

ICS 67.160.10

X61

备案号：

QB

中华人民共和国行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

蜂蜜酒

mead

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

征求意见稿

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

（本稿完成日期：）

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

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这些专利的责任。

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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：略。

本标准主要起草人：略。

蜂蜜酒

1 范围

本标准规定了蜂蜜酒的术语和定义、技术要求、分析方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。本标准适用于蜂蜜酒的生产、检验和销售。

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/T 191 包装储运图示标志

GB 2757 食品安全国家标准 蒸馏酒及其配制酒

GB 2758 食品安全国家标准 发酵酒及其配制酒

GB 5009.225 食品安全国家标准 酒中乙醇浓度的测定

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

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则

GB/T 10345 白酒分析方法

GB/T 15038 葡萄酒、果酒通用分析方法

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

国家质量监督检验检疫总局[2005]第75号令 定量包装商品计量监督管理办法

3 术语和定义

下列术语和定义、符号和缩略语适用于本文件。

3.1

蜂蜜酒（发酵型）fermented mead

以蜂蜜、水为原料，经发酵或部分发酵酿制、勾调而成的饮料酒。

3.2

蜂蜜酒（蒸馏型）distilled mead

以蜂蜜、水为原料，经发酵、蒸馏、陈酿、勾调而成的饮料酒。

3.3 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$: 稳定碳同位素比值，是稳定碳同位素 ^{13}C 与 ^{12}C 的原子丰度之比。

3.4 $\delta^{13}\text{C}$: 样品的稳定碳同位素比值相对于参考物质的稳定碳同位素比值的千分差。

3.5 PDB: Pee-Dee Belemnite, 美国南卡罗来纳州白垩纪皮狄组层位中的拟箭石化石，是稳定碳同位素比值的国际基准物质。

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

4 技术要求

4.1 生产过程要求

- 生产过程中可添加发酵用营养物质；
- 生产过程中未添加食用酒精及非自身发酵产生的呈香呈味物质；
- 蜂蜜酒（发酵型）在勾调过程中可适量添加蜂蜜。

4.2 感官要求

蜂蜜酒的感官要求应符合表1的规定。

表 1 感官要求

| 项目 | 要求 | |
|------|---------------|--------------------|
| | 蒸馏型 | 发酵型 |
| 外观 | 清亮透明，无悬浮物，无沉淀 | 清亮，无明显悬浮物（允许有少量沉淀） |
| 色泽 | 无色或微黄 | 无色至棕黄色 |
| 香气 | 蜜香清雅、甜香 | 蜜香浓郁、突出 |
| 口味口感 | 绵柔爽净、酒体协调、无异味 | 醇甜浓厚、酸甜适口 |
| 风格 | 具有本品典型的风格 | 具有本品典型的风格 |

4.3 理化要求

蜂蜜酒的理化要求应分别符合表2、表3的规定。

表 2 蜂蜜酒（发酵型）理化要求

| 项目 | 指标 |
|-------------------------------|----------|
| 酒精度 ^{ab} /(% vol) | 3.0~18.0 |
| 总酸（以乙酸计）/(g/L) | ≥ 2.0 |
| 挥发性酸（以乙酸计）/(g/L) | ≤ 1.2 |
| 总糖 ^c （以葡萄糖计）/(g/L) | ≥ 40 |
| 总氨基酸/(mg/L) | ≥ 110.0 |

^a 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0% vol，下限仅允许正偏差。
^b 蜂蜜酒中乙醇的稳定碳同位素比值可参照附录 D 测定。
^c 总糖实测值与标签标示值允许差为±20% vol。

表 3 蜂蜜酒（蒸馏型）理化要求

| 项目 | 指标 |
|----------------------------|-----------|
| 酒精度 ^{ab} /(% vol) | 25.0~60.0 |
| 总酸（以乙酸计）+总酯（以乙酸乙酯计）/(g/L) | ≥ 0.3 |

^a 酒精度实测值与标签标示值允许差为±1.0% vol。
^b 蜂蜜酒中乙醇的稳定碳同位素比值可参照附录 D 测定。

4.4 净含量

按国家质量监督检验检疫总局[2005]第 75 号令执行。

4.5 食品安全要求

应符合 GB 2757、GB2758 等食品安全国家标准的要求。

5 分析方法

5.1 感官要求

5.1.1 酒样准备

将酒样密码编号，置于水浴中调温至20°C~25°C，将洁净、干燥的品尝杯对应酒样编号，对应注入酒样约45mL。

5.1.2 外观与色泽

将注入酒样的品尝杯置于明亮处，举杯齐眉，用肉眼观察杯中酒的色泽及其深浅、透明度和澄清度、有无沉淀及悬浮物，做好详细记录。

5.1.3 香气

手握杯柱，慢慢将酒杯置于鼻孔下方，嗅闻其挥发香气，然后慢慢摇动酒杯，嗅闻空气进入后的香气。加盖，用手握酒杯腹部2min，摇动后，再嗅闻香气，记录气味特征。

5.1.4 口味口感

喝入少量酒样（约2ml）于口中，尽量均匀分布于味觉区，仔细品尝有了明确印象后咽下，再体会口感后味，记录口感特征。

5.1.5 风格

根据外观、色泽、香气与口味特点，综合分析评价其风格及典型的强弱程度，写出结论意见。

5.2 理化要求

5.2.1 酒精度

按GB 5009.225规定的方法测定。

5.2.2 总酸

蜂蜜酒（发酵型）按GB/T 15038规定的方法测定，蜂蜜酒（蒸馏型）按GB/T 10345规定的方法测定。

5.2.3 总糖、挥发性酸

按GB/T 15038规定的方法测定。

5.2.4 总氨基酸

按附录A规定的方法测定。

5.2.5 总酯

按GB/T 10345规定的方法测定。

5.3 净含量

按JJF 1070执行。

6 检验规则

6.1 组批

每班灌装生产的、同一类别、同一品质、规格相同且经包装出厂的产品为一批。

6.2 抽样

6.2.1 按表3抽取样本（箱），从每箱任意位置抽取样本（瓶）。单件包装净含量小于500mL，总取样量不足1500mL时，可按比例增加抽样量。

表3 抽样表

| 抽样范围/箱 | 样本数/箱 | 单位样本数/瓶 |
|------------|-------|---------|
| <50 | 3 | 3 |
| 51~1200 | 5 | 2 |
| 1201~35000 | 8 | 1 |
| >35001 | 13 | 1 |

6.2.2 采样后应立即贴上标签，注明：样品名称、品种规格、数量、制造者名称、采样时间与地点、采样人。将两瓶样品封存，保留两个月备查。其他样品立即送化验室，进行感官、理化指标的检验。

6.3 检验分类

6.3.1 出厂检验

6.3.1.1 产品出厂前，应由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定逐批进行检验，检验合格，并附上质量合格证明的，方可出厂。产品质量检验合格证明（合格证）可以放在包装箱内，或放在独立的包装盒内，也可以在标签上或包装箱外打印“合格”或“检验合格”字样。

6.3.1.2 检验项目：感官要求、酒精度、总酸（发酵型）、总酸+总酯（蒸馏型）、总糖、净含量。

6.3.2 型式检验

6.3.2.1 检验项目：本标准中全部要求项目。

6.3.2.2 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：

- 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) 国家质量监督检验机构按有关规定需要抽检时。

6.4 判定规则

6.4.1 检验结果有两项以下（含两项）不合格项目时，应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。

6.4.2 若复检结果仍有一项或一项以上不合格，则判该批产品不合格。

7 标志

7.1 标签按 GB 7718、GB 2758 和 GB 2757 中的标签部分执行，并标明蜂蜜品种（如桉树蜂蜜），蜂蜜酒（发酵型）还应标明含糖量。

7.2 外包装纸箱上除标明产品名称、制造者(或经销商)名称和地址外，还应标明单位包装的净含量和总数量。

7.3 包装储运图示标志应符合 GB/T 191 要求。

8 包装、运输、贮存

8.1 包装

8.1.1 包装材料应符合食品安全要求。

8.1.2 包装容器应清洁，封装严密，无漏酒现象。

8.1.3 外包装应使用合格的包装材料，并符合相应的标准。

8.2 运输、贮存

8.2.1 运输和贮存时应保持清洁、避免强烈振荡、日晒、雨淋、防止冰冻，装卸时应轻拿轻放。

8.2.2 存放地点应阴凉、干燥、通风良好；严防日晒、雨淋；严禁火种。

8.2.3 成品不得与潮湿地面直接接触；不得与有毒、有害、有异味、有腐蚀性物品同贮同运。

8.2.4 运输温度宜保持在 5℃~35℃；贮存温度宜保持在 5℃~25℃。

附录 A (规范性附录)

蜂蜜酒中总氨基酸的测定方法 高效液相色谱法

A.1 原理

采用异硫氰酸苯酯衍生剂与蜂蜜酒中游离氨基酸进行衍生反应,氨基酸衍生产物在特定紫外波长有强吸收,经色谱柱分离后,紫外检测器检测,外标法定量分析。

A.2 试剂

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为GB/T 6682-2008规定的一级水。

- A.2.1 乙腈:色谱纯。
- A.2.2 异硫氰酸苯酯 ($\geq 98\%$)。
- A.2.3 三乙胺:分析纯。
- A.2.4 无水乙酸钠。
- A.2.5 正己烷。
- A.2.6 冰乙酸 ($\geq 99.0\%$)。
- A.2.7 浓盐酸。
- A.2.8 异硫氰酸苯酯的乙腈溶液:移取0.12 mL异硫氰酸苯酯至10 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度混匀。
- A.2.9 三乙胺-乙腈溶液:移取1.40 mL三乙胺至10 mL容量瓶中,用乙腈定容至刻度,混匀。
- A.2.10 20% (体积比) 乙酸溶液:取2mL冰乙酸至10 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。
- A.2.11 0.1 mol/L盐酸溶液:取0.90 mL浓盐酸至100 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。
- A.2.12 18种氨基酸标准物质(具体名称见附录B):纯度 $\geq 98\%$ 。
- A.2.13 标准储备液:准确称取一定质量的各氨基酸标准品,用0.1 mol/L盐酸溶解,混匀,使其浓度为0.50 mg/mL,配制的标准储备液在4°C冰箱保存,有效期3个月。
- A.2.14 标准工作液:准确量取标准储备液,用水稀释,依次配制成10 $\mu\text{g/mL}$, 20 $\mu\text{g/mL}$, 40 $\mu\text{g/mL}$, 80 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。

A.3 仪器和材料

- A.3.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- A.3.2 分析天平(精度0.1 mg)。
- A.3.3 涡旋混合器。
- A.3.4 带塞试管。
- A.3.5 微孔滤膜:孔径0.45 μm (有机系和水系)。

A.4 分析步骤

A.4.1 样品衍生

准确吸取蜂蜜酒样品1.0 mL,于10 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,取500 μL 稀释后的酒样,置于带塞试管中,加入异硫氰酸苯酯的乙腈溶液(A.2.8)250 μL 、三乙胺-乙腈溶液(A.2.9) 250 μL ,混匀,室温下放置1 h后,加入50 μL 乙酸溶液(A.2.10),混匀。

A.4.2 萃取净化

向上述衍生后的溶液中加入1.0 mL正己烷(A.2.5),涡旋混合器振荡1 min,静置分层后,弃去上层正己烷溶液,采用针头注射器小心吸取下层溶液,经0.45 μm 有机系滤膜过滤,用于液相色谱测定。

A. 4. 3 标准工作液衍生

分别移取500 μL系列标准工作液（A.2.14），置于带塞试管(A.3.4)中，加入异硫氰酸苯酯的乙腈溶液(A.2.8)250 μL、三乙胺-乙腈溶液(A.2.9) 250 μL，混匀，室温下放置1 h后，加入50 μL乙酸溶液(A.2.10)，混匀，按A.4.2进行萃取净化。

A. 4. 4 参考色谱条件

A. 4. 4. 1 色谱柱：C₁₈色谱柱（250 mm×4.6 mm, 5 μm）或等效色谱柱。

A. 4. 4. 2 流动相A：称取1.64g无水乙酸钠（A.2.4），加适量水溶解，加入0.5 mL三乙胺(A.2.3)，用水定容至1000mL，用20%乙酸溶液（A.2.10）调pH至6.20，0.45 μm水系滤膜过滤。流动相B:乙腈+水=8+2（体积比），洗脱程序见表A.1。

表A.1 梯度洗脱程序表

| 时间/min | A/% | B/% |
|--------|-----|-----|
| 0 | 92 | 8 |
| 2 | 92 | 8 |
| 10 | 90 | 10 |
| 12 | 81 | 19 |
| 19 | 74 | 26 |
| 21 | 65 | 35 |
| 31 | 54 | 46 |
| 33 | 0 | 100 |
| 36 | 0 | 100 |
| 38 | 92 | 8 |
| 45 | 92 | 8 |

A. 4. 4. 3 流速：1.0 mL /min。

A. 4. 4. 4 进样体积：10μL。

A. 4. 4. 5 柱温：40 °C。

A. 4. 4. 6 检测波长：254 nm。

A. 4. 5 定性

根据氨基酸标准样品的保留时间，与待测样品中组分的保留时间进行定性，定性色谱图参见附录C。

A. 4. 6 外标法定量

以各氨基酸标准工作液浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。将经A.4.1和A.4.2制备的样品注入于液相色谱仪，测定样品中各氨基酸色谱峰面积，由标准工作曲线计算样品中的各氨基酸浓度。

A. 5 结果计算

A. 5. 1 样品中各游离氨基酸的含量按式（A.1）计算：

$$X_i = c_i \times F \times \frac{1000}{1000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

X_i—样品中各游离氨基酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

c_i —从标准曲线求得样品中游离氨基酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

F —样品稀释倍数。

平行测定结果用算术平均值表示，保留至小数点后一位。

A. 5.2 样品中总氨基酸按（A.2）计算：

$$X = X_1 + X_2 + X_3 + \cdots \cdots X_{18} \cdots \cdots \cdots \quad (A.2)$$

式中：

X —样品中总氨基酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）；

X_{1-18} —样品 18 种氨基酸各自含量，单位为毫克每升（mg/L）。

结果保留至小数点后一位。

A. 6 精密度

在重复性测定条件下，两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的10%。

附 录 B
(资料性附录)

18 种游离氨基酸的分子式和相对分子质量

18种游离氨基酸的分子式和相对分子质量见表B. 1。

表B. 1 18种氨基酸的分子式和相对分子质量

| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 分子式 | 相对分子质量 | CAS 号 |
|----|--------|---------------------|---|--------|-----------|
| 1 | 天冬氨酸 | Aspartic acid | C ₄ H ₇ O ₄ N | 133.10 | 1783-96-6 |
| 2 | 谷氨酸 | Glutamic acid | C ₅ H ₉ O ₄ N | 147.13 | 56-86-0 |
| 3 | 丝氨酸 | Serine | C ₃ H ₇ O ₃ N | 105.09 | 56-45-1 |
| 4 | 甘氨酸 | Glycine | C ₂ H ₅ O ₂ N | 75.07 | 56-40-6 |
| 5 | 组氨酸 | Histidine | C ₆ H ₉ O ₂ N ₃ | 155.16 | 71-00-1 |
| 6 | 精氨酸 | Arginine | C ₆ H ₁₄ O ₂ N ₄ | 174.20 | 74-79-3 |
| 7 | γ-氨基丁酸 | γ-Aminobutyric acid | C ₄ H ₉ O ₂ | 103.12 | 56-12-2 |
| 8 | 苏氨酸 | Threonine | C ₄ H ₉ O ₃ N | 119.12 | 72-19-5 |
| 9 | 丙氨酸 | Alanine | C ₃ H ₇ O ₂ N | 89.09 | 56-41-7 |
| 10 | 脯氨酸 | Proline | C ₅ H ₉ O ₂ N | 115.13 | 147-85-3 |
| 11 | 酪氨酸 | Tyrosine | C ₉ H ₁₁ O ₃ N | 181.19 | 60-18-4 |
| 12 | 缬氨酸 | Valine | C ₅ H ₁₁ O ₂ N | 117.15 | 72-18-4 |
| 13 | 蛋氨酸 | Methionine | C ₅ H ₁₁ O ₂ NS | 149.21 | 63-68-3 |
| 14 | 异亮氨酸 | Isoleucine | C ₆ H ₁₃ O ₂ N | 131.17 | 73-32-5 |
| 15 | 亮氨酸 | Leucine | C ₆ H ₁₃ O ₂ N | 131.17 | 61-90-5 |
| 16 | 苯丙氨酸 | Phenylalanine | C ₉ H ₁₁ O ₂ N | 165.19 | 150-30-1 |
| 17 | 色氨酸 | Tryptophan | C ₁₁ H ₁₂ O ₂ N ₂ | 204.23 | 73-22-3 |
| 18 | 赖氨酸 | Lysine | C ₆ H ₁₄ O ₂ N ₂ | 146.19 | 56-87-1 |

附录 C

(资料性附录)

18种游离氨基酸标准品衍生物色谱图

18种游离氨基酸标准品衍生物色谱图见图C.1。

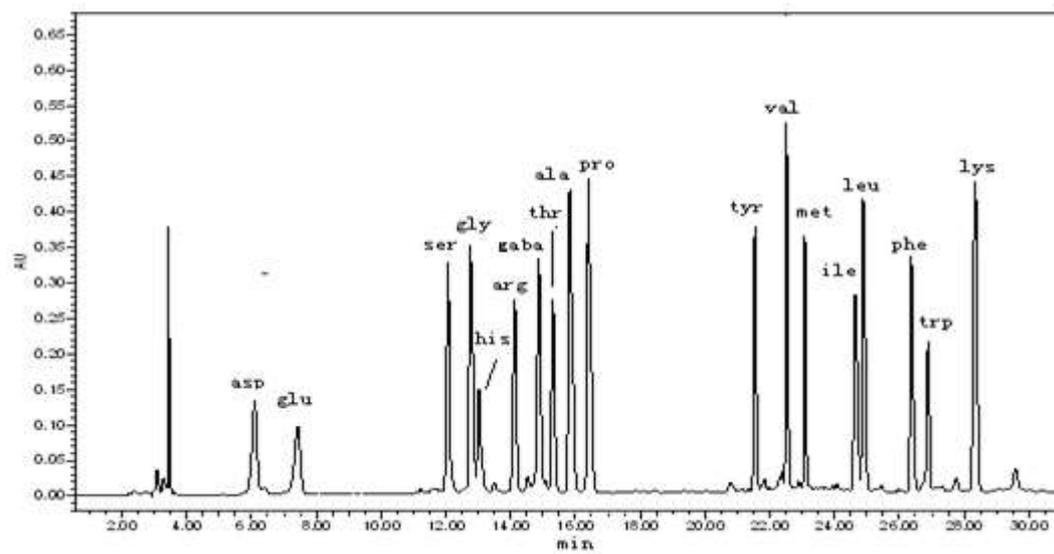


图 C.1 18种游离氨基酸标准品衍生物色谱图

附录 D (资料性附录)

蜂蜜酒中乙醇的稳定碳同位素比值 ($^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$) 测定方法 气相色谱-燃烧-稳定同位素比值质谱法

D.1 原理

样品溶液中乙醇经气相色谱柱与其他有机组分分离，乙醇在反应管中转化成二氧化碳气体，IRMS 测定该二氧化碳的稳定碳同位素比值，再通过公式计算得出乙醇的 $\delta^{13}\text{C}$ 。

D.2 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯。

D.2.1 乙醇碳同位素参考物质，或参照附录E方法建立乙醇工作标准物质。

D.2.2 丙酮（色谱级）。

D.2.3 氦气（He）：纯度不应小于99.999%。

D.2.4 二氧化碳（ CO_2 ）气体：纯度不应小于99.99%。

D.2.5 氧气（ O_2 ）：纯度不应小于99.99%。

D.3 仪器和设备

D.3.1 气相色谱仪。

D.3.2 燃烧装置：工作温度为1000℃，配套水分离膜。

D.3.3 IRMS：分析内精度优于0.05%，配套连续流进样接口。

D.3.4 气相色谱柱：聚乙二醇毛细管柱（50 m×0.25 mm×0.20 μm ）或等效色谱柱。

D.4 分析步骤

D.4.1 样品处理

采用丙酮稀释样品至乙醇含量约为8g/L，以适应仪器测定的线性范围。

D.4.2 仪器参考参数

仪器参数设定如下：

——进样口温度：180℃；

——氦气流量：1.0mL/min；

——进样体积：1 μL ；

——分流比：20:1；

——程序升温：起始温度40℃，保持5 min，以1℃/min速率升温至50℃，保持1min，再以15℃/min速率升温至200℃，保持2min；

——反应管温度：1000℃。

D.4.3 样品测定

D.4.3.1 分析序列

采用两点标准漂移校正模式安排分析序列，每个分析序列必须同时测定参考物质（或工作标准物质），其比例一般为样品数量的10%~20%。

D.4.3.2 样品测定

调整元素分析仪和IRMS至工作状态，根据已设定的仪器参数（D.4.2）和分析序列（D.4.3.1）进行测定。

D.5 计算

D.5.1 分析结果的表述

样品中乙醇的稳定碳同位素组成以其对参考物质中相应同位素比值的千分差（记为‰）表示，按公式（D.1）计算：

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{RM}} = \frac{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{SA}} - (^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{RM}}}{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{RM}}} \times 1000 \text{‰} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

- $\delta^{13}\text{C}_{\text{RM}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对于参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差；
- $(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{SA}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值；
- $(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{RM}}$ ——参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值。

结果保留至小数点后两位。

D.5.2 结果计算

所测的稳定碳同位素组成结果应校准至国际基准 PDB 值，按公式（D.2）计算：

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}} = \delta^{13}\text{C}_{\text{RM}} + \delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}} + \delta^{13}\text{C}_{\text{RM}} \times \delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}} \times 1000 \dots\dots\dots (D.2)$$

式中：

- $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对于 PDB 的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差；
- $\delta^{13}\text{C}_{\text{RM}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对于参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差；
- $\delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}}$ ——参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对 PDB 的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差。

结果保留至小数点后两位。

D.6 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。

D.6.1 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 ）： $r=0.20\text{‰}$ 。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。

D.6.2 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 ）： $R=0.45\text{‰}$ 。

附 录 E
(资料性附录)
建立实验室中乙醇 $\delta^{13}\text{C}$ 标准工作物质的参考方法

E.1 原理

使用元素分析仪-稳定同位素比值质谱仪 (EA-IRMS) 分别测定乙醇和参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 比值, 以参考物质为基准对纯乙醇样品的 $\delta^{13}\text{C}$ 进行校正处理, 得出该乙醇样品的碳同位素组成 ($\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$)。当连续3次测定的标准偏差 $<0.15\%$ 、连续10天测定结果的波动性 $<0.20\%$ 时, 可将该乙醇用作实验室工作标准物质。

E.2 试剂和材料

除非另有说明, 所用试剂均为分析纯。

- E.2.1 乙醇: 纯度不应小于99.8%。
- E.2.2 氧气 (O_2): 纯度不应小于99.99%。
- E.2.3 氦气 (He): 纯度不应小于99.999%。
- E.2.4 参考物质

可选择国际原子能机构 (IAEA) 或全国标准物质管理委员会等权威机构认可的参考物质, 根据实际工作需要选择其中一种或几种 (见表E.1)。

表 E.1 参考物质示例

| 编号 | 名称 | $\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}/\text{‰}$ | 机构 |
|-----------|-------|---|--------------|
| IAEA-CH-6 | 蔗糖 | -10.40 ± 0.20 | 国际原子能机构 |
| USGS40 | L-谷氨酸 | -26.39 ± 0.09 | 美国国家标准与技术研究院 |
| GBW04407 | 炭黑 | -22.43 ± 0.07 | 全国标准物质管理委员会 |
| GBW04408 | 炭黑 | -36.91 ± 0.10 | |

E.3 仪器和设备

- E.3.1 元素分析仪。
- E.3.2 IRMS: 分析内精度优于0.05‰, 配套连续流进样接口。
- E.3.3 电子天平: 感量0.01 mg。
- E.3.4 锡舟: 适宜于液体样品分析。

E.4 分析步骤

E.4.1 试样的制备

E.4.1.1 纯乙醇样品

取0.10mg~0.20mg纯乙醇样品于锡舟中, 密封备用。

E. 4. 1. 2 参考物质及控制样品

取0.10mg~0.20mg参考物质于锡舟中，密封备用。

E. 4. 2 测定

E. 4. 2. 1 仪器准备

调整元素分析仪和IRMS至工作状态。

E. 4. 2. 2 分析序列

采用两点标准漂移校正模式安排分析序列，每个分析序列必须同时测定参考物质，其比例一般为样品数量的10%~20%。原则上，新的分析序列开始时应检查仪器的稳定性（三次测量的分析双差不大于0.2‰为合格）。

E. 4. 2. 3 样品碳同位素测定

根据已设定分析序列进行测定。

E. 5 计算

E. 5. 1 分析结果的表述

样品中乙醇的稳定碳同位素比值以其对参考物质中相应同位素比值的千分差（记为‰）表示，按公式（E.1）计算：

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{RM}} = \frac{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{SA}} - (^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{RM}}}{(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{RM}}} \times 1000\text{‰} \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：

$\delta^{13}\text{C}_{\text{RM}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对于参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差；

$(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{SA}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值；

$(^{13}\text{C}/^{12}\text{C})_{\text{RM}}$ ——参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值。

结果保留至小数点后两位。

E. 5. 2 结果计算

所测的稳定碳同位素组成结果应校准至国际基准 PDB 值，按公式（E.2）计算：

$$\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}} = \delta^{13}\text{C}_{\text{RM}} + \delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}} + \delta^{13}\text{C}_{\text{RM}} \times \delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (E.2)$$

式中：

$\delta^{13}\text{C}_{\text{PDB}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对于 PDB 的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差；

$\delta^{13}\text{C}_{\text{RM}}$ ——样品的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对于参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差；

$\delta^{13}\text{C}_{\text{RM-PDB}}$ ——参考物质的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值相对 PDB 的 $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ 测定值的千分差。

结果保留至小数点后两位。
