

ICS 67.220.10
X66

备案号:

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

醋中乙酸稳定碳同位素比值($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$)测定
方法 稳定同位素比值质谱法

Determination of the $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ isotope ratio of acetic acid in vinegar using isotope
ratio mass spectrometry

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准遵循GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》和GB/T 20001.4-2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》的编写规则。

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。

本标准由全国食品发酵标准化中心归口。

本标准起草单位： 。

本标准主要起草人： 。

醋中乙酸稳定碳同位素比值 ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) 测定方法 稳定同位素比值质谱法

1 范围

本标准规定了应用气相色谱-燃烧-稳定同位素比值质谱仪测定醋中乙酸稳定碳同位素比值 ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) 的方法。

本标准适用于酿造食醋、配制食醋、水果醋和食用冰乙酸(冰醋酸)中乙酸稳定碳同位素比值($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$)的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3 符号、缩略语及含义

下列符号和缩略语适用于本文件。

3.1.1 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$: 稳定碳同位素 ^{13}C 与 ^{12}C 的原子丰度之比，记为 R_X 。

3.1.2 $\delta^{13}\text{C}_A$ (‰): 样品的同位素比值相对于参考物质 A ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 已知) 的同位素比值的千分差。

3.1.3 PDB: Pee-Dee Belemnite, 美国南卡罗莱纳州白垩系 Pee Dee 组拟箭石化石, 是稳定碳同位素比值的国际基准, 其 $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}\text{‰}=0$ 。

3.1.4 IRMS: Isotope Ratio Mass Spectrometry, 稳定同位素比值质谱仪。

4 原理

使用气相色谱柱从有机混合物中分离乙酸, 将乙酸在燃烧炉中转化成二氧化碳 (CO_2), 干燥后用稳定同位素比值质谱仪 (IRMS) 测定 CO_2 中 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 。



5 试剂和材料

5.1 参考物质

可选择国际原子能机构或国家标准物质管理委员会认定/认可, 或选择同类获得国际/国家认可的参考物质, 根据实际工作需要选择其中一种或几种, 参见附录A。

- 5.2 乙醇（色谱级）。
- 5.3 氦气（He）：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- 5.4 二氧化碳气体（CO₂）：纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 5.5 氧气（O₂）：纯度 $\geq 99.999\%$ 。

6 仪器

- 6.1 气相色谱仪-燃烧接口（Gas Chromatography-Combustion interface, GC-C）：配水渗透膜。
- 6.2 稳定同位素比值质谱仪（IRMS）：分析内精度优于 0.05‰，配套连续流进样接口。
- 6.3 气相色谱柱：Wax 毛细管柱（50 m×0.25 mm×0.20μm）。
- 6.4 移液枪：量程 0~1.00mL。
- 6.5 滤膜：孔径 $\leq 0.22\mu\text{m}$ 。

7 分析过程

7.1 样品处理

用滤膜过滤待测醋样品，根据样品中乙酸含量，用乙醇稀释，稀释后的乙酸含量约为8g/L。

7.2 参考测定条件

设定GC-C-IRMS的参数：GC进样口300℃，流量1.2mL/min。

程序升温：起始温度120℃，保持1 min，以15℃/min 升温至200℃，保持2min；分流比20:1。
燃烧温度：1000℃。

7.3 测定

将仪器调整到正常工作状态，1μL进样测定。

8 计算

8.1 分析结果的表述

样品中二氧化碳的稳定碳同位素组成以其对标准物质中相应同位素比值的千分差表述，即：

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{SA-ST}}(\text{‰}) = \frac{R_{\text{SA}} - R_{\text{ST}}}{R_{\text{ST}}} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\delta^{13}\text{C}_{\text{SA-ST}}(\text{‰})$ ——样品相对于标准物质的¹³C同位素值。

R_{SA} ——样品同位素¹³C与¹²C的原子丰度之比。

R_{ST} ——标准物质同位素¹³C与¹²C的原子丰度之比。

8.2 结果计算

所测的稳定碳同位素组成结果应校准到国际标准PDB值，按公式（2）自动计算 $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}(\text{‰})$ 值：

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{SA-PDB}}(\text{‰}) = \delta^{13}\text{C}_{\text{SA-RM}} + \delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}} + 10^{-3} \times \delta^{13}\text{C}_{\text{SA-RM}} \times \delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\delta^{13}\text{C}_{\text{SA-PDB}}(\text{‰})$ ——样品相对 PDB 的 $\delta^{13}\text{C}$ (‰) 同位素值。

$\delta^{13}\text{C}_{\text{SA-ST}}(\text{‰})$ ——样品相对标准物质的 $\delta^{13}\text{C}$ (‰) 同位素值。

$\delta^{13}\text{C}_{\text{ST-PDB}}(\text{‰})$ ——标准物质相对 PDB 的 $\delta^{13}\text{C}$ (‰) 同位素值。

结果保留至小数点后两位。

9 精密度

本部分的精密度数据按照 GB/T 6379.2 的规定确定，重复性和再现性的值以 95% 的可信度计算。

9.1 重复性限

在重复性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限 (r)：r=0.30‰。

如果差值超过重复性限 (r)，应舍弃试验结果并重新完成两次单个试验的测定。

9.2 再现性限

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限 (R)：R=0.50‰。

附 录 A
(资料性附录)
参考物质

参考物质编号	$\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ (‰)	认定/认可机构
IAEA-CH-6	-10.40±0.20	国际原子能机构
USGS40	-26.39±0.09	美国国家标准与 技术研究院
GBW04407	-22.43±0.07	国家标准物质管 理委员会
GBW04408	-36.91±0.10	
