

山东省检验检测协会团体标准编制说明

(征求意见稿)

一、工作简况

(一) 任务来源

按照《山东省检验检测协会关于下达 2025 年第三批团体标准制修订计划的通知》安排，制定团体标准《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》(立项编号：SITA2025031)，该标准由山东省检验检测协会归口管理，山东省产品质量检验研究院负责牵头制订。

(二) 起草单位、起草人

标准起草单位：山东省产品质量检验研究院。

标准起草人：XXX。

(三) 起草过程

1.成立标准起草工作组（2024 年 9 月）

为了推动标准制定，山东省产品质量检验研究院作为牵头单位成立了《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》标准起草工作组，筹备标准研究工作。工作组在查阅国内外相关政策法规、检测方法和标准以及安全风险评估情况，并收集了相关标准信息后，确定了整体工作方案。

2.标准预研（2025 年 4 月-2025 年 5 月）

标准起草工作组开展了标准调研和草案编制工作,通过查阅文献资料、企业调研、专家咨询等方式,开展标准需求调研,形成标准起草工作组讨论稿和团体标准项目建议书。

3.标准立项（2025 年 7 月）

2025 年 7 月 28 日,山东省检验检测协会组织专家对该团体标准进行了立项论证,专家听取了项目汇报,审阅了申报材料,一致同意该标准作为山东省检验检测协会团体标准予以立项。

2025 年 8 月 11 日,山东省检验检测协会印发了《山东省检验检测协会关于下达 2025 年第三批团体标准制修订计划的通知》,标准正式获得立项。

4.形成标准草案（2025 年 4 月-2025 年 10 月）

2025 年 4 月,标准起草工作组进行了大量的方法研究试验,建立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。

2025 年 5 月至 6 月,对所建立的检测方法参数进行了确认,确认内容包括:检出限、定量限、线性范围、准确度、精密度等;

2025 年 7 月至 8 月,形成汇总研究结果,撰写了标准文本草案、编制说明草案;

2025 年 9 月至 2025 年 10 月,组织外部实验室间验证工作,外部实验室包括:广州禾信仪器股份有限公司,广州智

达实验室科技有限公司，详细验证报告见附件。

5.形成征求意见稿（2025年9月-2025年10月）

多次召开工作组讨论会，对标准文本草案和编制说明进行系统梳理、逐条审议、修改打磨与合规性校验，形成了征求意见稿。

6.开展标准征求意见工作，形成标准（2025年11月）

为了确保标准征求意见的广泛性，一方面由山东省检验检测协会在全国团体标准信息平台和协会公众号面向社会公众公开征求意见，另一方面由标准起草工作组向生产者、经营者、使用者、消费者、教育科研机构、检测及认证机构、政府部门等相关方发送征求意见函,定向邀请相关方代表针对标准内容提出宝贵意见，以期标准能充分反映各方的共同需求。

7.形成标准报批稿（2025年12月）

工作组收集并整理验证机构反馈材料，对提出的建议和修改意见进行开会讨论，对标准文本进行修改。

专家组召开标准评审会，对标准文本逐条分析，并提出修改意见。会后形成会议纪要并按照规定要求对文本进行修改，形成标准报批稿。

二、标准制定背景、目的和意义

葡萄酒作为重要消费品，其成分检测标准的完善是落实食品安全政策的关键举措。制定葡萄酒中挥发性醇类、酯类、酸类、醛类物质的测定方法标准，可为监管部门提供标准化检测依据，支撑挥发性物质质量化监管，保障市场合规与产品

质量安全。

醇类、酯类、酸类及醛类等挥发性成分是构成葡萄酒香气特征的核心物质，其种类、含量及相互作用共同决定了葡萄酒的香气轮廓与感官品质。例如，酯类物质赋予葡萄酒典型果香与花香特征，是评价香气浓郁度、复杂度及品质等级的重要指标；此类成分的协同作用亦直接影响酒体平衡度与风味协调性，是葡萄酒感官特性的关键评价参数。因此，建立科学精准的挥发性成分测定方法，对提升葡萄酒特征性物质评价的客观性与准确性具有重要意义。

从行业发展视角看，该标准的实施将实现多重价值：一是构建葡萄酒特征性物质指纹图谱，为产区溯源、品种鉴别及真伪判定提供技术支撑；二是通过标准化检测手段筛选优质产品，推动行业质量升级与技术创新；三是及时识别潜在质量风险，强化消费者权益保护。此外，统一的检测方法有助于规范生产工艺，提升产品品质稳定性，为葡萄酒产业高质量发展注入技术动能。

本标准旨在通过建立 10 种常见挥发性物质的标准化检测方法，系统指导生产企业优化质量控制体系，推动检测技术与国际接轨，最终实现监管效能提升、行业规范发展与消费安全保障的多重目标。

三、标准主要技术内容

（一）标准编制原则

1.合规性：严格遵循国家相关法律法规、行业规范、以及强制性标准要求，确保标准内容合法合规，保证标准的实

施不会引发法律风险。

2.科学性：以科学理论和实践经验为基础，通过广泛的调研和深入的分析，确保标准中的技术指标、方法和流程具有科学依据。本标准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。

3.先进性：积极借鉴国内外先进的标准和技术成果，结合行业发展趋势和市场需求，使标准具有一定的前瞻性和先进性。顶空固相微萃取-气相色谱/质谱法(HS-SPME-GC/MS)被广泛应用于挥发性物质检测领域，具有灵敏度高、选择性好、样品前处理简单等特点。HS-SPME -GC/MS 能高效分离和检测葡萄酒中的多种挥发性醇类、酯类、酸类、醛类物质。众多科研机构与企业已积累大量运用该技术进行葡萄酒成分分析的经验，为标准的落地实施提供坚实技术支撑。

4.实用性：充分考虑标准的可操作性和实用性，使标准内容易于理解和执行。本标准在顶空瓶中，加入葡萄酒样品、氯化钠和仲辛醇内标标准工作液，旋紧瓶盖后，上机。操作简单，实用性强。

5.协调性：标准起草过程中注重与相关标准的协调统一，避免标准之间的冲突和矛盾。目前，在一些标准中，也会涉及到葡萄酒顶空固相微萃取相关技术，本标准起草过程中，注重了标准的适用性和可操作性，形成了广泛适用的标准。

6.规范性：根据山东省检验检测协会团体标准管理办法规定的程序制定，按照 GB/T 1“标准化工作导则”系列标准、GB/T 20001“标准编写规则”系列标准、GB/T 20002“标准中特

定内容的起草”系列标准、GB/T 20003.1《标准制定的特殊程序 第1部分：涉及专利的标准》、GB/T 20004.1《团体标准化 第1部分：良好行为指南》相关规定规范起草。

7.开放性：标准的编制过程应保持开放透明，广泛征求各方面的意见和建议。

（二）主要技术内容（比如技术指标、公式、性能要求等的论据，修订标准时，应增加新、旧标准水平的对比）

本标准主要包括：

1 前处理方法、气相色谱条件、固相微萃取条件的确定

1.1 前处理方法的确定

1.1.1 样品称样量

葡萄酒样品挥发性物质含量较多，取样量过大也会影响萃取效率，因此选择取样量为 5mL。

1.1.2 提取方式的选择

根据物质在有机溶剂的溶解性可分为液液萃取法（LLE）、同步蒸馏液萃取法（SDE），根据成分的挥发性可分为静态萃取或动态顶空萃取法，还有根据物质在聚合相的吸附能力将其分为固相萃取（SPE）、固相微萃取（SPME）、搅拌棒吸附萃取（SBSE）。为了能更好的对目标物质进行萃取采用多种方法联合使用，本试验采用顶空固相微萃取（HS-SPME）。

1.2 气相色谱条件的确定

1.2.1 色谱柱的选择

INNOWax 色谱柱是强极性气相色谱柱，采用键合聚乙

二醇（PEG）固定相，专为分析极性化合物（如酸、醛、醇类）设计，具有高惰性和宽温度范围（40~270℃），广泛应用于食品、香精及溶剂残留检测。HP-5 色谱柱的填料为 5% 苯基甲基聚硅氧烷，是一种非极性固定相，广泛应用于气相色谱分析中，具有高温稳定性和通用性强的特点。我们比较了葡萄酒中的 10 种挥发性物质在相同的升温程序下分别用 INNOWax 色谱柱和 HP-5 色谱柱的出峰时间、峰型和响应值，具体色谱图见图 1。结果发现在，10 种挥发性物质在 INNOWax 色谱柱峰形更加尖锐，响应值更高，具有较好的分离效果，并且峰型成正态分布，综合考虑最终选择 INNOWax 色谱柱（30 × 0.25 μ m × 0.25mm）。

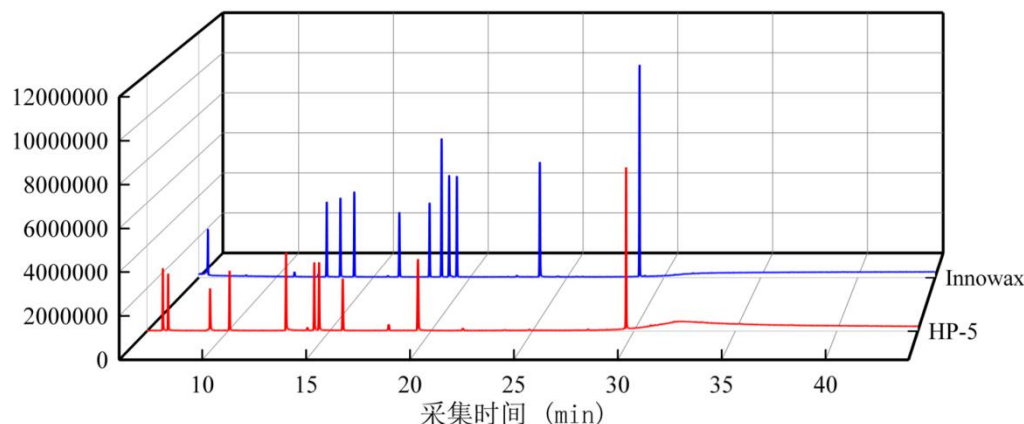


图 1 不同色谱柱条件下的色谱图

1.2.2 升温程序的选择

优化升温程序不仅可以提高分离度，还能缩短分离时间，由于试样中各成分的沸点变化范围很大，所以采用了升温程序。我们考察了 3 组升温程序对葡萄酒中挥发性物质分离效

果的影响详见表 1。试验结果，2 号升温程序出峰数量多且峰面积较大，对葡萄酒中不同的香气成分的分离度较高。因此选择 2 号升温程序。

表 1 升温程序的对比

编号	升温程序
1	1 号升温程序：40℃保持 2min，以 6℃/min 升温至 230℃，保持 20min。
2	2 号升温程序：40℃保持 2min，以 6℃/min 升温至 180℃，保持 1min，以 15℃/min 升至 250℃，保持 13min。
3	3 号升温程序：40℃保持 2min，以 4℃/min 升温至 100℃，保持 10min，以 4℃/min 升至 200℃，保持 13min。

1.2.3 小结

气相色谱条件

a)色谱柱：HP-INNOWax，柱长：30m；内径：0.25mm；膜厚：0.25 μm 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：1 μL。

1.3 固相微萃取条件的确定

1.3.1 萃取时间的选择和优化

选取同一酒样，做四组对照实验，分别加入 5mL 葡萄酒样品，2gNaCl，孵化温度为 40℃，孵化 5min，分别萃取 40min，60min，30min，10min 的时间。分析对比葡萄酒中挥发性物

质的检测情况。

顶空固相微萃取是一种当分析物在三相中达到平衡的一种测定方法，当达到平衡后它们每一相的质量浓度为一常数。因此，要想精确地确定薄膜中被分析物的质量浓度，就必须使体系达到一个平衡状态，而这个平衡状态可以由被分析物的萃取时间和峰面积来确定。选取样品中含有的具有代表性的四种葡萄酒香气物质苯甲醛、癸酸乙酯、壬醇和正己酸作为代表，通过 HP-SPME 法对葡萄酒样的挥发性成分的萃取和吸附情况进行分析，确定萃取时间。

表 2 萃取时间对比

样品编号	样品质量/mL	NaCl 质量/g	孵化温度/°C	孵化时间/min	萃取时间/min
1-1	5	2	40	5	40
1-2	5	2	40	5	60
1-3	5	2	40	5	30
1-4	5	2	40	5	10

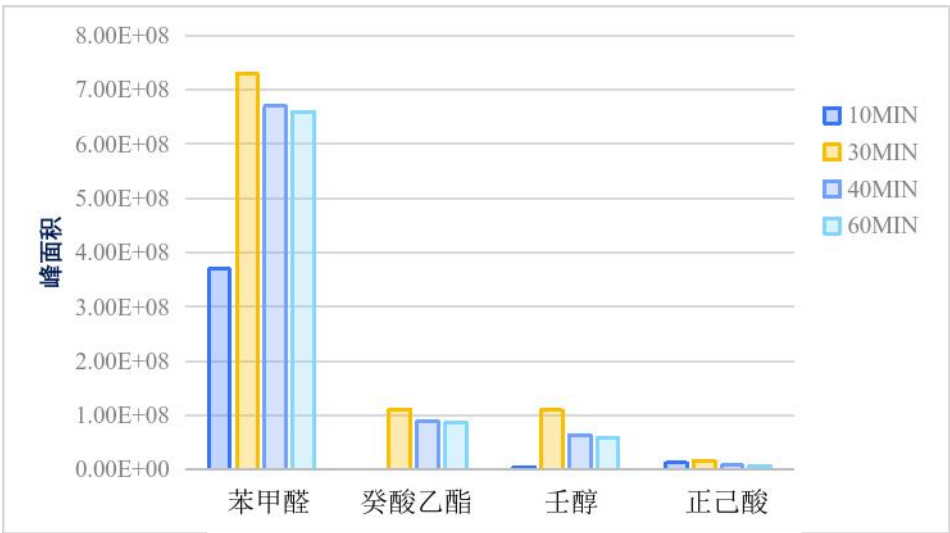


图 2 不同萃取时间下葡萄酒部分挥发性物质的萃取效率

从图 2 可以看出，随着萃取时间的延长，葡萄酒样中各组分的含量有着明显的上升。但是，当萃取时间超过 30 min 后，萃取量呈现出下降趋势。这是由于在提取过程中，提取头上所吸附的挥发性成分会逐渐被分离解析出来。因此，为了缩短分析时间提高萃取效率，选择 30 min 作为最优萃取时间。

1.3.2 孵化温度的选择与优化

选取同 1 酒样，做四组对照实验，分别加入 5mL 葡萄酒样品，2gNaCl，分别在 35℃、40℃、50℃、60℃ 的温度下进行孵化，孵化 5min，萃取 30min 的时间，对比香气成分的分析检测情况。

表 3 孵化温度对比

样品编号	样品质量/mL	NaCl 质量/g	孵化温度/℃	孵化时间/min	萃取时间/min
1-5	5	2	35	5	30
1-6	5	2	40	5	30
1-7	5	2	50	5	30
1-8	5	2	60	5	30

一方面增加温度，可以有效缩短平衡所需的时间，提高分析效率；另一方面，如果温度过高，则会造成香气物质在涂层与葡萄酒中这两相中的分配系数降低，从而造成萃取头

对香气成分的吸附量过小，从而会影响 SPME 的灵敏度，所以，应选择最佳温度。

从图 3 可以看出，当孵化温度超过 35℃ 时，对香气物质的萃取量呈现出了下降的趋势，而癸酸乙酯在 50℃ 的条件下，达到了最大的萃取效果后，再一次呈现出了下降的趋势。为避免升高温度可能引起葡萄酒中香气物质发生化学变化，所以选择 35℃ 作为孵化最优温度。

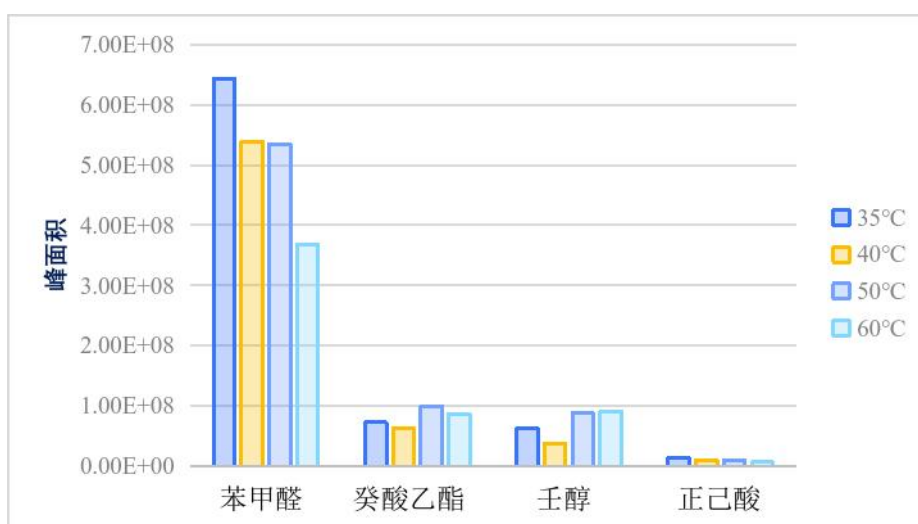


图 3 不同孵化温度下葡萄酒部分香味物质的萃取效率

1.3.3 小结

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℃。

2 方法性能试验

2.1 线性关系考察

将标准储备溶液配制成一系列浓度的标准工作溶液：0 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、30 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ ，按照标准的色谱条件进样分析测定峰面积，以色谱峰的峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准曲线，得到线性方程和相关系数（表 4）。

结果表明，10 种挥发性物质在 0~50 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内线性关系良好。

表 4 10 种挥发性物质的线性关系

待测物	线性范围($\mu\text{g/mL}$)	线性回归方程	相关系数 (r)
丁酸乙酯	0~50	$y=0.695896x+0.009504$	0.9984
正己醇	0~50	$y=1.350313x+0.043562$	0.9930
叶醇	0~50	$y=1.253323x+0.037278$	0.9940
苯甲醛	0~50	$y=1.161552x+0.039058$	0.9928
癸酸乙酯	0~50	$y=2.346142x+0.078756$	0.9924
壬醇	0~50	$y=0.907955x+0.028199$	0.9936
丁二酸二乙酯	0~50	$y=2.811218x+0.104300$	0.9924
正己酸	0~50	$y=0.215046x-0.018878$	0.9905
苯乙醇	0~50	$y=3.739209x+0.142419$	0.9914
棕榈酸乙酯	0~50	$y=2.642979x+0.089523$	0.9917

2.2 精密度、准确度考察

选取 10 种挥发性物质低、中、高三组浓度加入空白基质中，对其精密度、准确度进行考察，结果见表 5。

表5 方法的精密度、准确度 (n=6)

化合物名称	本底值 (µg/mL)	加标浓度 (µg/mL)	实测值						平均实测值 (µg/mL)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD %
			1	2	3	4	5	6			
丁酸乙酯	ND	2	1.89	1.93	1.68	1.82	1.69	1.87	1.81	90.74	5.90
		20	17.08	19.17	19.05	15.23	18.63	19.59	18.13	90.64	9.17
		50	49.93	48.85	48.63	48.98	47.70	47.19	48.55	97.10	2.01
正己醇	ND	2	1.97	1.54	1.71	1.94	1.81	1.81	1.80	89.82	8.73
		20	15.63	15.40	19.82	16.67	17.78	17.55	17.14	85.70	9.52
		50	48.41	48.76	48.27	48.23	47.17	49.44	48.38	96.76	1.54
叶醇	ND	2	1.66	1.54	1.85	1.67	1.52	1.76	1.67	83.44	7.55
		20	19.34	17.56	18.23	18.90	17.23	19.18	18.41	92.04	4.78
		50	49.29	49.41	49.93	48.25	48.14	49.69	49.12	98.24	1.53
苯甲醛	ND	2	1.72	1.76	1.64	1.89	1.51	1.81	1.72	86.06	7.73
		20	17.52	18.19	19.68	19.31	19.11	19.07	18.81	94.07	4.26
		50	49.70	49.67	48.00	49.42	48.94	48.06	48.97	97.93	1.58
癸酸乙酯	ND	2	1.70	1.62	1.64	1.97	1.91	1.64	1.75	87.37	8.78
		20	15.28	16.05	15.96	19.94	15.40	16.31	16.49	82.46	10.52
		50	47.88	48.54	49.23	48.48	47.81	48.09	48.34	96.67	1.10
壬醇	ND	2	1.95	1.52	1.92	1.56	1.79	1.77	1.75	87.63	10.14
		20	17.23	18.19	18.90	19.69	16.88	17.36	18.04	90.20	6.05
		50	47.29	47.93	48.83	48.30	47.61	47.87	47.97	95.95	1.13
丁二酸二乙酯	ND	2	1.54	1.69	1.82	1.77	1.60	1.86	1.71	85.72	7.42
		20	17.89	15.21	17.63	17.79	18.62	17.11	17.37	86.87	6.70
		50	49.89	48.43	48.05	48.85	48.76	48.27	48.71	97.42	1.34
正己酸	ND	2	1.95	1.68	1.51	1.62	1.90	1.92	1.76	88.25	10.37
		20	18.56	16.17	18.08	17.49	17.30	15.47	17.18	85.89	6.76
		50	47.90	47.72	48.66	47.30	47.20	49.20	48.00	95.99	1.64
苯乙醇	ND	2	2.00	1.56	1.76	1.82	1.96	1.74	1.81	90.30	8.76
		20	17.47	18.54	16.87	17.62	19.46	18.93	18.15	90.73	5.43
		50	48.02	48.31	49.60	47.18	48.40	47.00	48.09	96.17	1.96
棕榈酸乙酯	ND	2	1.50	1.64	1.88	1.94	1.92	1.85	1.79	89.39	9.84
		20	19.32	19.25	17.85	16.71	19.15	15.80	18.01	90.06	8.29
		50	48.56	48.96	48.00	48.38	49.99	49.18	48.84	97.69	1.43

2.3 方法定量限考察

在空白基质中添加含量为 $2\mu\text{g/mL}$ 的标准品,按照本标准建立的方法检测分析,根据信噪比确定 10 种挥发性物质的方法定量限为 $2\mu\text{g/mL}$ (图 4)。

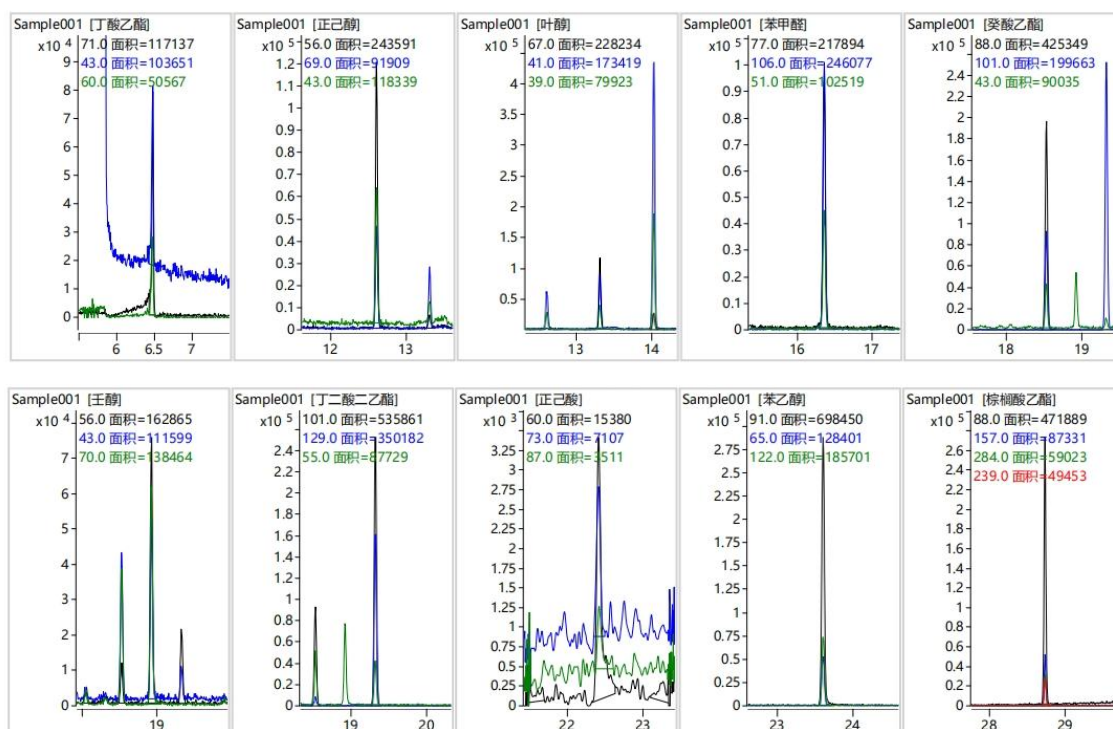


图 4 空白基质间定量限加标色谱图

(三) 确定依据

本标准的技术参数、方法流程及判定准则,均以技术原理、一线实践为核心依据,确保科学合规、实用可行,具体如下:

1.依据技术原理,确保科学性

HS-SPME -GC/MS 能高效分离和检测葡萄酒中的多种

挥发性醇类、酯类、酸类、醛类物质。结合仪器分析、化学计量学方法，确定葡萄酒香味的关键风味活性成分并实现定量分析。

2.依据一线实践，确保实用性

顶空固相微萃取-气相色谱/质谱法（HS-SPME-GC/MS）被广泛应用于挥发性物质检测领域，具有灵敏度高、选择性好、样品前处理简单等特点。众多科研机构与企业已积累大量运用该技术进行葡萄酒成分分析的经验，为标准的落地实施提供坚实技术支撑。

（四）标准验证

为验证测定方法的准确性，我们在样品中添加不同浓度的标准品，邀请国内 2 家检测机构（广州禾信仪器股份有限公司和广州智达实验室科技有限公司）对不同加标浓度进行了方法的验证，2 家验证单位所得实验结果见附件 1 所示。

本次验证覆盖样品类型、检测人员等，验证结果表明：本标准规定的快检方法准确可靠，流程简洁高效，结果判定科学合规。本标准通过标准化的检测手段为筛选葡萄酒中的优质产品提供可能性，推动葡萄酒行业整体质量提升、葡萄酒检测技术的持续创新，为行业发展提供源源不断的技术动力。

四、预期的经济、社会和生态效益

本标准旨在利用顶空固相微萃取技术对葡萄酒中醇类（叶醇、正己醇、苯乙醇、壬醇）、酯类（丁酸乙酯、丁二酸二乙酯、癸酸乙酯、棕榈酸乙酯）、酸类（正己酸）、醛类（苯甲醛）10种挥发性物质进行测定与解析，结合仪器分析、化学计量学方法，确定葡萄酒香味的关键风味活性成分并实现定量分析，助力实现产品特征品质指标识别。葡萄酒中挥发性醇类、酯类、酸类、醛类物质的测定标准制定，有助于相关部门依据明确的量化指标开展监管工作，确保葡萄酒市场的合规性。同时，该标准能为葡萄酒中代表性挥发性醇类、酯类、酸类、醛类物质的测定提供科学依据，推动行业健康有序发展。

五、与现行相关法律、行政法规和其他标准的关系

本标准与我国有关法律、法规、规章及相关标准无冲突。是对国家相关标准的有效补充。

六、采用国际标准的程度及水平的简要说明

本标准未采用国际国外标准。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

标准编制过程中未发生重大分歧意见。

八、其它应予说明的事项（标准如涉及专利情况请说明）

无。

附件：实验验证报告等

山东省产品质量检验研究院

2025年11月12日

山东省检验检测协会团体标准

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

验证报告

委托单位 山东省产品质量检验研究院

委托日期 2025.10.10

验证单位 广州智达实验室科技有限公司

验证日期 2025.10.10~2025.10.23



一、验证测试内容

由山东省产品质量检验研究院起草制定《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》。受山东省产品质量检验研究院委托，本单位对提供的《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》草案进行方法学验证，对其线性范围、灵敏度、准确度及精密度等指标进行方法验证。

二、验证测试方法和条件

1、试剂和材料（需说明纯度和试剂品牌）

氯化钠：分析纯。无水乙醇：色谱纯。15%乙醇水溶液。

2、仪器和设备（需说明设备品牌和型号）

顶空固相微萃取装置（CTC Analytics AG, PAL RTC），气相色谱/质谱联用仪（GC-MS）（安捷伦，8890-5977B），电子天平（赛多利斯，SQP）。

3、测定步骤（包括样品前处理过程）：同标准文本。

4、仪器条件：

气相色谱参考条件

a) 色谱柱：HP-INNOWax，柱长：30m；内径：0.25mm；膜厚：0.25 μm 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：1 μL 。

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）：仲辛醇（内标）：45，97，70；丁酸乙酯：71，43，60；正己醇：56，43，69；叶醇：67，41，39；苯甲醛：77，106，51；癸酸乙酯：88，101，43；壬醇：56，43，70；丁二酸二乙酯：101，129，55；正己酸：60，73，87；苯乙醇：91，65，122；棕榈酸乙酯：88，239，157，284：。

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℃。

三、测定结果

1、线性实验的标准曲线、相关系数、线性范围见表 1。标准品色谱图见附录 A。

表 1 方法的标准曲线

序号	名称	线性范围	线性回归方程	相关系数
1	丁酸乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.554084x+0.019051$	0.9911
2	正己醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=1.276863x+0.050610$	0.9905
3	叶醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=1.244498x+0.048256$	0.9912
4	苯甲醛	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=1.185267x+0.044966$	0.9911
5	癸酸乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=2.401511x+0.097603$	0.9902
6	壬醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.879211x+0.031303$	0.9912
7	丁二酸二乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=3.060594x+0.126076$	0.9905
8	正己酸	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.068581x-0.003343$	0.9903
9	苯乙醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=4.013126x+0.145453$	0.9913
10	棕榈酸乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.494135x+0.013685$	0.9932

2、方法的准确度、精密度实验

验证葡萄酒中 10 种挥发性物质，每种基质做 3 个浓度水平的加标试验，加标水平按样品的低、中、高设置。每个浓度水平独立检测 6 次。

表 2 10 种挥发性物质的准确度、精密度的实验

样品名称	本底值 ($\mu\text{g/mL}$)	加标浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平均实测值 ($\mu\text{g/mL}$)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD %
丁酸乙酯	ND	2	1.78	1.95	1.66	1.66	1.79	1.69	1.76	87.86	6.41
		20	19.46	18.57	18.39	17.33	19.39	19.02	18.69	93.47	4.26
		50	47.89	48.38	48.21	47.58	48.53	49.60	48.37	96.73	1.44
正己醇	ND	2	1.89	2.00	1.53	1.73	1.91	1.51	1.76	88.14	11.70
		20	16.01	16.34	17.83	16.99	17.69	19.51	17.40	86.98	7.24
		50	49.45	48.20	47.42	47.30	47.78	49.98	48.35	96.71	2.30
叶醇	ND	2	1.84	1.90	1.55	1.89	1.67	1.61	1.74	87.10	8.73
		20	16.71	18.30	17.77	18.93	19.08	18.28	18.18	90.89	4.75
		50	47.92	47.93	47.55	49.67	49.18	48.87	48.52	97.04	1.73
苯甲醛	ND	2	1.99	1.79	1.71	1.91	1.88	1.59	1.81	90.52	7.93
		20	16.59	19.10	17.78	16.25	15.29	19.97	17.50	87.49	10.23
		50	49.67	48.31	47.17	48.27	47.46	48.07	48.16	96.32	1.81
癸酸乙酯	ND	2	1.65	2.00	1.70	1.87	1.69	1.84	1.79	89.62	7.38
		20	18.52	18.33	16.74	19.11	17.41	18.10	18.04	90.18	4.66
		50	47.12	48.71	49.15	47.43	48.34	47.20	47.99	95.98	1.79
壬醇	ND	2	1.96	1.65	1.69	1.61	1.56	1.97	1.74	87.03	10.45
		20	15.42	16.38	19.46	19.25	15.27	15.10	16.81	84.07	12.01
		50	48.03	48.22	49.14	48.68	48.61	49.46	48.69	97.38	1.11
丁二酸二乙酯	ND	2	2.00	1.87	1.54	1.76	1.84	1.85	1.81	90.41	8.50
		20	16.16	19.00	18.27	16.10	19.23	17.44	17.70	88.50	7.74
		50	47.45	49.41	48.35	47.33	47.50	48.21	48.04	96.08	1.65
正己酸	ND	2	2.00	1.71	1.82	1.90	1.84	1.68	1.83	91.32	6.42
		20	18.94	18.12	19.45	18.27	17.23	15.50	17.92	89.59	7.84
		50	47.95	49.46	47.58	48.65	49.77	48.12	48.59	97.18	1.79
苯乙醇	ND	2	1.95	1.52	1.95	1.70	1.88	1.51	1.75	87.50	11.65
		20	16.26	18.40	18.03	19.73	15.68	15.55	17.28	86.38	9.83
		50	47.76	47.31	48.01	48.53	49.12	49.11	48.31	96.62	1.53
棕榈酸乙酯	ND	2	1.85	1.82	1.54	1.58	1.95	1.76	1.75	87.51	9.18
		20	19.23	17.30	15.43	15.01	19.01	19.74	17.62	88.10	11.55
		50	49.06	49.54	48.76	49.47	47.77	48.46	48.84	97.69	1.37

3、定量限的测定

选择空白基质，进行定量限浓度水平的加标试验，每个浓度水平独立检测 6 次，计算其信噪比。

表 3 定量限信噪比

待测物	基质	方法要求	定量限($\mu\text{g/mL}$)	
			验证结果	信噪比 S/N
丁酸乙酯	葡萄酒	2	2	47.2
正己醇	葡萄酒	2	2	44.5
叶醇	葡萄酒	2	2	62.6
苯甲醛	葡萄酒	2	2	181.4
癸酸乙酯	葡萄酒	2	2	30.95
壬醇	葡萄酒	2	2	35.6
丁二酸二乙酯	葡萄酒	2	2	105.9
正己酸	葡萄酒	2	2	38.9
苯乙醇	葡萄酒	2	2	230.4
棕榈酸乙酯	葡萄酒	2	2	85.4

4、盲样分析结果

对提供的 1 个盲样，用本方法进行测定，每个样品独立检测 3 次。盲样中检出丁酸乙酯 $29.1\mu\text{g/mL}$ ，正己醇 $18.8\mu\text{g/mL}$ ，叶醇 $20.4\mu\text{g/mL}$ ，苯甲醛 $52.2\mu\text{g/mL}$ ，癸酸乙酯 $51.9\mu\text{g/mL}$ ，壬醇 $20.5\mu\text{g/mL}$ ，丁二酸二乙酯 $14.8\mu\text{g/mL}$ ，正己酸 $14.2\mu\text{g/mL}$ ，苯乙醇 $20.7\mu\text{g/mL}$ ，棕榈酸乙酯 $22.9\mu\text{g/mL}$ 。提取色谱图见附录 B。

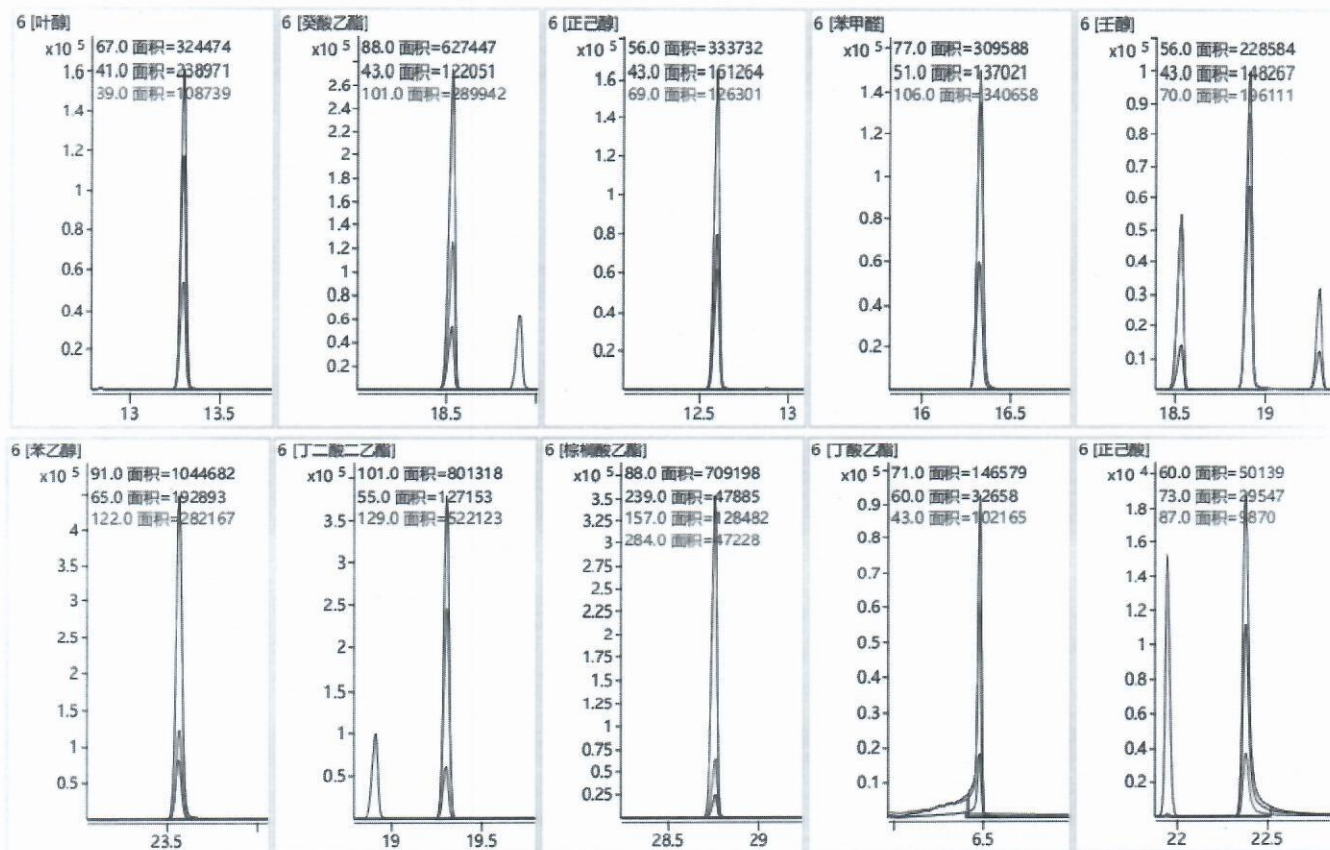
四、讨论（可选填）

无。

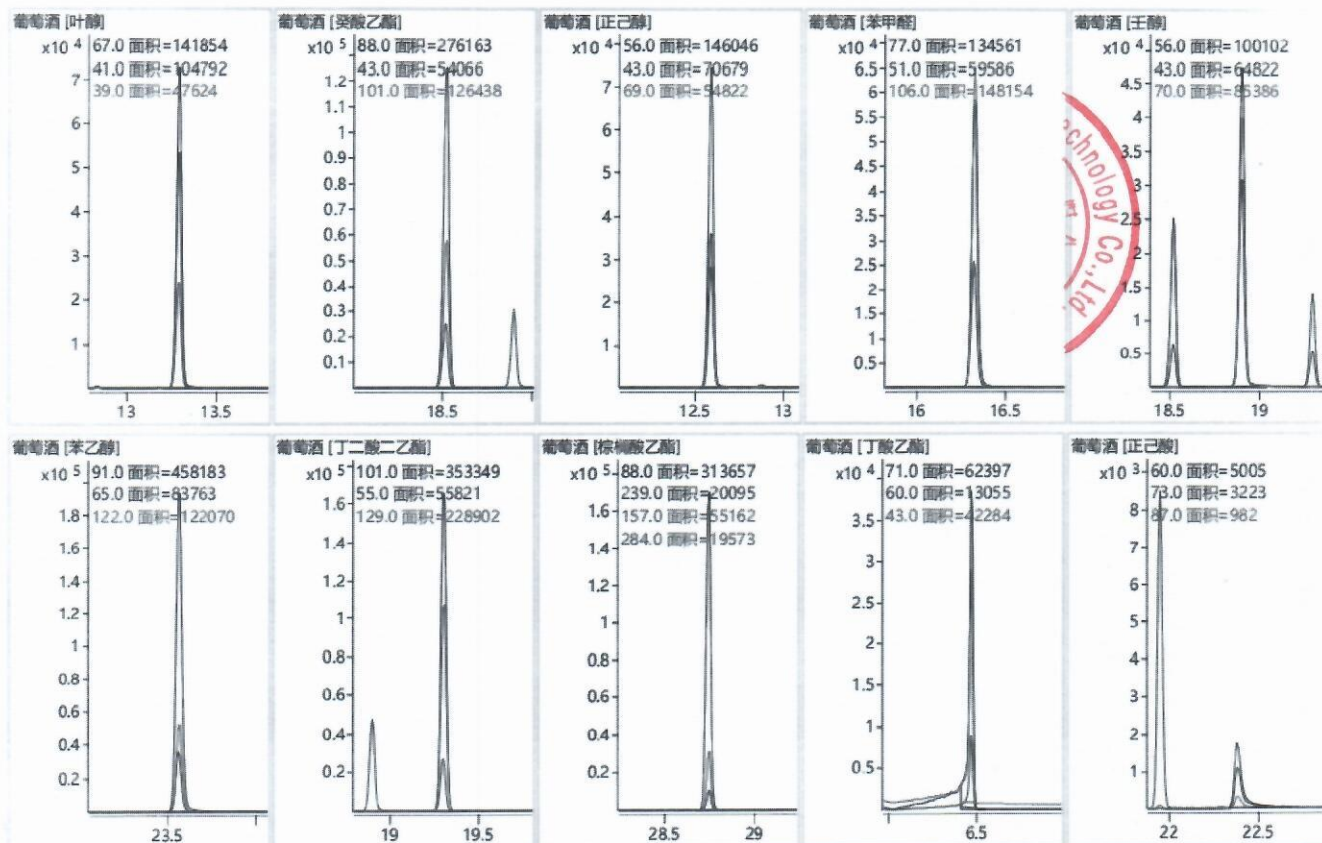
五、结论

经过对山东省产品质量检验研究院等单位拟定的《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》（征求意见稿）进行验证实验，对其线性范围、定量限、精密度、回收率等指标进行方法学验证，结果表明：该方法线性范围在 $0\mu\text{g/mL}\sim 50\mu\text{g/mL}$ 、精密度在 1.11%-12.01%、回收率在 84.07%-97.69%，方法快速、灵敏、稳定，能满足葡萄酒中丁酸乙酯等 10 种挥发性物质的测定要求。

附录 A 标准品中化合物的提取色谱图



附录 B 盲样



验证测试人 (签字)

审核人 (签字):

测试单位 (盖章)

测试日期: 2025.10.10~2025.10.23



蔡嘉树

山东省检验检测协会团体标准

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

验证报告

委托单位 山东省产品质量检验研究院

委托日期 2025.10.14

验证单位 广州禾信仪器股份有限公司

验证日期 2025.10.14~2025.10.24

一、验证测试内容

由山东省产品质量检验研究院起草制定《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》。受山东省产品质量检验研究院委托，本单位对提供的《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》草案进行方法学验证，对其线性范围、灵敏度、准确度及精密度等指标进行方法验证。

二、验证测试方法和条件

1、试剂和材料（需说明纯度和试剂品牌）

氯化钠：分析纯。无水乙醇：色谱纯。15%乙醇水溶液。

2、仪器和设备（需说明设备品牌和型号）

气相色谱/质谱联用仪(GC-MS)（禾信，GCMS 1500）

电子天平（梅特勒，MX204）

固相微萃取装置（智达，PAL RTC）

3、测定步骤（包括样品前处理过程）：同标准文本。

仪器条件：

气相色谱参考条件

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

b)进样口温度：230 $^{\circ}$ C。

c)程序升温：起始温度40 $^{\circ}$ C，保持2min，以6 $^{\circ}$ C/min上升至180 $^{\circ}$ C，保持1min；再以15 $^{\circ}$ C/min上升至250 $^{\circ}$ C，保持13min。

d)进样方式：不分流进样。

e) 进样量：1 μ L。

质谱参考条件

a)电子轰击源：70eV；

b)离子源温度：230 $^{\circ}$ C；

c)传输线温度：280 $^{\circ}$ C；

e)监测方式：选择离子扫描（SIM）：监测离子参见表1。

表 1 化合物定性、定量离子

化合物名称	定量离子信息 (m/z)	定性离子信息 (m/z)
仲辛醇*	45	97, 70
丁酸乙酯	71	43, 60
正己醇	56	43, 69
叶醇	67	41, 39
苯甲醛	77	106, 51
癸酸乙酯	88	101, 43
壬醇	56	43, 70
丁二酸二乙酯	101	129, 55
正己酸	60	73, 87
苯乙醇	91	65, 122
棕榈酸乙酯	88	239, 157, 284

注：*为内标物。

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℃。

三、测定结果

- 1、线性实验的标准曲线、相关系数、线性范围见表 2。标准品色谱图见附录 A。

表 2 方法的标准曲线

序号	名称	线性范围	线性回归方程	相关系数
1	丁酸乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.229369x+0.004979$	0.9913
2	正己醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.509736x+0.049390$	0.9911
3	叶醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.495513x+0.046928$	0.9916
4	苯甲醛	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.473286x+0.042832$	0.9920
5	癸酸乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.957559x+0.095156$	0.9910
6	壬醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.349851x+0.031850$	0.9912
7	丁二酸二乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=1.221991x+0.122839$	0.9911
8	正己酸	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=0.028355x-0.005041$	0.9907
9	苯乙醇	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=1.598237x+0.147193$	0.9912
10	棕榈酸乙酯	0 $\mu\text{g/mL}$ ~50 $\mu\text{g/mL}$	$y=1.083949x+0.100328$	0.9914

2、方法的准确度、精密度实验

验证葡萄酒中 10 种挥发性物质，每种基质做 3 个浓度水平的加标试验，加标水平按样品的低、中、高设置。每个浓度水平独立检测 6 次。

表 3 10 种挥发性物质的准确度、精密度实验

样品名称	本底值 (μg/mL)	加标浓度 (μg/mL)	实测值 (μg/mL)						平均实测值 (μg/mL)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 RSD %
			平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6			
丁酸乙酯	ND	2.00	1.91	1.70	1.93	1.95	1.80	1.61	1.82	90.88%	7.63
		20.00	17.76	18.66	19.44	18.61	15.67	16.84	17.83	89.15%	7.74
		50.00	49.61	49.45	48.35	48.27	48.01	47.23	48.49	96.98%	1.86
正己醇	ND	2.00	1.61	1.78	1.94	1.56	1.88	1.61	1.73	86.51%	9.11
		20.00	19.61	18.59	16.24	18.41	15.83	19.29	17.99	89.97%	8.81
		50.00	47.47	48.80	47.66	47.03	49.16	49.94	48.34	96.69%	2.34
叶醇	ND	2.00	1.63	1.77	1.61	1.70	1.89	1.71	1.72	85.93%	5.95
		20.00	16.53	15.31	18.30	15.78	17.94	17.45	16.88	84.42%	7.15
		50.00	48.00	47.52	47.14	48.46	47.47	49.47	48.01	96.02%	1.77
苯甲醛	ND	2.00	1.78	1.57	1.60	1.87	1.86	1.90	1.76	88.13%	8.27
		20.00	17.06	17.77	18.38	18.74	17.17	18.50	17.94	89.68%	3.97
		50.00	47.87	49.93	47.17	47.36	49.74	47.63	48.28	96.57%	2.54
癸酸乙酯	ND	2.00	1.97	1.57	1.53	1.67	1.57	1.81	1.69	84.38%	10.37
		20.00	16.30	16.85	19.72	18.79	18.50	19.86	18.33	91.67%	8.02
		50.00	49.43	48.65	48.26	47.24	48.64	47.49	48.28	96.57%	1.68
壬醇	ND	2.00	1.96	1.81	1.60	1.90	1.72	1.57	1.76	87.98%	9.00
		20.00	16.88	17.08	15.89	17.37	17.25	18.69	17.19	85.97%	5.27
		50.00	47.34	49.61	49.87	48.14	49.64	49.26	48.97	97.95%	2.06
丁二酸二乙酯	ND	2.00	1.79	1.77	1.86	1.89	1.64	1.83	1.80	89.99%	4.99
		20.00	16.41	16.27	16.99	17.87	17.02	18.26	17.14	85.68%	4.60
		50.00	47.73	49.34	48.99	47.61	47.55	48.80	48.34	96.67%	1.64
正己酸	ND	2.00	1.50	1.99	1.78	1.79	1.95	1.70	1.79	89.34%	9.91
		20.00	18.20	19.56	18.18	19.55	19.15	19.59	19.04	95.20%	3.56
		50.00	48.33	49.62	49.01	49.43	48.65	47.61	48.78	97.55%	1.53
苯乙醇	ND	2.00	1.81	1.71	1.71	1.55	1.88	1.59	1.71	85.36%	7.37
		20.00	18.88	16.40	15.89	17.63	15.11	17.18	16.85	84.25%	7.96
		50.00	47.85	48.73	47.87	47.93	49.63	49.54	48.59	97.18%	1.72
棕榈酸乙酯	ND	2.00	1.79	1.56	1.94	1.88	1.61	1.53	1.72	85.99%	10.21
		20.00	16.71	15.64	15.53	19.87	16.32	19.27	17.23	86.13%	10.90
		50.00	47.64	48.18	49.88	47.26	49.39	47.70	48.34	96.68%	2.18

3、定量限的测定

选择空白基质，进行定量限浓度水平的加标试验，每个浓度水平独立检测 6 次，计算其信噪比。

表 4 定量限信噪比

待测物	基质	方法要求	定量限(μg/mL)	
			验证结果	信噪比 S/N
丁酸乙酯	葡萄酒	2	2	65.7
正己醇	葡萄酒	2	2	48.5
叶醇	葡萄酒	2	2	110.3
苯甲醛	葡萄酒	2	2	204.1
癸酸乙酯	葡萄酒	2	2	34.8
壬醇	葡萄酒	2	2	39.6
丁二酸二乙酯	葡萄酒	2	2	49.2
正己酸	葡萄酒	2	2	34.5
苯乙醇	葡萄酒	2	2	140.4
棕榈酸乙酯	葡萄酒	2	2	99.6

4、盲样分析结果

对提供的 1 个盲样，用本方法进行测定，每个样品独立检测 3 次。盲样中检出丁酸乙酯 30.6μg/mL，正己醇 20.3μg/mL，叶醇 21.3μg/mL，苯甲醛 50.2μg/mL，癸酸乙酯 50.4μg/mL，壬醇 21.4μg/mL，丁二酸二乙酯 15.4μg/mL，正己酸 14.3μg/mL，苯乙醇 21.38μg/mL，棕榈酸乙酯 21.6μg/mL。提取色谱图见附录 B。

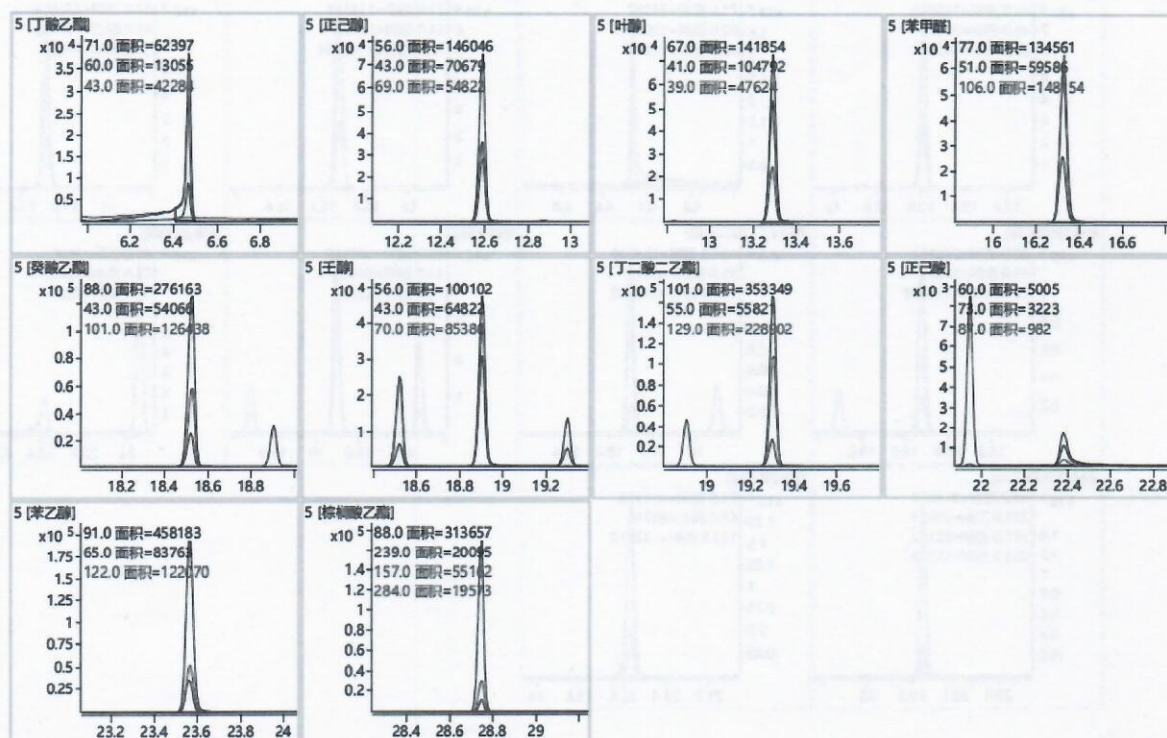
四、讨论（可选填）

无。

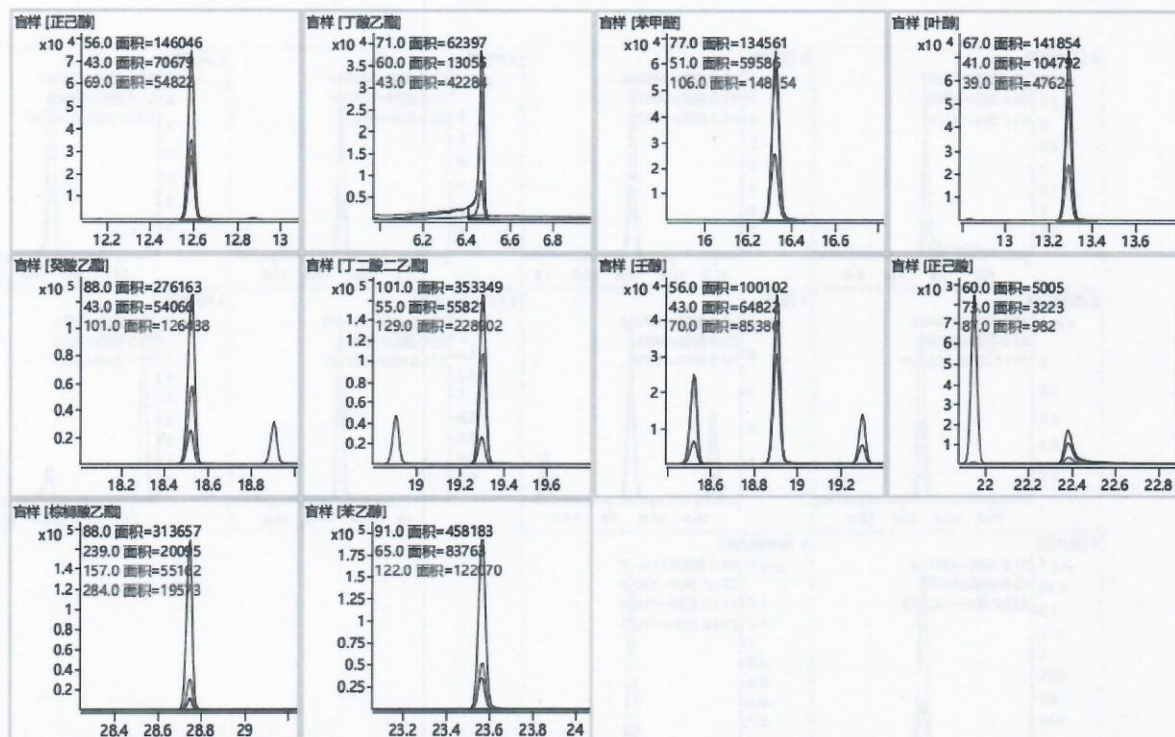
五、结论

经过对山东省产品质量检验研究院等单位拟定的《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》（征求意见稿）进行验证实验，对其线性范围、定量限、精密度、回收率等指标进行方法学验证，结果表明：该方法线性范围在 0 μg/mL~50 μg/mL、精密度在 1.53%-10.90%、回收率在 84.25%-97.95%，方法快速、灵敏、稳定，能满足葡萄酒中丁酸乙酯等 10 种挥发性物质的测定要求。

附录 A 标准品中化合物的提取色谱图



附录 B 盲样



验证测试人（签字）：李凯强

审核人（签字）：吴爱爱

测试单位（盖章）：

测试日期：2015.10.14 ~ 2015.10.19