

湖 南 省 地 方 标 准

DB 43/T 3112—2024

顶空气相色谱法测定饮料中乙醇的含量

Determination of ethanol in beverage by headspace gas chromatography

2024 - 11 - 13 发布

2025 - 02 - 13 实施

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂与材料 1

 5.1 通用要求 1

 5.2 试剂 1

 5.3 标准品 1

 5.4 标准溶液配制 1

6 仪器和设备 2

7 分析步骤 2

 7.1 试样处理 2

 7.2 试样制备 2

 7.3 测定条件 2

 7.4 标准工作曲线绘制 3

 7.5 测定 3

8 结果计算 3

9 精密度 3

10 检出限 3

附录 A（资料性） 乙醇标准品的气相色谱图..... 4

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。

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。

本文件由湖南省市场监督管理局提出。

本文件由湖南省食品标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖南省产商品质量检验研究院、湖南农业大学、中南林业科技大学、湖南鼎誉检验检测股份有限公司、湖南省计量检测研究院、岳阳市检验检测中心、长沙市食品药品检验所、湖南省硕远检测技术有限公司、湖南省产商品评审中心、长沙市农产品质量监测中心、湖南志成食品技术服务有限公司、怀化市检验检测中心、广电计量检测（湖南）有限公司、长沙市望城区产商品检测中心。

本文件主要起草人：吴海智、上官佳、曾小明、李政、陈同强、周丛、苏家佑、曾翔、杨远、梁林富、朱礼、尹海利、齐蓉、张露苗、何浩、袁凤君、冉丹、吴社莲、肖剑峰、黄雄伟、周智慧、罗扬、曾宪峰、梁军、张鹏斐、王芳妹、廖标、肖泳、陈惠、王淑霞、彭程程、罗书径、吴倩、朱俞翰、许蓝心、田雷思、刘春辉、杨京、李思思、李萌。

顶空气相色谱法测定饮料中乙醇的含量

1 范围

本文件规定了顶空气相色谱法测定饮料中乙醇含量的原理、试剂与材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算、精密度和检出限等内容。

本文件适用于饮料中乙醇测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样进入气相色谱仪中的色谱柱时，由于在气固两相中吸附系数不同，使乙醇与其他组分得以分离，利用氢火焰离子化检测器进行检测，根据保留时间定性，利用外标法定量。

5 试剂与材料

5.1 通用要求

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.2 试剂

氯化钠（NaCl）。

5.3 标准品

乙醇（ C_2H_6O ，CAS 号：64-17-5）：纯度 $>99.0\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 乙醇使用液 A（10 %）：移取恒温至 20 °C 的乙醇 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用 20 °C 的水定容至刻度，混匀。临用现配。

5.4.2 乙醇使用液 B（1.0 %）：移取恒温至 20 °C 的乙醇使用液 A（5.4.1）10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，用 20 °C 的水定容至刻度，混匀。临用现配。

5.4.3 乙醇标准系列工作液：分别移取恒温至 20 °C 的乙醇使用液 B（5.4.2）0.10 mL、0.20 mL、

0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL 和乙醇使用液 A (5.4.1) 1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 20 °C 的水定容至刻度，混匀，得到浓度为 0.01 %、0.02 %、0.05 %、0.10 %、0.50 %、1.0 %、2.0 %、4.0 %、5.0 % 的标准系列工作液。临用现配。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱仪：配有氢火焰离子化检测器（FID）。
- 6.2 自动顶空进样器。
- 6.3 顶空进样瓶：20 mL，配有表层涂聚四氟乙烯硅橡胶盖及铝帽。
- 6.4 分析天平：感量 0.1 g。
- 6.5 容量瓶：10 mL 和 100 mL。
- 6.6 移液器或移液管：1 mL 和 5 mL。
- 6.7 锥形瓶：1000 mL。

7 分析步骤

7.1 试样处理

7.1.1 不含二氧化碳的饮料样品

直接取样检测。

7.1.2 含二氧化碳的饮料样品

7.1.2.1 含二氧化碳的饮料样品应将样品中二氧化碳去除后取样检测。

7.1.2.2 在保证样品有代表性情况下，样品去除二氧化碳有两种方法，第一法：将室温的饮料约 300 mL，倒入 1000 mL 锥形瓶中，加橡皮塞，轻轻摇动，开塞放气，盖塞。反复操作，直至无气泡逸出为止。用单层中速干滤纸（漏斗上面盖玻璃表面皿）过滤。第二法：采用超声波或磁力搅拌法除气，将恢复室温的饮料样品约 300 mL，移入带排气塞的瓶中，置于超声波水槽中（或搅拌器上），超声（或搅拌）一定时间，直至无气泡逸出为止，用单层中速干滤纸过滤（漏斗上面盖玻璃表面皿）。

7.1.2.3 去除二氧化碳后，收集于具塞锥形瓶中，应及时检测。

7.2 试样制备

移取 1.00 mL 按 7.1 处理后的试样（液温 20 °C）于 10 mL 容量瓶中，用 20 °C 的水定容至刻度线，混匀，作为试样处理液。

7.3 测定条件

7.3.1 顶空进样参考条件如下：

- a) 平衡温度 60 °C，定量环温度 100 °C，传输温度 110 °C；
- b) 间隔进样时间 18 min，样品瓶恒温时间 30 min，进样时间 1.00 min。

7.3.2 气相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：中等极性毛细管色谱柱（6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷）（30 m×0.32 mm×1.40 μm）或等效柱；
- b) 柱温升温程序：初始炉温 45 °C，保持 1 min，以 1 °C/min 升温至 50 °C，再以 30 °C/min 升温至 150 °C，保持 2 min。

- c) 进样口：进样口温度 250 ℃，分流比 3：1；
- d) 检测器温度：280 ℃；
- e) 载气：高纯氮气，尾吹气流量 30 mL/min；
- f) 高纯氢气：流量 40 mL/min；
- g) 空气：流量 200 mL/min。

7.4 标准工作曲线绘制

按照 7.3 的仪器测定条件，取乙醇标准系列工作液（5.4.3）1.00 mL 分别注入已提前加入 0.3 g 氯化钠的 20 mL 顶空瓶中，立即压盖，采用气相色谱仪测定相应的峰面积，以乙醇标准系列工作液中乙醇浓度为横坐标，以乙醇峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。

在上述色谱条件下，乙醇保留时间约为 4.425 min。乙醇标准品气相色谱图见附录 A。

7.5 测定

按照 7.3 的仪器测定条件，将试样处理液 1.00 mL 注入已提前加入 0.3 g 氯化钠的 20 mL 顶空瓶中，立即压盖，采用气相色谱仪测定相应的峰面积，由标准工作曲线计算得出测试样中乙醇浓度。

8 结果计算

试样中乙醇的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C \times 10}{V} \times 1.00 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X —— 试样中乙醇含量，以体积分数（%vol）表示；
- C —— 测定用试样中乙醇含量，以体积分数（%vol）表示；
- V —— 试样体积，单位为毫升（mL）；
- 1.00 —— 试样处理液体积，单位为毫升（mL）。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留至小数点后一位。

9 精密度

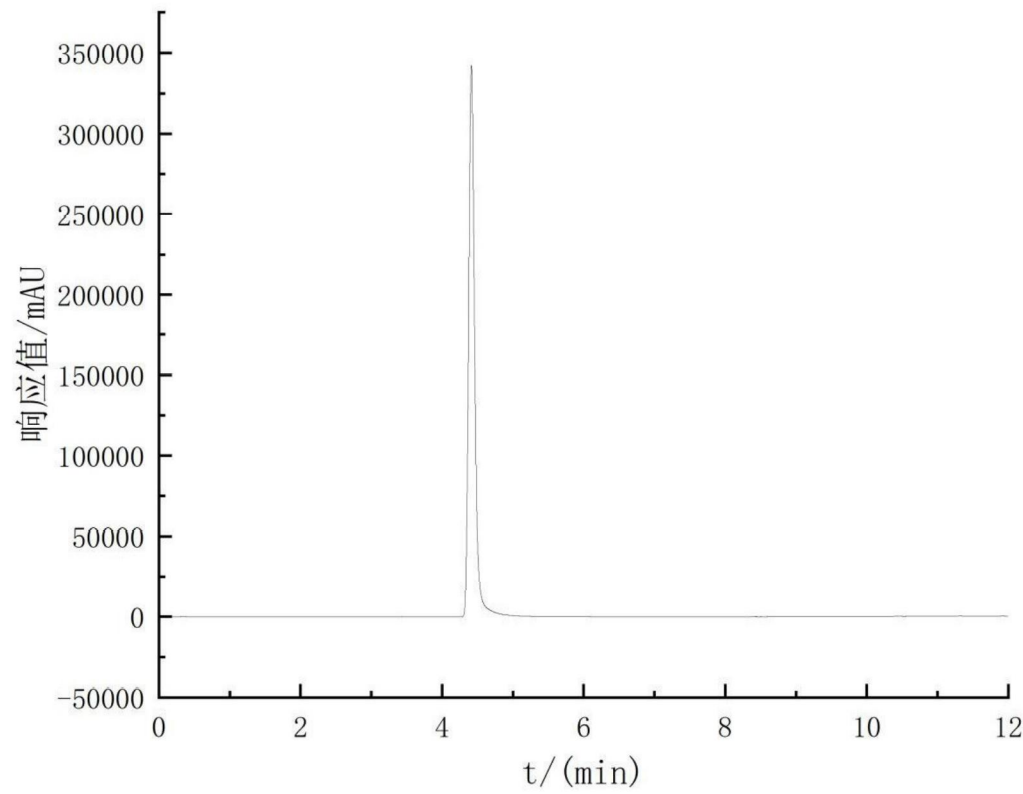
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过 0.1 %vol。

10 检出限

方法的检出限为 0.01 %vol。

附 录 A
(资料性)
乙醇标准品的气相色谱图

图 A. 1 给出了乙醇（浓度：1.0%）标准品液相色谱图。



图A. 1 乙醇（浓度：1.0%）标准品气相色谱图