_i ——各组分的校正因子;
 A ——试样中各组分的峰面积;
 n ——试样的稀释倍数;
 m ——试样的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至一位小数。

A.8 允许差

同一试样两次测定值之差,不得超过平均值的 5%。