



中华人民共和国国家标准

GB/T 7416.3—202×

代替 GB/T 20369—2006

啤酒原料质量要求 第 3 部分：啤酒花及其制品

Quality requirements for brewing material—
Part 3: Hops and hop products

×××××-××-×××发布

×××××-××-×××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

引言 V

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 3

5 要求 4

6 试验方法 6

7 检验规则..... 16

8 标志、包装、运输和贮存..... 18

参考文献 19

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。

本文件规定了质量相关技术要求，食品安全相关要求见有关法律法规、政策和食品安全标准等文件。

本文件是 GB/T 7416《啤酒原料质量要求》的第3部分。GB/T 7416 已经发布了以下部分：

- 第1部分：啤酒大麦；
- 第2部分：啤酒麦芽；
- 第3部分：啤酒花及其制品。

本文件代替 GB/T 20369—2006《啤酒花制品》，与 GB/T 20369—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了术语“啤酒花”“啤酒花制品”“颗粒啤酒花”“苦味型啤酒花”“高 α -酸型啤酒花”“芳香型啤酒花”“兼优型啤酒花”“异构颗粒啤酒花”“异构酒花浸膏”和“酒花油”的定义（见 3.1.1、3.1.2、3.2.2、3.2.4、3.2.4.1、3.2.5、3.2.6、3.3.1、3.3.2、3.3.3）；
- b) 增加了“二氧化碳酒花浸膏”的许用术语（见 3.2.3）；
- c) 更改了术语“压缩啤酒花”“颗粒啤酒花（90 型）”“颗粒啤酒花（45 型）”“二氧化碳萃取啤酒花”“散碎颗粒（不匀整度）”“贮藏指数”和“夹杂物”的定义（见 3.2.1、3.2.2.1、3.2.2.2、3.2.3、3.4.3、3.4.4 和 3.4.5，2006 年版的 3.1、3.2、3.3、3.4、3.7、3.8 和 3.9）；
- d) 删除了按形态分类（见 2006 年版的第 4 章），增加了啤酒花按形态和工艺分类、啤酒花按用途分类和啤酒花制品按形态和工艺分类（见第 4 章）；
- e) 增加了二氧化碳萃取啤酒花和异构颗粒啤酒花的感官要求（见 5.1.3 和 5.1.4）；
- f) 更改了压缩啤酒花和颗粒啤酒花的理化要求（见 5.2.1 和 5.2.2，2006 年版的 5.2.1 和 5.2.2），增加了压缩啤酒花、颗粒啤酒花、二氧化碳萃取啤酒花的总含油量要求（见 5.2.1、5.2.2 和 5.2.3）；
- g) 增加了异构颗粒啤酒花的理化要求（见 5.2.4）；
- h) 增加了净含量的要求（见 5.3）；
- i) 更改了“水分”“ α -酸和 β -酸”的试验方法（见 6.8 和 6.9，2006 年版的 6.7 和 6.8）；
- j) 增加了“总含油量”“异 α -酸”“净含量”的试验方法（见 6.11、6.12 和 6.13）；
- k) 更改了“检验规则”的要求（见第 7 章，2006 年版的第 7 章）；
- l) 更改了“标志”“包装”和“贮存”的要求（见 8.1、8.2 和 8.4，2006 年版的 8.1、8.2 和 8.4）。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国酿酒标准化技术委员会(SAC/TC 471)归口。

本文件起草单位：中国酒业协会、青岛啤酒股份有限公司、华润雪花啤酒(中国)有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司、青岛市产品质量检验研究院、北京燕京啤酒股份有限公司、嘉士伯企业管理咨询有限公司、百威投资(中国)有限公司、广州珠江啤酒股份有限公司、甘肃亚盛绿鑫啤酒原料集团有限责任公司、新疆三宝乐农业科技开发有限公司、百威哈尔滨啤酒有限公司、广州南沙珠江啤酒有限公司、北京双合盛五星啤酒有限公司、奇华顿食用香精香料(上海)有限公司。

本文件主要起草人：何勇、徐楠、钟俊辉、孟镇、郭新光、元月、张凤艳、宋玉梅、包莹、向阳、王培武、尹花、杨杰、王雪、尤贺、谭燕、卢虹宇、郝建秦、张源、陈明、刘晓琳、朱兵、孙湘君、田洁。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2006 年首次发布为 GB/T 20369—2006；
- 本次为第一次修订。

引 言

啤酒花及其制品是啤酒的重要原料之一,对啤酒风格具有重要影响。GB/T 7416《啤酒原料质量要求》规定了包括啤酒大麦、啤酒麦芽、啤酒花及其制品等原料的质量要求,GB/T 7416 拟由三个部分构成。

- 第 1 部分:啤酒大麦。
- 第 2 部分:啤酒麦芽。
- 第 3 部分:啤酒花及其制品。

啤酒原料质量要求

第3部分：啤酒花及其制品

1 范围

本文件规定了啤酒花及其制品的技术要求、检验规则和标志、包装、运输、贮存，描述了相应的试验方法。

本文件适用于啤酒花及其制品的生产、检验与销售。

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 包装储运图形符号标志
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 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 基本术语

3.1.1

啤酒花 hops

将采摘的酒花球果经物理加工制得的产品。

3.1.2

啤酒花制品 hop products

将压缩啤酒花或颗粒啤酒花等经异构化和/或萃取等工艺再加工制得的产品。

3.2 啤酒花

3.2.1

压缩啤酒花 compressed hops

将采摘的酒花球果经烘烤、回潮，垫以包装材料，打包成型制得的啤酒花。

3.2.2

颗粒啤酒花 hop pellets

压缩啤酒花经粉碎、压粒等工艺制得的颗粒状啤酒花。

3.2.2.1

颗粒啤酒花(90 型) type 90 hop pellets

压缩啤酒花经粉碎、筛分、混合、压粒、包装后制得的颗粒啤酒花。

3.2.2.2

颗粒啤酒花(45 型) type 45 hop pellets

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啤酒花。

3.2.3

二氧化碳萃取啤酒花 CO₂ hop extract

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状啤酒花。

3.2.4

苦味型啤酒花 bittering hops

苦味物质含量较高的啤酒花。

注：主要用于提供基础苦味支撑。

3.2.4.1

高 α -酸型啤酒花 high-alpha acid hops

α -酸含量突出的苦味型啤酒花。

注： α -酸含量一般大于或等于 9.0%。

3.2.5

芳香型啤酒花 aroma hops

芳香物质含量较高的啤酒花。

3.2.6

兼优型啤酒花 dual-purpose hops

苦味物质和芳香物质含量均丰富的啤酒花。

3.3 啤酒花制品

3.3.1

异构颗粒啤酒花 isomerized hop pellets

颗粒啤酒花经 α -酸异构化等工艺制成的颗粒状啤酒花制品。

3.3.2

异构酒花浸膏 isomerized hop extract

压缩啤酒花、颗粒啤酒花等经 α -酸异构化等工艺制成的浸膏状啤酒花制品。

3.3.3

酒花油 hop oil

压缩啤酒花或颗粒啤酒花经萃取分离或低温减压蒸馏提取制成的啤酒花制品。

3.4 其他

3.4.1

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。

3.4.2

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。

3.4.3

散碎颗粒(不匀整度) **incomplete pellet**

散碎及长度小于正常颗粒直径二分之一的颗粒。

3.4.4

贮藏指数 **hop storage index; HSI**

压缩啤酒花和颗粒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。

3.4.5

夹杂物 **impurity**

压缩啤酒花中含有的非酒花球果的植株部分。

注：如啤酒花中的茎、叶、花梗等。

4 产品分类

4.1 啤酒花

4.1.1 按形态和工艺分为以下类别。

——压缩啤酒花。

——颗粒啤酒花：

- 颗粒啤酒花(90 型)；
- 颗粒啤酒花(45 型)；
- 其他。

——二氧化碳萃取啤酒花：

- 超临界二氧化碳萃取啤酒花；
- 液态二氧化碳萃取啤酒花。

4.1.2 按用途分为以下类别。

——苦味型啤酒花：

- 高 α -酸型啤酒花；
- 其他。

——芳香型啤酒花。

——兼优型啤酒花。

4.2 啤酒花制品

按形态和工艺分为以下类别。

——异构颗粒啤酒花。

——异构酒花浸膏：

- 二氢异构酒花浸膏；
- 四氢异构酒花浸膏；
- 六氢异构酒花浸膏；
- 其他。

——酒花油。

5 要求

5.1 感官要求

5.1.1 压缩啤酒花

应符合表 1 的规定。

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、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 的规定。

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、正常的酒花香气,无异杂气味	

5.1.3 二氧化碳萃取啤酒花

应符合表 3 的规定。

表 3 二氧化碳萃取啤酒花感官要求

项目	要求
色泽	具有本品应有的色泽 ^a
香气	具有明显的、正常的酒花香气,无异杂气味
^a 如深绿、金黄、棕黄色等。	

5.1.4 异构颗粒啤酒花

应符合表 4 的规定。

表 4 异构颗粒啤酒花感官要求

项目	要求
色泽	黄绿色或绿色
香气	具有明显的、正常的酒花香气,无异杂气味

5.1.5 异构酒花浸膏(二氢异构酒花浸膏、四氢异构酒花浸膏、六氢异构酒花浸膏)和酒花油

应按相应的产品标准执行。

5.2 理化要求

5.2.1 压缩啤酒花

应符合表 5 的规定。

表 5 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/(g/100 g)		7.0~9.0		
α -酸(干态计) ^b /%	苦味型啤酒花	≥6.7	≥6.2	
	芳香型啤酒花	≥3.0	≥2.5	
β -酸(干态计) ^b /%	苦味型啤酒花	≥3.5	≥3.0	
	芳香型啤酒花	≥3.0	≥2.5	
贮藏指数(HSI) ^b		≤0.35	≤0.40	≤0.45
总含油量/(mL/100 g)		≥0.30		
^a 不允许有植株以外的任何金属、沙石、泥土等杂质。				
^b 兼优型啤酒花、高 α -酸型啤酒花,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 6 的规定。

表 6 颗粒啤酒花理化要求

项目		90 型		45 型
		优级	一级	
散碎颗粒(不匀整度)/%		≤4.0		
崩解时间/s		≤15		
水分/(g/100 g)		7.0~10.0		6.5~8.5
α-酸(干态计) ^a /%	苦味型啤酒花	≥6.2	≥6.0	≥11.0
	芳香型啤酒花	≥3.0	≥2.5	≥5.0
β-酸(干态计) ^a /%	苦味型啤酒花	≥3.5	≥3.0	≥5.0
	芳香型啤酒花	≥3.0	≥2.5	≥5.0
贮藏指数(HSD) ^a		≤0.40	≤0.45	≤0.45
总含油量/(mL/100 g)		≥0.30		
^a 兼优型啤酒花、高 α-酸型啤酒花,其 α-酸、β-酸、贮藏指数不受此要求限制。				

5.2.3 二氧化碳萃取啤酒花

应符合表 7 的规定。

表 7 二氧化碳萃取啤酒花理化要求

项目	超临界二氧化碳萃取	液态二氧化碳萃取
α -酸(干态计)/%	≥ 35.0	≥ 30.0
水分/(g/100 g)	≤ 5.0	
总含油量/(mL/100 g)	≥ 1.00	

5.2.4 异构颗粒啤酒花

应符合表 8 的规定。

表 8 异构颗粒啤酒花理化要求

项目	优级	一级
异 α -酸(干态计) ^a /%	≥6.0	≥5.0
水分/(g/100 g)	6.0~9.0	
^a 芳香型啤酒花、高 α -酸型啤酒花,其异 α -酸不受此要求限制。		

5.2.5 异构酒花浸膏(二氢异构酒花浸膏、四氢异构酒花浸膏、六氢异构酒花浸膏)和酒花油

应按相应的产品标准执行。

5.3 净含量

见《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

6 试验方法

6.1 通则

- 6.1.1 所用的水,在未注明其他要求时,均指符合 GB/T 6682 要求的水。
- 6.1.2 所用的试剂,在未注明规格时,均指分析纯(AR)。配制的“溶液”,除另有说明外,均指水溶液,实验室常见试剂和材料不再列入。
- 6.1.3 仅列出分析中所必需的仪器设备,一般实验室仪器设备不再列入。
- 6.1.4 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。
- 6.1.5 分析中所使用的压缩啤酒花、颗粒啤酒花、二氧化碳萃取啤酒花、异构颗粒啤酒花样品,均按 7.2.3.1、7.2.3.2、7.2.3.3 和 7.2.3.4 的抽样方法进行抽样。

6.2 色泽与香气

取相应样品,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,按 5.1 要求,评价样品的色泽与香气。

6.3 花体状态

取压缩啤酒花样品,仔细观看其花体完整程度,做好记录,并按表 1 要求,评价花体状态。

6.4 褐色花片

称取压缩啤酒花样品 20 g,拣出褐色花片,在天平(分辨力 0.1 g)上称量,以质量分数表示,并按表 5 要求,进行评价。

6.5 夹杂物

称取压缩啤酒花样品 20 g,拣出茎、叶、花梗等,在天平(分辨力 0.1 g)上称量,以质量分数表示,并按表 5 要求,进行评价。

6.6 散碎颗粒(不匀整度)

称取颗粒啤酒花样品 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(分辨力 0.1 g)上称量,以质量分数表示,并按表 6 要求,进行评价。

6.7 崩解时间

于 400 mL 烧杯中盛入约 200 mL 水,放在电炉上加热,在沸腾状态下,投入 2 粒~3 粒颗粒啤酒花样品,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)]。

6.8 水分

按 GB 5009.3 描述的方法进行。

6.9 α -酸和 β -酸

6.9.1 紫外分光光度法

6.9.1.1 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,通过方程式计算出样品中 α -酸和 β -酸的含量。

6.9.1.2 试剂或材料

6.9.1.2.1 甲苯。

6.9.1.2.2 甲醇(色谱纯):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。

6.9.1.2.3 无二氧化碳的水:按 GB/T 603 制备。

6.9.1.2.4 氢氧化钠饱和溶液:将氢氧化钠配制成饱和溶液,注入塑料瓶中,密闭放置至溶液清亮。

6.9.1.2.5 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(6.9.1.2.4),用无二氧化碳的水(6.9.1.2.3)定容至 100 mL,混匀。此溶液保质期为 30 d~60 d,使用塑料瓶密封避光保存。

6.9.1.2.6 碱性甲醇溶液:于 100 mL 甲醇(6.9.1.2.2)中加入 0.2 mL 氢氧化钠溶液(6.9.1.2.5),现配现用。

6.9.1.2.7 甲苯溶液:吸取甲苯(6.9.1.2.1)1 mL,用碱性甲醇溶液(6.9.1.2.6)稀释,定容至 100 mL,混

匀。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 0.8。

6.9.1.3 仪器设备

6.9.1.3.1 紫外分光光度计:波长 200 nm~800 nm,备有 1 cm 石英比色皿。

6.9.1.3.2 分析天平:分辨力 0.1 mg。

6.9.1.3.3 粉碎机:转速不低于 5 000 r/min。

6.9.1.3.4 具塞锥形瓶:250 mL。

6.9.1.3.5 振荡器。

6.9.1.3.6 移液管:3 mL、5 mL 和 100 mL。

6.9.1.3.7 容量瓶:50 mL 和 100 mL。

6.9.1.4 样品

6.9.1.4.1 压缩啤酒花和颗粒啤酒花

取样品约 20 g 进行粉碎,间断式启动粉碎机 2 次~3 次,每次粉碎时间在 30 s 内,粉碎结束后呈粉末状,没有明显颗粒或团块,混匀。称取两份样品各 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 甲苯溶液(6.9.1.2.7),盖塞称重后,在振荡器上振摇 30 min(振荡速度 120 r/min),将锥形瓶倾斜静置 20 min,保留澄清液 A,用于 α -酸和 β -酸含量的测定(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)。样品从粉碎到开始试验的时间宜不超过 1.5 h。

6.9.1.4.2 二氧化碳萃取啤酒花

取样品 1 听,放入 40 °C 水浴中保温 30 min,使膏体变成流体状,然后开罐,用取样勺将样品混匀,称取两份样品各 0.5 g,精确至 0.001 g,分别投入两个 250 mL 的具塞锥形瓶中,用移液管移入 100 mL 甲苯溶液(6.9.1.2.7),盖塞称量后,置于振荡器上 30 min(振荡速度 120 r/min),将锥形瓶倾斜静置 20 min,保留澄清液 A,用于 α -酸和 β -酸含量的测定(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)。样品从取样到开始试验的时间宜不超过 1.5 h。

6.9.1.5 试验步骤

试验步骤如下。

- 稀释液 A:吸取 5.0 mL 澄清液 A,用甲醇稀释定容至 100 mL,混匀。
- 稀释液 B:吸取 3.0 mL 稀释液 A,用碱性甲醇溶液稀释定容至 50 mL,混匀。
- 参比液:吸取 5.0 mL 甲苯,用甲醇稀释定容至 100 mL,混匀。然后吸取该溶液 3.0 mL,再用碱性甲醇稀释定容至 50 mL,混匀。
- 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 下分别测定稀释液 B 的吸光度。测定时,应迅速读数。

6.9.1.6 试验数据处理

6.9.1.6.1 稀释系数按公式(1)计算:

$$n = \frac{V_A \times V_B}{100 \times m \times V_1 \times V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

n —— 稀释系数;

V_A —— 稀释液 A 的体积,单位为毫升(mL);

V_B —— 稀释液 B 的体积,单位为毫升(mL);

100 —— 换算系数;

m —— 样品的质量,单位为克(g);

V_1 —— 吸取澄清液 A 的体积,单位为毫升(mL);

V —— 制备稀释液 B 时吸取稀释液 A 的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后三位。

6.9.1.6.2 样品中 α -酸的含量以质量分数 ω_3 计,数值以 % 表示,按公式(2)和公式(3)计算:

$$\omega_2 = n \times [- (51.56 \times A_{355}) + (73.79 \times A_{325}) - (19.07 \times A_{275})] \quad \cdots \cdots (2)$$

$$\omega_3 = \frac{\omega_2}{1 - \omega_1} \times 100 \quad \cdots \cdots (3)$$

式中:

ω_2 —— 样品中 α -酸的质量分数, %;

n —— 稀释系数;

A_{355} —— 稀释液 B 在波长 355 nm 下的吸光度;

A_{325} —— 稀释液 B 在波长 325 nm 下的吸光度;

A_{275} —— 稀释液 B 在波长 275 nm 下的吸光度;

ω_3 —— 样品的 α -酸的质量分数(干态计), %;

ω_1 —— 样品中水分的质量分数, %。

计算结果表示到小数点后一位。

6.9.1.6.3 样品中 β -酸的含量以质量分数 ω_5 计,数值以 % 表示,按公式(4)和公式(5)计算:

$$\omega_4 = n \times [+ (55.57 \times A_{355}) - (47.59 \times A_{325}) + (5.10 \times A_{275})] \quad \cdots \cdots (4)$$

$$\omega_5 = \frac{\omega_4}{1 - \omega_1} \times 100 \quad \cdots \cdots (5)$$

式中:

ω_4 —— 样品中 β -酸的质量分数, %;

n —— 稀释系数;

A_{355} —— 稀释液 B 在波长 355 nm 下的吸光度;

A_{325} —— 稀释液 B 在波长 325 nm 下的吸光度;

A_{275} —— 稀释液 B 在波长 275 nm 下的吸光度;

ω_5 —— 样品中 β -酸的质量分数(干态计), %;

ω_1 —— 样品中水分的质量分数, %。

计算结果表示到小数点后一位。

6.9.1.7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 5 %。

6.9.2 高效液相色谱法

6.9.2.1 原理

试样中的 α -酸被分离为合萆草酮、萆草酮和加萆草酮; β -酸被分离为合蛇麻酮单峰、蛇麻酮和加蛇麻酮,采用高效液相色谱分析仪,通过外标法计算各组分的峰面积,得到样品中的 α -酸和 β -酸的总含量。

6.9.2.2 试剂或材料

6.9.2.2.1 甲醇:色谱纯。

6.9.2.2.2 甲苯。

6.9.2.2.3 乙醚。

6.9.2.2.4 重蒸水。

6.9.2.2.5 磷酸:85%。

6.9.2.2.6 α -酸和 β -酸酒花浸膏参比样。

6.9.2.2.7 盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。

6.9.2.3 仪器设备

6.9.2.3.1 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。

6.9.2.3.2 一元或多元泵。

6.9.2.3.3 分析柱保温箱。

6.9.2.3.4 过滤装置:1 000 mL 真空抽滤器,0.2 μm 或 0.45 μm 滤膜。

6.9.2.3.5 除气装置:氮气瓶或超声波清洗器。

6.9.2.3.6 溶解和浸提装置:超声波水浴和温控摇床。

6.9.2.3.7 容量瓶:50 mL、100 mL。

6.9.2.3.8 移液管:20 mL、100 mL。

6.9.2.3.9 具塞锥形瓶:250 mL。

6.9.2.3.10 微量进样器和塑料注射器。

6.9.2.3.11 分析天平:分辨力 0.1 mg。

6.9.2.3.12 粉碎机:转速不低于 5 000 r/min。

6.9.2.4 样品

6.9.2.4.1 压缩啤酒花和颗粒啤酒花

取适量样品进行粉碎,间断式启动粉碎机 2 次~3 次,每次粉碎时间在 30 s 内,粉碎结束后呈粉末状,没有明显颗粒或团块,混匀。然后称取 10 g 粉末,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 $^{\circ}\text{C}$ 摇床振荡 30 min,加入 40 mL 盐酸标准滴定溶液,再用摇床振荡 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,混匀,用 0.45 μm 滤膜过滤,保留滤液 A,用于 α -酸和 β -酸含量的测定。滤液 A 在低温避光的条件下可稳定保存 24 h。

6.9.2.4.2 二氧化碳萃取啤酒花

取样品 1 听,放入 25 $^{\circ}\text{C}$ ~30 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中保温 30 min 左右,使膏体变成流体状,然后开罐,用取样勺将样品混匀,称取 1 g。以下操作同 6.9.2.4.1。

6.9.2.5 试验步骤

6.9.2.5.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下。

a) 色谱柱: C_{18} 柱,长 250 mm,内径 4.6 mm,也可采用其他等同分析效果色谱柱。

b) 流动相: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。

- c) 柱温:恒温 25℃~30℃。
- d) 检测波长:314 nm。
- e) 进样量:20 μL。

6.9.2.5.2 酒花浸膏参比溶液的制备

将酒花浸膏参比样置于 25℃~30℃水浴中保温 30 min 左右,使膏体变成流体状,用取样勺将样品混匀。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,转移至 100 mL 容量瓶中,用甲醇定容,混匀。再取 20 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,混匀。用 0.45 μm 滤膜过滤,存于样品瓶中,备用。滤液 A 在低温避光的条件下可稳定保存 24 h。

6.9.2.5.3 校正因子的测定

取酒花浸膏参比溶液(6.9.2.5.2)上机测定,重复进样六次,计算平均校正因子。

6.9.2.5.4 样品的测定

将滤液 A 按实际情况,稀释适当倍数后,上机测定,外标法计算各组分质量分数。

6.9.2.6 试验数据处理

6.9.2.6.1 各组分的校正因子按公式(6)计算:

$$f_i = \frac{m_i \times \omega_i'}{A_i} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- f_i —— 各组分的校正因子;
- m_i —— 参比样的质量,单位为克(g);
- ω_i' —— 参比样中各组分的质分数, %;
- A_i —— 参比样中各组分的峰面积。

6.9.2.6.2 样品中各组分的含量以质量分数 ω_i 计,数值以 % 表示,按公式(7)计算:

$$\omega_i = \frac{m_i \times \omega_i' \times A \times n}{A_i \times m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- ω_i —— 样品中各组分的质分数, %;
- m_i —— 参比样的质量,单位为克(g);
- ω_i' —— 参比样中各组分的质分数, %;
- A —— 样品中各组分的峰面积;
- n —— 样品的稀释倍数(未稀释时 $n=1$);
- A_i —— 参比样中各组分的峰面积;
- m —— 样品的质量,单位为克(g)。

样品中 α -酸的含量以合萆草酮、萆草酮和加萆草酮的质分数之和表示; β -酸的含量以合蛇麻酮、蛇麻酮和加蛇麻酮的质分数之和表示。

计算结果表示到小数点后一位。

6.9.2.7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 5%。

6.10 贮藏指数

6.10.1 原理

酒花的加工过程和贮存、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, 测定压缩啤酒花和颗粒啤酒花的碱性甲醇萃取液的吸光度之比。

6.10.2 试剂或材料

同 6.9.1.2。

6.10.3 仪器设备

同 6.9.1.3。

6.10.4 样品

同 6.9.1.4。

6.10.5 试验步骤

同 6.9.1.5。

6.10.6 试验数据处理

样品的贮藏指数按公式(8)计算:

$$\omega_9 = \frac{A_{275}}{A_{325}} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

ω_9 ——样品的贮藏指数(HSI);

A_{275} ——样品在波长 275 nm 下的吸光度;

A_{325} ——样品在波长 325 nm 下的吸光度。

计算结果表示到小数点后两位。

6.11 总含油量

6.11.1 原理

将样品的水悬浮液进行蒸馏, 馏出液收集在有刻度的接收管中, 读出馏出液的体积, 计算总含油量。

6.11.2 仪器设备

6.11.2.1 圆底烧瓶: 容量 5 000 mL。

6.11.2.2 蒸馏接收管: 容量 3 mL~5 mL, 刻度 0.1 mL。

6.11.2.3 冷凝管: 球形。

6.11.2.4 可调式加热装置。

6.11.2.5 量筒: 容量 1 000 mL。

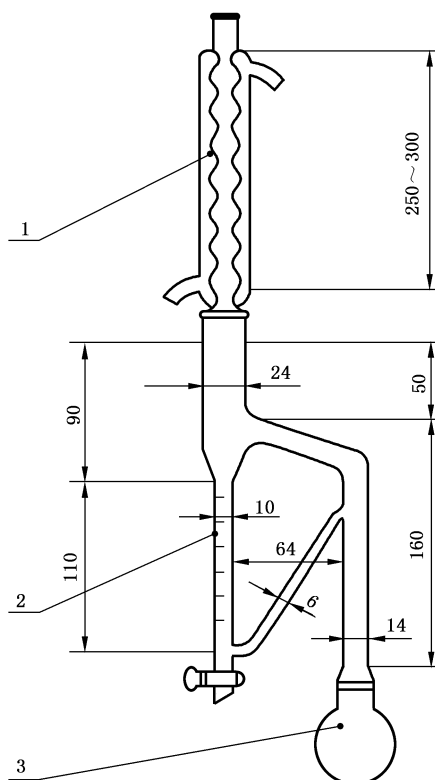
6.11.2.6 防爆沸粒或玻璃珠。

6.11.2.7 粉碎机。

6.11.2.8 分析天平: 分辨力 0.01 g。

6.11.2.9 挥发油测定器(示意图见图 1)。

单位为毫米



标引序号说明:

1——冷凝管;

2——蒸馏接收管(容量 5 mL, 刻度 0.1 mL);

3——圆底烧瓶(容量 5 000 mL)。

图 1 挥发油测定器示意图

6.11.3 样品

6.11.3.1 压缩啤酒花和颗粒啤酒花

取适量样品用捣碎机粉碎后混匀。

6.11.3.2 二氧化碳萃取啤酒花

取适量样品放入 40 ℃ 水浴中保温 30 min, 使膏体变成流体状, 然后开罐, 用取样勺将样品混匀。

6.11.4 试验步骤

称取制备好的压缩啤酒花约 100 g 或颗粒啤酒花样品约 100 g 或二氧化碳萃取啤酒花约 10 g, 精确至 0.01 g, 置于圆底烧瓶中, 加入 3 L 蒸馏水, 再加入防爆沸粒或玻璃珠, 连接好挥发油测定器, 蒸馏接收管应事先注满蒸馏水。然后大功率加热烧瓶, 沸腾后调节至适当功率, 使馏出液每分钟从冷凝管滴下 30 滴~40 滴, 缓慢蒸馏 4 h。关闭热源, 冷却至室温后读出馏出液的体积, 精确至 0.05 mL。

6.11.5 试验数据处理

样品中总油含量以质量分数 X_o 计, 数值以 mL/100 g 表示, 按公式(9)计算:

$$X_o = \frac{V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

X_o ——样品中总含油量,单位为毫升每百克(mL/100 g);

V ——从蒸馏接收管中测得的馏出液的体积,单位为毫升(mL);

m ——样品的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.11.6 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

6.12 异 α -酸

6.12.1 原理

异 α -酸被分离成异合萆草酮、异萆草酮、异加萆草酮,采用配有紫外检测器的高效液相色谱分析仪,通过外标法计算各组分的峰面积,得到样品中异 α -酸的含量。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 甲醇:色谱纯。

6.12.2.2 磷酸:85%。

6.12.2.3 乙醚。

6.12.2.4 酸性甲醇:取 1 L 甲醇,加入 0.5 mL 的磷酸(6.12.2.2),混匀。

6.12.2.5 盐酸标准滴定溶液[$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。

6.12.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(\text{EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。

6.12.2.7 异 α -酸酒花浸膏参比样。

6.12.3 仪器设备

6.12.3.1 高效液相色谱仪(配备紫外检测器)。

6.12.3.2 分析柱保温箱。

6.12.3.3 0.22 μm 有机相过滤膜。

6.12.3.4 超声波振荡器。

6.12.3.5 过滤装置:1 000 mL 真空抽滤器,0.2 μm 或 0.45 μm 滤膜。

6.12.3.6 容量瓶:50 mL、100 mL。

6.12.3.7 具塞锥形瓶:250 mL。

6.12.3.8 分析天平:分辨力 0.1 mg。

6.12.3.9 酒花粉碎机。

6.12.4 样品

取适量样品进行粉碎,间断式启动粉碎机 2 次~3 次,每次粉碎时间在 30 s 内,粉碎结束后呈粉末状,没有明显颗粒或团块,混匀。称取酒花粉末 5 g,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 酸性甲醇和 100 mL 乙醚,振荡 30 min,加入 40 mL 盐酸标准滴定溶液,再振荡 10 min 后,静置 10 min,分层。取上层乙醚层 5 mL,用酸性甲醇定容至 50 mL,混匀,用 0.22 μm 滤膜过滤,保留滤液 B,用于异 α -酸含量的测定。滤液 B 在低温避光的条件下可稳定保存 24 h。

6.12.5 试验步骤

6.12.5.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下。

- a) 色谱柱: C₁₈ 色谱柱(150 mm×4.6 mm), 也可采用其他等同分析效果色谱柱。
- b) 流动相: 甲醇+重蒸水+磷酸(85%) + 0.1 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 = 740 + 250 + 10 + 2。按体积比配制好后, 真空抽滤, 超声波振荡器除气。
- c) 流速: 1.0 mL/min。
- d) 柱温: (40±0.5)℃。
- e) 检测波长: 270 nm。
- f) 进样量: 10 μL。

6.12.5.2 异 α-酸酒花浸膏参比溶液的制备

将异 α-酸酒花浸膏参比样置于 25℃~30℃ 水浴中保温 30 min 左右, 使膏体变成流体状, 用取样勺混匀。称取 0.1 g±0.1 mg 于 100 mL 容量瓶中, 加入 40 mL 酸性甲醇溶液, 超声波振荡 30 s, 用酸性甲醇定容, 混匀。取 10 mL 于 50 mL 容量瓶中, 用酸性甲醇定容, 混匀。用 0.22 μm 滤膜过滤, 存于样品瓶中备用。溶液在低温避光的条件下可稳定保存 24 h。

6.12.5.3 样品的测定

平衡色谱柱 30 min 后进样, 异 α-酸酒花浸膏参比溶液与滤液 B 交替进样, 每个样品至少重复两次, 外标法计算各组分质量分数。

6.12.6 试验数据处理

样品中异 α-酸的含量以质量分数 X 计, 数值以 % 表示, 按公式(10)计算:

$$X = \frac{m_i \times 2 \times X_i \times A_s}{m \times A_i} \dots\dots\dots (10)$$

式中:

X ——样品中异 α-酸的质量分数, %;

m_i ——参比样的质量, 单位为克(g);

2 ——样品的稀释因子;

X_i ——参比样中各组分的质量分数, %;

A_s ——样品中异 α-酸各组分的峰面积;

m ——样品的质量, 单位为克(g);

A_i ——参比样中异 α-酸各组分的峰面积。

样品中异 α-酸的含量以异合葎草酮、异葎草酮和异加葎草酮的质量分数之和表示。

计算结果表示到小数点后一位。

6.12.7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 5%。

6.13 净含量

按 JJF 1070 的规定执行。

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 20 t(或相当于 20 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萃取啤酒花为同一批,并注明加工日期、萃取方法和 α -酸含量。二氧化碳萃取啤酒花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。

7.1.4 同一生产厂(场)、在同一时期加工的异构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(异构)。异构颗粒啤酒花的批量以质量不超过 6 t(或相当于 6 t 的包数或箱数)为一个检验标准批次。

7.2 抽样

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。抽取样品数按公式(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 9 抽取样本数。

表 9 抽样表

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

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,抵开包装材料,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,每批取样总量不应少于 1 400 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 700 g)装入密闭容器中,一份封存备查,另一份样品再分成两份(各约 150 g 和 550 g)进行感官和理化分析。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,每批取样总量不应少于 1 400 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 700 g)装入密闭容器中,一份封存备查,另一份样品再分成两份(各约 150 g 和 550 g)进行感官和理化分析。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 二氧化碳萃取啤酒花

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。用小刀打开包装罐,置于 40 ℃ 的恒温水浴中加热 30 min 后,混匀,每罐取样不少于 10 g,总量不少于 250 g,混合后加热搅拌均匀,取足分析用量后,余量封存备查。

7.2.3.4 异构颗粒啤酒花

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,每批取样总量不应少于 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)进行感官和理化分析。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。

7.3 检验分类

7.3.1 出厂检验

7.3.1.1 产品出厂(场)前,应由生产厂(场)的技术检验部门按本文件规定逐批进行检验,检验结果符合本文件,方可出厂(场)。

7.3.1.2 压缩啤酒花检验项目包括:夹杂物、水分、 α -酸、贮藏指数。

7.3.1.3 颗粒啤酒花检验项目包括:散碎颗粒、崩解时间、水分、 α -酸、贮藏指数。

7.3.1.4 二氧化碳萃取啤酒花检验项目包括:水分、 α -酸。

7.3.1.5 异构颗粒啤酒花检验项目包括:水分、异 α -酸。

7.3.2 型式检验

7.3.2.1 检验项目包括第 5 章规定的全部项目。

7.3.2.2 一般情况下,同一类产品的型式检验每年进行一次,有下列情况之一,亦应进行:

- a) 原辅材料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c) 新试制的产品或正常生产的产品停产三个月后,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) 国家监管机构按有关规定需要抽检时。

7.4 判定规则

7.4.1 检验结果有两项及两项以下指标不符合要求时,应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复检,以复检结果为准。

7.4.2 复检结果有一项及一项以上指标不符合要求时,则判该批产品不符合本文件。

7.4.3 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 应按照 4.1.2 标示产品类型,可同时标示其他分类。压缩啤酒花、颗粒啤酒花、二氧化碳萃取啤酒花可标示为啤酒花。

8.1.3 储运图示的标志应符合 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 压缩啤酒花用内衬牛皮纸和聚乙烯塑料膜,外包白布和麻布包装。包装应严密、整齐,不应有漏缝和破包现象。

8.2.2 颗粒啤酒花和异构颗粒啤酒花用内衬聚乙烯的铝复合包装袋包装,应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。

8.3 运输

8.3.1 在运输过程中应有遮篷严密覆盖或使用密闭车厢,密闭仓货物底部应垫有一定高度的不透水材料。

8.3.2 不应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,不应雨淋、受潮、暴晒。

8.4 贮存

8.4.1 压缩啤酒花和颗粒啤酒花在干燥、避光、4℃以下的环境中贮存。不应露天存放。

8.4.2 二氧化碳萃取啤酒花、异构颗粒啤酒花、异构酒花浸膏、酒花油在干燥、避光、25℃以下的环境中贮存。不应露天存放。

8.4.3 颗粒啤酒花(90型)保质期为3年。异构颗粒啤酒花保质期为4年。

参 考 文 献

- [1] 定量包装商品计量监督管理办法(国家市场监督管理总局令第 70 号)
-