

T/SITA

团 体 标 准

T/SITA XXX—XXXX

葡萄酒中 10 种挥发性物质的测定 顶空固 相微萃取-气相色谱/质谱法

Determination of 10 volatile substances in wine by Headspace solid phase
Microextraction-Gas Chromatography/Mass Spectrometry

（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。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

山东省检验检测协会 发 布

版 权 声 明

本文件系由山东省检验检测协会（简称“协会”）组织创制的团体标准文本（含制定过程中的草案），协会拥有本文件的著作权，受《中华人民共和国著作权法》保护。除法律所允许的情形或事先得到协会书面许可外，任何组织和个人不得以任何理由进行复制、销售、传播本文件，或抄袭、歪曲本文件等侵权行为，否则，行为人应承担相应的民事、行政责任，构成犯罪的，将依法追究其刑事责任。其他文件引用本文件，不属侵权行为。

凡利用本文件进行或支持贸易、认证等商业活动，应事先购买正式文本或得到协会书面授权。购买本文件或获得授权，请与协会联系。

欢迎社会各界举报侵权盗版行为，协会将依法严格保护举报人信息。

联系人：范红梅

联系电话：0531-51758070 15668365153

联系邮箱：keyanjishuzhongxin@163.com

协会对本版权声明拥有最终解释权。

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。

本文件由山东省检验检测协会提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：山东省产品质量检验研究院。

本文件主要起草人：。

葡萄酒中 10 种挥发性物质的测定 顶空固相微萃取-气相色谱/质谱法

1 范围

本文件规定了葡萄酒中丁酸乙酯、正己醇、叶醇、苯甲醛、癸酸乙酯、壬醇、丁二酸二乙酯、正己酸、苯乙醇、棕榈酸乙酯等 10 种挥发性物质的顶空固相微萃取-气相色谱/质谱检测方法。

本文件适用于葡萄酒中丁酸乙酯、正己醇、叶醇、苯甲醛、癸酸乙酯、壬醇、丁二酸二乙酯、正己酸、苯乙醇、棕榈酸乙酯等 10 种挥发性物质的测定。

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 15037 葡萄酒

GB/T 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用顶空固相微萃取法提取葡萄酒中的挥发性物质，气相色谱/质谱仪进行测定，内标法定量。

5 试剂和材料

除特殊注明外，所有试剂均为分析纯，水为去离子水。

5.1 试剂

5.1.1 氯化钠：分析纯。

5.1.2 无水乙醇：色谱纯。

5.1.3 15%乙醇水溶液：准确量取 75 mL 无水乙醇(5.1.2)，加入 425 mL 水，混匀。

5.2 标准品

5.2.1 标准品：仲辛醇内标和 10 种挥发性物质标准品，参见附录 A，纯度≥95%。

5.2.2 标准储备液：准确称取适量丁酸乙酯、正己醇、叶醇、苯甲醛、癸酸乙酯、壬醇、丁二酸二乙酯、

正己酸、苯乙醇、棕榈酸乙酯标准品，用无水乙醇(5.1.2)配制成浓度为 100.0mg/mL 的标准储备溶液，-18℃保存。

5.2.3 标准工作液：准确称取适量丁酸乙酯、正己醇、叶醇、苯甲醛、癸酸乙酯、壬醇、丁二酸二乙酯、正己酸、苯乙醇、棕榈酸乙酯标准品，用 15%乙醇水溶液(5.1.3)配制成浓度为 1000.0μg/mL 的标准工作液，现用现配。

5.2.4 内标储备液：准确称取适量仲辛醇标准品，用无水乙醇(5.1.2)配制成浓度为 100.0mg/mL 的标准储备溶液，-18℃保存。

5.2.4 内标标准工作液：用 15%乙醇水溶液(5.1.3)配制成浓度为 500.0μg/mL 的标准工作液，现用现配。

6 仪器和设备

6.1 顶空固相微萃取-气相色谱/质谱联用仪(HS-SPME-GC-MS)：配有电子轰击源(EI)；或固相微萃取装置、顶空及气相色谱/质谱联用仪(GC-MS)：配有电子轰击源(EI)。

6.2 分析天平：感量 0.1mg 和 0.01mg。

6.3 固相微萃取头：DVB/CAR WR/PDMS 或性能相当者。

6.4 顶空瓶。

7 分析步骤

7.1 试样制备

至少取同一批次2个最小完整包装样品500mL，置于器皿中，样品混合均匀，待处理。

7.2 样品前处理

在20mL顶空瓶中，加入5mL葡萄酒样品，2.0g氯化钠和40μL仲辛醇内标标准工作液(5.2.4) (内标上机浓度为4.0μg/mL)，旋紧瓶盖后，上机。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 气相色谱仪工作条件如下：

a)色谱柱：HP-INNOWax，柱长：30m；内径：0.25mm；膜厚：0.25μm 或性能相当者。

b)进样口温度：230℃。

c)程序升温：起始温度40℃，保持2min，以6℃/min上升至180℃，保持1min；再以15℃/min上升至250℃，保持13min。

d)进样方式：不分流进样。

e) 进样量：1μL。

7.3.2 质谱参考条件

- a)电子轰击源：70eV；
- b)离子源温度：230℃；
- c)传输线温度：280℃；
- e)监测方式：选择离子扫描（SIM）：监测离子参见附录A。

7.3.3 固相微萃取参考条件

- a)孵化温度：35℃；孵化时间：5min；
- b)萃取温度：40℃；萃取深度：32mm；萃取时间：30min；萃取时振摇速度：450rpm；
- c)进样深度：65mm；
- e)脱附时间：180s；
- f)老化时间：3min；老化温度：230℃。

7.4 工作曲线配制

量取5mL15%乙醇水溶液(5.1.3) 6份于在20mL顶空瓶中。向每份15%乙醇水溶液中迅速加入40μL仲辛醇内标标准工作液（5.2.4）作为内标，用手轻微摇匀后，再用微量注射器迅速加入0μL、10μL、50μL、100μL、150μL、250μL的标准工作液(5.2.3)，密封后，得到浓度分别为0μg/mL、2μg/mL、10μg/mL、20μg/mL、30μg/mL、50μg/mL的标准溶液曲线。

7.5 定性测定

经确证分析被测物质量色谱峰保留时间与标准物质相一致，并且在扣除背景后的样品谱图中，所选择的离子均出现。同时所选择离子的丰度比与标准样物质相关离子的相对丰度一致，相似度在允许偏差之内(见表 1)，则可判定样品中存在对应的被测物。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%至50%	>10%至20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

7.6 定量测定

标准溶液及样液均按 7.2 和 7.3 规定条件进行测定，如果样液中与标准溶液相同的保留时间有峰出现，则对其进行定性、定量，选用内标法定量。

7.7 空白试验

除不加试样外，均按上述步骤进行。

8 结果计算

试样中被测物含量按式(1)进行计算:

$$X = C - C_0 \quad (1)$$

式中:

X——样本中被测物含量, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

C——测定溶液浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

C_0 ——空白溶液浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

测定结果用平行测定的算术平均值表示, 保留三位有效数字。

9 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得超过算术平均值的 30%。

10 其他

丁酸乙酯、正己醇、叶醇、苯甲醛、癸酸乙酯、壬醇、丁二酸二乙酯、正己酸、苯乙醇、棕榈酸乙酯的定量限均为 $2.0\mu\text{g/mL}$ 。

附 录 A

(资料性)

表 A.1 10 种挥发性物质中英文名称、CSA 号、质谱参数

序号	保留时间 (min)	被测物名称	英文名称	CAS号	定量离子定性离子 信息 (m/z)
内标	13.855	仲辛醇, C ₈ H ₁₈ O	2-Octanol	123-96-6	45, 97, 70
1	6.574	丁酸乙酯, C ₆ H ₁₂ O ₂	Ethyl butyrate	105-54-4	71, 43, 60
2	12.471	正己醇, C ₆ H ₁₄ O	Hexanol	111-27-3	56, 43, 69
3	13.156	叶醇, C ₆ H ₁₂ O	(Z)-3-hexenol	928-96-1	67, 41, 39
4	16.156	苯甲醛, C ₇ H ₆ O	Benzaldehyde	100-52-7	77, 106, 51
5	18.350	癸酸乙酯, C ₁₂ H ₂₄ O ₂	Ethyl decanoate	110-38-3	88, 101, 43
6	18.736	壬醇, C ₉ H ₂₀ O	Nonanol	143-08-8	56, 43, 70
7	19.121	丁二酸二乙酯, C ₈ H ₁₄ O ₄	Diethyl succinate	123-25-1	101, 129, 55
8	22.198	正己酸, C ₆ H ₁₂ O ₂	Hexanoic acid	142-62-1	60, 73, 87
9	23.370	苯乙醇, C ₈ H ₁₀ O	2-phenylethanol	60-12-8	91, 65, 122
10	28.580	棕榈酸乙酯, C ₁₈ H ₃₆ O ₂	Ethyl hexadecanoate	628-97-7	239, 157, 284

附 录 B

(资料性)

10 种挥发性物质 GC-MS 图，见 B. 1

B. 1

