

1 主题内容与适用范围

本标准规定了压缩啤酒花及颗粒啤酒花的取样和试验方法。
本标准适用于压缩啤酒花及颗粒啤酒花的取样和试验。

2 引用标准

GB 10347.1 压缩啤酒花及颗粒啤酒花

3 取样

3.1 抽取件数

抽取件数按下式计算：

$$X = \sqrt{N} \dots\dots\dots(1)$$

式中：X —— 需抽取的件数；
N —— 全批的总件数。

3.2 取样工具

3.2.1 容器 带严密盖、干净的金属筒或不透气的塑料袋。

3.2.2 刀 不锈钢制，带护挡。

3.3 取样方法

3.3.1 从同一批产品的堆垛上下内外部位随机抽取件数。每批取样总量不得少于 600g，件数较少时，可适当加大每件的取样量。

3.3.2 压缩啤酒花取样方法。

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选取两个点，点距不小于 250 mm，用 3.2.2 刀切口，掀开包装材料，从切口下 50~100 mm 深处取一块不少于 30 g 的样品，迅速装入备妥的 3.2.1 容器中。取样时，随时注意产品的外观、香气、有害夹杂物，包与包间的差异，并做好记录。

3.3.3 颗粒啤酒花取样方法

取样前，对照检验单，核实产品批次、数量、包装等，然后拆封包装箱(桶)、每箱(桶)抽取一袋或一合，用小铲任意铲取 25~50 g 样品，迅速装入备妥的 3.2.1 容器中，取样时，随时注意产品的外观、香气、匀整度，并做好记录。

3.4 样品的分配处理

3.4.1 压缩啤酒花

在实验室，将采取的全部压缩啤酒花平均地分为两份，各约 300g，一份装入取样容器中密封保存备

查,另一份作试样,试样再均分两份,各约 150 g,一份供色泽、香气、褐色花片、夹杂物试验用;另一份 6~8 g 作水份试验,再取 15 g 粉碎做 α -酸试验用。

3.4.2 颗粒酒花

在实验室,将采取的全部颗粒啤酒花平均地分为两份,各约 300 g,一份装入取样容器中密封保存备查,另一份作试样。试样再均分两份,各约 150 g,一份供色泽、香气、匀整度、硬度、崩解时间试验用;另一份则均匀地摄取 30 g,粉碎做水分、 α -酸试验用。

4 试验方法

4.1 色泽与香气

取 3.4.1 或 3.4.2 试验样品,在光线充足(避免直射阳光)、无不良气味的场所判别色泽和香气,并按 GB 10347.1 中 4.1 或 4.2 的技术要求和参照本标准中 3.3.2 或 3.3.3 条中的记录描述判定结果。

4.2 花体完整度

取 3.4.1 压缩啤酒花试验样品观察,并按 GB 10347.1 中 4.1 条的技术要求和参照本标准中 3.3.2 条的记录描述判定结果。

4.3 匀整度

取 3.4.2 颗粒啤酒花试验样 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,在感量 0.1 g 的天平上称重,以其重量百分数表示,取一位小数。

4.4 褐色花片

称取 3.4.1 压缩啤酒花试验样品 20 g,拣出褐色花片,在感量 0.1 g 的天平上称重,以其重量百分数表示,取一位小数。

4.5 夹杂物

称取 3.4.1 压缩啤酒花试验样品 20 g,拣出花梗、花叶等,在感量 0.1 g 的天平上称重,以其重量百分数表示,取一位小数。

4.6 硬度

4.6.1 仪器

旋压弹簧式颗粒啤酒花硬度计。

4.6.2 测定

将硬度计的推进弹簧螺丝退至指示片为 0kg 处,把颗粒啤酒花样品正立于置样台上,轻轻旋动顶紧螺丝,待样品与上部锥形顶头接触而不再受力时,此时,样品应与仪器呈水平位置,不得歪斜。将推进弹簧的螺丝按顺时针方向慢慢推进,直至样品压碎为止,记录硬度计上表示的公斤数。

4.7 崩解时间

在 400 mL 的烧杯中盛入约 200 mL 自来水,放在电炉上加热,在沸腾状态下,投入 2~3 粒 3.4.2 的颗粒啤酒花试样,投入时立即按下秒表计时,观察颗粒啤酒花在沸水中已膨胀并松散状态时,停止秒表,记录时间(s)。

4.8 包装密度

4.8.1 测量与称重

测量 3.3.1 抽取的压缩啤酒花包的长、宽、高尺寸(m),然后称重(kg),按公式(2)换算成每立方米、体积压缩啤酒花的公斤数,则以其平均结果表示。

4.8.2 计算

$$X_1 = \frac{m}{L \times B \times H} \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 —— 包装密度, kg/m³;

- m —— 每包压缩啤酒花的质量, kg;
 L —— 每包压缩啤酒花的长度, m;
 B —— 每包压缩啤酒花的宽度, m;
 H —— 每包压缩啤酒花的高度, m。

4.9 水分

4.9.1 仪器

- 分析天平: 感量 0.001g;
- 电热烘箱: $250 \pm 1^\circ\text{C}$;
- 平底烘皿: 具盖, $D = 55 \sim 70\text{mm}$ (优先采用铝皿);
- 干燥器: 玻璃干燥器, 用变色硅胶作干燥剂。

4.9.2 试验

称取两份 3.4.1 试样 3 g 或 3.4.2 粉碎试样 4 g, 称准至 0.001 g, 分别置于已烘至恒重的平底烘皿中, 连同盖一并放入已恒定 $103 \sim 104^\circ\text{C}$ 的电热烘箱中烘 1 h, 加盖取出, 放入干燥器中冷却至室温连盖称重。

4.9.3 计算

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_2 —— 水分, %;

m_1 —— 烘干前皿及样品质量, g;

m_2 —— 烘干后皿及样品质量, g;

m —— 平底皿质量, g。

注: 两份平行试验的结果误差不得超过 0.5%, 否则重做试验, 报告以平行试验结果的平均值表示, 取 1 位小数。

4.10 α -酸

4.10.1 紫外分光光度法(仲裁法)

4.10.1.1 仪器

- 紫外分光光度计: 波长 $200 \sim 800\text{nm}$;
- 天平: 感量 0.0001 g;
- 粉碎机: 5000r/min。

4.10.1.2 试剂

- 甲苯: 分析纯;
- 甲醇: 分析纯;
- 氢氧化钠: 分析纯。

4.10.1.3 试剂的配制

- 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;
- 6.0 mol/L 氢氧化钠溶液: 吸取 4.10.1.3a 条的氢氧化钠饱和溶液 31.2 mL 注入 100 mL 不含二氧化碳的蒸馏水中;
- 硷性甲醇溶液: 每 100 mL 甲醇加入 0.2 mL 6.0 mol/L 氢氧化钠溶液, 此溶液当天使用当天配制。

4.10.1.4 试验

4.10.1.4.1 萃取

称取两份 3.4.1 或 3.4.2 的粉碎试样 5 g, 称准至 0.001 g, 分别投入 250 mL 具磨口塞的干净锥形瓶内, 用吸管移入 100 mL 甲苯, 加塞称重后, 用手轻轻摇动(或在振荡器上) 30 min, 倘若摇动 30 min 后

失重超过 0.3 g, 则应重作试验。将锥形瓶倾斜静置, 令其澄清备用。

4.10.1.4.2 测定

稀释 A 液: 吸取萃取液 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, 用硷性甲醇稀释定容至 50 mL。

参比液: 吸取 5.0 mL 甲苯, 用甲醇稀释定容至 100 mL, 吸取 3.0 mL, 用硷性甲醇稀释定容至 50 mL。

按仪器说明书正确调整好紫外分光光度计正常工作状态, 用 10 mm 石英皿以参比液校正仪器吸光度为零, 然后在波长 275、325、355 nm 下分别测定稀释 B 液的吸光度, 测定时, 应迅速读数。

4.10.1.4.3 计算

$$X_3 = \frac{D_A \times D_B}{50 \times E \times V} = \frac{100 \times 50}{500 \times 5 \times 3} = 0.667 \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$X_4 = 0.667 \times [-(51.56 \times A_{355}) + (73.79 \times A_{325}) - (19.07 \times A_{275})] \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$X_5 = \frac{X_4}{1 - X_2\%} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: X_3 —— 稀释系数;

X_4 —— α -酸含量, %;

X_5 —— α -酸以干态计, %;

D_A —— 稀释液 A 的体积, mL;

D_B —— 稀释液 B 的体积, mL;

500 —— 转换系数;

E —— 吸取萃取液体的体积, mL;

V —— 制备 B 液时, 吸取稀释 A 液的体积, mL。

注: ① 报告结果取一位小数。

② 两份平行试验之差不应超过 0.2%, 否则, 重作试验。

4.10.2 电导滴定法

4.10.2.1 仪器

- a. 电导率仪: DDS11A 型;
- b. 磁力搅拌器: 可调速度;
- c. 微量滴定管: 5mL;
- d. 天平: 感量 0.000 1 g。

4.10.2.2 试剂

- a. 甲苯: 分析纯;
- b. 甲醇: 分析纯;
- c. 二甲亚砜: 分析纯;
- d. 冰乙酸: 分析纯;
- e. 乙酸铅: 分析纯。

4.10.2.3 试剂的配制

a. 2% 乙酸铅溶液, 称取乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 10g, 称准至 0.000 2 g, 放于小烧杯中, 加少量甲醇和 2~3 滴冰乙酸使之溶解, 用甲醇稀释和洗涤移入 500 mL 容量瓶中, 以甲醇定容至刻度, 摇匀备用。

b. 电极浸泡液: 一份甲醇加一份冰乙酸混合。

4.10.2.4 试验

4.10.2.4.1 萃取

同 4.10.1.4.1。

4.10.2.4.2 测定

a. 将电导率仪按说明书要求进行安装调节,使进入工作状态,本测定采用铂黑电极(DJS-1),量程拨在 $\times 10$ 的位置。

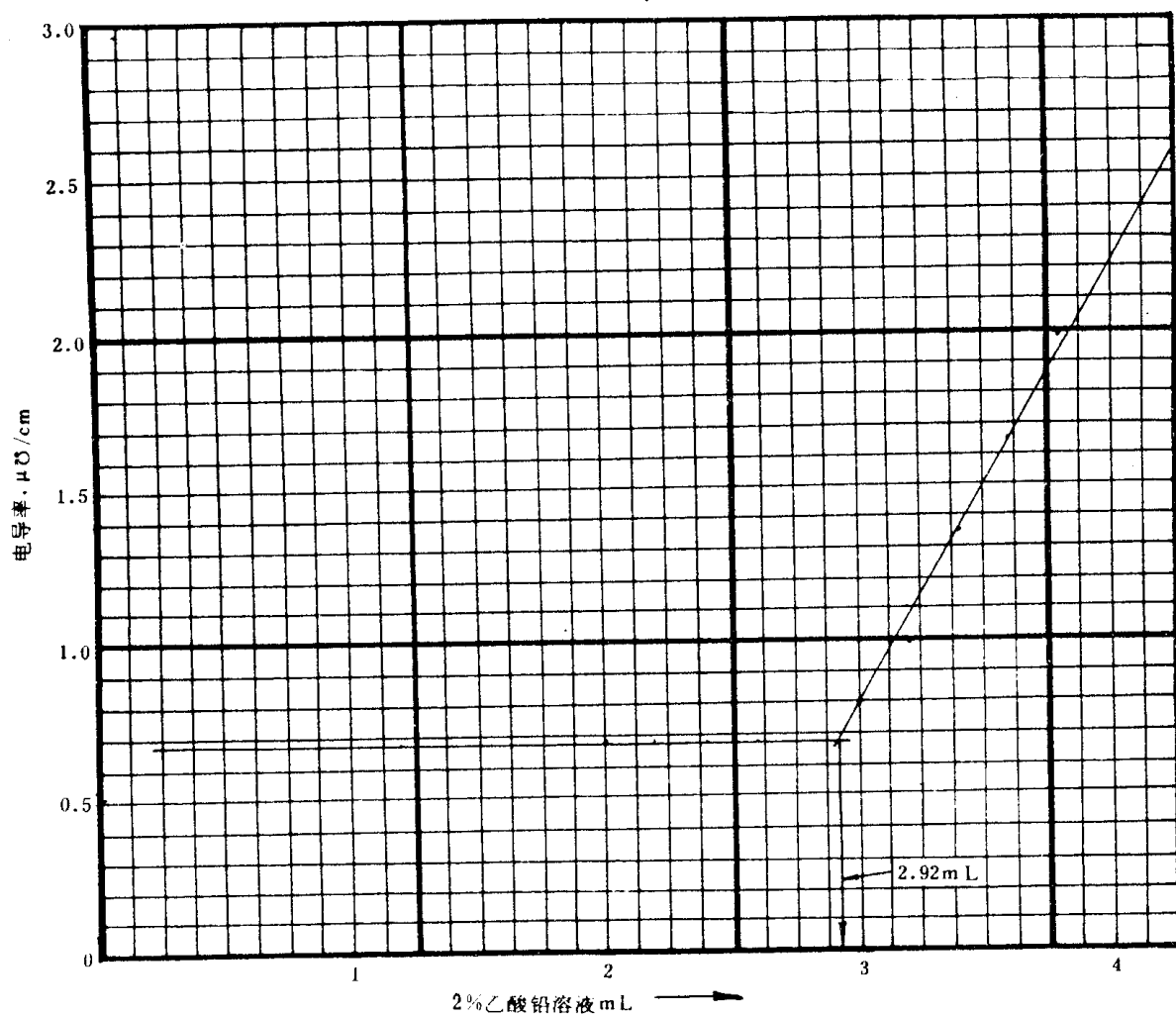
b. 吸取 10 mL 萃取清液于 50 mL 或 100 mL 干净烧杯中,加 40 mL 甲醇(测定陈酒花时,再加 10 mL 二甲亚砞),投入一枚玻璃铁芯转子,将烧杯放在磁力搅拌器平台上,插入铂黑电极于液面下,开启磁力搅拌器,从滴定管滴入 2% 乙酸铅溶液 0.1 mL 或 0.2 mL,并记录电导率读数,每滴入 0.1 mL 或 0.2 mL 记录一次读数,当电导率急剧升高后,再滴 6~7 次,并记录各次的电导率,整个滴定操作要求在 5 min 内完成,滴定完毕后将电极浸泡于 4.10.2.3(b)的溶液中数分钟,再用甲醇冲洗,以备下次滴定使用。

4.10.2.4.3 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,将各次滴定消耗之 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,即在横坐标上读得滴定终点时消耗 2% 乙酸铅溶液的毫升数。

4.10.2.4.4 作图举例

2% 乙酸铅溶液 mL	电导率 $\mu\text{S}/\text{cm}$	2% 乙酸铅溶液 mL	电导率 $\mu\text{S}/\text{cm}$
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		



4.10.2.4.5 计算

$$X_6 = \frac{C \times V \times 358 \times 100}{\frac{379.34}{2} \times 5 \times 10 \times 2} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

$$X_7 = \frac{C \times V \times 188.75}{1 - X_2\%} \dots\dots\dots (8)$$

式中: X_6 —— α -酸含量, %;

X_7 —— α -酸以干态计, %;

C —— 乙酸铅溶液的浓度, %;

V —— 滴定终了时耗用乙酸铅溶液的体积, mL;

358—— α -酸的摩尔质量, g/mol;

379.34——乙酸铅的摩尔质量, g/mol;

5——样品的质量, g;

10——吸取萃取液的体积, mL。

注: ① 两份平行试验误差不应超过 0.2%。

② 计算结果取 1 位小数。

4.11 β -酸(紫外分光光度法)

4.11.1 仪器、试剂的配制、萃取、测定均与 4.10.1 各条完全相同, 仅取其测定值另作计算。

4.11.2 计算

$$X_8 = 0.667 \times [+ (55.57 \times A_{355}) - (47.59 \times A_{325}) + (5.10 \times A_{275})] \quad \dots\dots\dots (9)$$

$$X_9 = \frac{X_8}{1 - X_2\%} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中: X_8 —— β -酸含量, %;

X_9 —— β -酸以干态计, %。

注: 报告结果取一位小数。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部、国家进出口商品检验局提出。

本标准由轻工业部食品发酵工业科学研究所、国家进出口商品检验局标准处、农牧渔业部农垦局科技处归口。

本标准由国家进出口商品检验局标准处、轻工业部食品发酵工业科学研究所、北京农业大学园艺系、新疆进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人李增友、杜钟、潘季淑、王忠贵。