

CTQTC

国家烟草质量监督检验中心实验室方法

Q/CTQTC 121—2021

电子烟雾化物添加剂 杂环化合物的测定 气相色谱-质谱联用法

Additive in E-atomization Material—Determination of Heterocyclic
Compounds—Gas Chromatography-Mass Spectrometry Method

国家烟草质量监督检验中心

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》给出的规则起草。

本文件由国家烟草质量监督检验中心提出。

本文件起草单位：国家烟草质量监督检验中心。

电子烟雾化物添加剂 杂环化合物的测定 气相色谱-质谱联用法

1 范围

本文件规定了电子烟雾化物中杂环化合物（2,3-二甲基吡嗪、2,5-二甲基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪、2-乙酰基吡嗪、2-乙酰基吡啶、2-乙酰基吡咯、2-乙酰基噻唑和2-乙酰基呋喃）的气相色谱-质谱联用方法。

本文件适用于电子烟雾化物中杂环化合物（2,3-二甲基吡嗪、2,5-二甲基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪、2-乙酰基吡嗪、2-乙酰基吡啶、2-乙酰基吡咯、2-乙酰基噻唑和2-乙酰基呋喃）的测定。

2 规范性引用文件

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

在碱性条件下用含内标的甲基叔丁基醚溶液萃取电子烟雾化物，气相色谱-质谱联用法测定萃取液中的目标化合物含量。

4 试剂与材料

4.1 水，应为蒸馏水或至少应达到 GB/T 6682 三级水的水平。

4.2 无水乙醇，色谱纯。

4.3 氢氧化钠，分析纯。

4.4 甲基叔丁基醚，色谱纯。

4.5 内标物：2,2'-联吡啶-d₈，纯度应不低于 98%。

4.6 标准品：参见附录 A，纯度应不低于 99%。

4.7 1%氢氧化钠水溶液

称取 1.0 g 氢氧化钠（4.3）于塑料瓶中，加入 99 mL 水（4.1）溶解并混合均匀。

4.8 内标储备液

将内标物（4.5）溶解于乙醇（4.2），配制成内标储备液，一般为 1 mg/mL。0℃~4℃避光储存，有效期为 6 个月。

4.9 混合标准储备液

将标准品（4.6）溶解于乙醇（4.2），配制成混合标准储备液，一般为 2 mg/mL。0℃~4℃避光储存，有效期为 6 个月。

4.10 标准工作溶液

移取不同体积的混合标准储备液（4.9）于 10 mL 容量瓶中，分别加入 0.1 mL 内标储备液（4.8），用甲基叔丁基醚（4.4）定容至刻度，制备至少 6 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为 0.005 mg/mL ~ 0.4 mg/mL。现配现用。

4.11 有机相滤膜，0.22 μm。

5 仪器设备

5.1 分析天平，感量为 0.1 mg。

5.2 气相色谱-质谱联用仪。

5.3 涡旋振荡器，最大涡旋速度不小于 2000 r/min。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

称取 0.5 g 样品于 50 mL 离心管中，精确至 0.1 mg，加入 0.1 mL 内标储备液（4.8）和 2 mL 1%氢氧化钠水溶液（4.7），加盖密封后以 2000 r/min 的速度涡旋振荡 1 min，然后加入 10 mL 甲基叔丁基醚（4.4），加盖密封后以 2000 r/min 的速度涡旋振荡提取 10 min，静置分层后取上清液，用有机相滤膜（4.11）过滤于色谱瓶中待测。

6.2 仪器分析条件

以下分析条件可供参考，采用其它条件应验证其适用性。

6.2.1 气相色谱条件

- 色谱柱：弹性石英毛细管柱，固定相为聚乙二醇，30 m（长度）× 0.25 mm（内径）× 0.25 μm（膜厚），或等效柱；
- 升温程序：初温 80℃，保持 1.0 min，以 15℃/min 的速率升至 220℃，保持 5.0 min。
- 进样口温度：220℃；
- 进样体积：1 μL，分流比 50:1；
- 载气：氦气，1.0 mL/min；

6.2.2 质谱条件

- 溶剂延迟：3.5 min；
- 电离方式：电子轰击源（EI）；
- 电离能量：70 eV；
- 离子源温度：230℃；
- 传输线温度：220℃；
- 四极杆温度：150℃；
- 扫描方式：选择离子监测模式（SIM），目标化合物及内标物的保留时间、定量离子及定性离子见表 1。

表 1 目标化合物及内标物的保留时间、定量离子和定性离子

序号	化合物名称	保留时间 min	定量离子 m/z	定性离子 m/z
1	2,5-二甲基吡嗪	4.19	108	81
2	2,3-二甲基吡嗪	4.40	108	67
3	2,3,5-三甲基吡嗪	4.86	122	81
4	2-乙酰基呋喃	5.76	95	110
5	2-乙酰基吡啶	6.60	121	79
6	2-乙酰基吡嗪	6.77	122	80
7	2-乙酰基噻唑	6.95	127	99
8	2-乙酰基吡咯	9.31	109	94
9	2,2'-联吡啶-d ₈	11.19	164	110

6.3 标准工作曲线制作

按照仪器分析条件（6.2）测定标准工作溶液（4.10）。以目标化合物和内标物的峰面积比值和浓度建立标准工作曲线。

每进行 20 次样品测定后，应加入一个中等浓度的标准工作溶液，如果测得值与原值相差超过 5%，则应重新制作标准工作曲线。

6.4 样品测定

按照仪器分析条件（6.2）测定样品溶液（6.1）。如样品溶液（6.1）测定浓度超出标准工作曲线范围，则适当稀释后重新进样。
每个样品平行测定两次。

7 结果计算与表述

雾化物中目标物含量按照式（1）计算：

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

式中：

- X——雾化物中目标化合物含量，单位为毫克每克（mg/g）；
- C——样品溶液中目标化合物的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V——样品溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- m——样品质量，单位为克（g）。

以两次平行测定结果的算术平均值为最终测定结果，精确到0.01 mg/g。

当测定结果小于1.00 mg/g时，两次平行测定结果的绝对差值不应大于0.10 mg/g；当测定结果为1.00~10.00 mg/g时，两次平行测定结果的相对偏差不应大于10%；当测定结果大于10.00 mg/g时，两次平行测定结果的相对偏差不应大于5%。

8 回收率、检出限和定量限

本文件回收率、检出限和定量限见表2。

表2 方法的回收率、检出限和定量限

化合物名称	回收率 %	检出限 mg/g	定量限 mg/g
2,5-二甲基吡嗪	91.9~106.1	0.0024	0.0080
2,3-二甲基吡嗪	95.4~106.0	0.0026	0.0088
2,3,5-三甲基吡嗪	96.3~113.7	0.0019	0.0065
2-乙酰基呋喃	95.2~104.9	0.0027	0.0090
2-乙酰基吡啶	96.3~110.2	0.0022	0.0074
2-乙酰基吡嗪	84.2~100.7	0.0080	0.0265
2-乙酰基噻唑	91.7~107.6	0.0016	0.0055
2-乙酰基吡咯	90.4~114.2	0.0018	0.0061

9 试验报告

- 试验报告应包括以下内容：
- 识别被测样品需要的所有信息；
 - 依据本试验方法；
 - 试验结果；
 - 试验日期；
 - 试验人员。

附录 A
(资料性)

目标化合物中文英文名称对照索引

目标化合物中文英文名称对照索引见表 A.1。

表 A.1 目标化合物中文英文名称对照索引

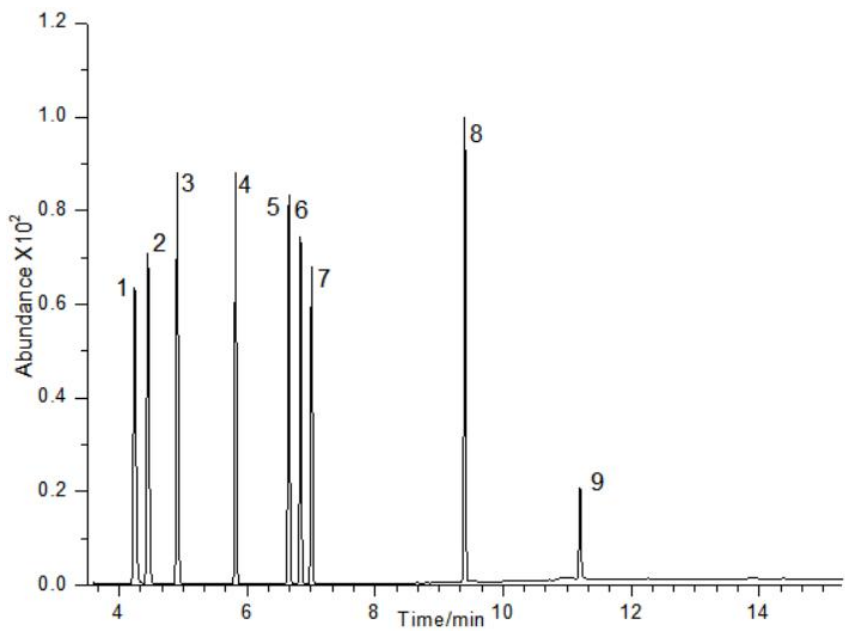
序号	中文名	英文名	CAS编号
1	2,3-二甲基吡嗪	2,3-DIMETHYL PYRAZINE	5910-89-4
2	2,5-二甲基吡嗪	2,5-DIMETHYL PYRAZINE	123-32-0
3	2,3,5-三甲基吡嗪	2,3,5-TRIMETHYLPYRAZINE	14667-55-1
4	2-乙酰基吡嗪	2-ACETYLPYRAZINE	22047-25-2
5	2-乙酰基吡啶	2-ACETYLPYRIDINE	1122-62-9
6	2-乙酰基吡咯	2-ACETYLPYRROLE	1072-83-9
7	2-乙酰基噻唑	2-ACETYLTIAZOLE	24295-03-2
8	2-乙酰基呋喃	2-ACETYLFURAN	1192-62-7

附录 B

(资料性)

标准工作溶液色谱图示例

标准工作溶液色谱图示例见图 B.1。



1—2,5-二甲基吡嗪；2—2,3-二甲基吡嗪；3—2,3,5-三甲基吡嗪；4—2-乙酰基呋喃；5—2-乙酰基吡啶；
6—2-乙酰基吡嗪；7—2-乙酰基噻唑；8—2-乙酰基吡咯；9—2,2'-联吡啶-d₈（内标）。

图 B.1 标准工作溶液色谱示例图
