

国家烟草质量监督检验中心实验室方法

Q/CTQTC 123—2021

电子烟雾化物添加剂 醛酮化合物的测定 气相 色谱-质谱联用法

**Additive in E-atomization Material—Determination of Aldehyde and Ketone
Compounds—Gas Chromatography-Mass Spectrometry Method**

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 醛酮化合物的测定 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糠醛、甲基环戊烯醇酮、4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮、3-羟基-4,5-二甲基-2(5H)呋喃酮、2,6,6-三甲基-2-环己烯-1,4-二酮、对甲氧基苯甲醛、柠檬醛、突厥烯酮、 β -突厥酮、 α -紫罗兰酮、 β -紫罗兰酮、杨梅醛、覆盆子酮的气相色谱-质谱联用方法。

本文件适用于电子烟雾化物中糠醛、甲基环戊烯醇酮、4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮、3-羟基-4,5-二甲基-2(5H)呋喃酮、2,6,6-三甲基-2-环己烯-1,4-二酮、对甲氧基苯甲醛、柠檬醛、突厥烯酮、 β -突厥酮、 α -紫罗兰酮、 β -紫罗兰酮、杨梅醛、覆盆子酮的测定。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 原理

用含内标的乙醇溶液超声萃取电子烟雾化物，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 乙醇，色谱纯。

4.2 标准品：参见附录 A，纯度应不低于 90%。

4.3 内标物：苯乙酮- d_8 ，纯度应不低于 98%。

4.4 内标储备液

将内标物（4.3）溶解于乙醇（4.1），配制成标准储备液，一般为 5 mg/mL。-18℃ 及以下避光储存，有效期为 3 个月。

4.5 萃取溶液

将内标储备液（4.4）溶解于乙醇（4.1）中，配制成萃取溶液，一般为 0.02 mg/mL。

4.6 标准储备液

将标准品（4.2）溶解于乙醇（4.1），配制成标准储备液，一般为 1 mg/mL。-18℃ 及以下避光储存，有效期为 3 个月。

4.7 标准工作溶液

移取不同体积的标准储备液（4.6）于 10 mL 容量瓶，分别加入 0.04 mL 内标储备液（4.4），用乙醇（4.1）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 0.001 mg/mL~0.6 mg/mL。现配现用。

4.8 有机相滤膜，0.22 μ m。

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 超声波发生器。

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 25.0 mL 萃取溶液（4.5）后加盖密封，

超声提取 20 min，静置，取上层清液用有机相滤膜（4.8）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5%-苯基-甲基聚硅氧烷，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 min，以5℃/min的速率升至110℃，保持1 min，再以10℃/min的速率升至200℃，以50℃/min的速率升至250℃，保持2 min。
- 进样口温度：250℃；
- 进样体积：1 μL，分流比20:1；
- 载气：氦气，1.0 mL/min；

6.2.2 质谱条件

- 溶剂延迟：2 min；
- 电离方式：电子轰击源（EI）；
- 电离能量：70 eV；
- 传输线温度：250℃；
- 离子源温度：230℃；
- 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、定量离子及定性离子

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	糠醛	2.68	96	39
2	甲基环戊烯醇酮	5.22	112	55
3	4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮	5.81	128	85
4	3-羟基-4,5-二甲基-2(5H)呋喃酮	6.63	83	55
5	2,6,6-三甲基-2-环己烯-1,4-二酮	7.89	68	96
6	对甲氧基苯甲醛	10.53	135	77
7	柠檬醛	10.11、10.72	69	41
8	突厥烯酮	12.82	69	121
9	β-突厥酮	13.30	177	123
10	α-紫罗兰酮	13.51	121	93
11	杨梅醛	13.61、14.99	132	103
12	β-紫罗兰酮	14.36	177	43
13	覆盆子酮	15.32	107	164
14	苯乙酮-d ₈ （内标）	6.00	110	82

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（4.7）。以目标化合物和内标物的峰面积比值与含量建立标准工作曲线。

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，如果测得的值与原值相差超过 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）中目标化合物含量。如样品溶液（6.1）测定浓度超出标准工作曲线范围，则用萃取溶液（4.5）适当稀释后重新进样。

每个样品平行测定两次。

7 结果的计算与表述

雾化物中目标化合物含量按照式（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的含量，单位为毫克每克（mg/g）；

C——样品溶液中目标化合物的浓度，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，精确至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

本方法回收率、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	回收率 %	检出限 mg/g	定量限 mg/g
3-羟基-4,5-二甲基-2(5H)呋喃酮	89.8~102.0	0.015	0.049
4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮	96.8~114.0	0.015	0.049
2,6,6-三甲基-2-环己烯-1,4-二酮	93.5~117.4	0.001	0.002
α-紫罗兰酮	81.1~117.8	0.002	0.006
β-突厥酮	91.0~110.0	0.002	0.008
β-紫罗兰酮	81.6~93.3	0.008	0.025
突厥烯酮	85.0~96.9	0.002	0.008
覆盆子酮	83.0~115.0	0.001	0.002
甲基环戊烯醇酮	83.4~114.6	0.002	0.006
杨梅醛	90.0~115.0	0.002	0.008
对甲氧基苯甲醛	82.7~108.0	0.002	0.005
柠檬醛	80.0~106.5	0.029	0.098
糠醛	82.0~93.3	0.002	0.008

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

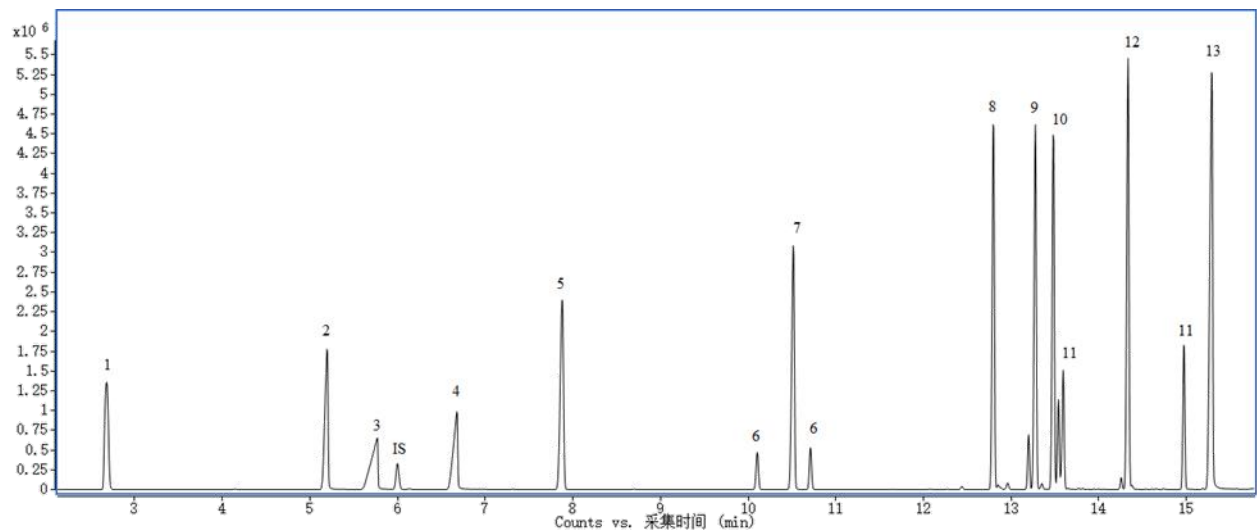
序号	中文名	英文名	CAS编号
1	3-羟基-4,5-二甲基-2(5H)呋喃酮	4,5-DIMETHYL-3-HYDROXY-2,5-DIHYDROFURAN-2-ONE	28664-35-9
2	4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮	2,5-DIMETHYL-4-HYDROXY-3(2H)-FURANONE	3658-77-3
3	2,6,6-三甲基-2-环己烯-1,4-二酮	2,6,6-TRIMETHYLCYCLOHEX-2-ENE-1,4-DIONE	1125-21-9
4	α -紫罗兰酮	α -IONONE	127-41-3
5	β -突厥酮	β -DAMASCONE	23726-92-3
6	β -紫罗兰酮	β -IONONE	79-77-6
7	突厥烯酮	DAMASCENONE	23696-85-7
8	覆盆子酮	4-(4-HYDROXYPHENYL)-2-BUTANONE(Raspberry Ketone)	5471-51-2
9	甲基环戊烯醇酮	METHYLCYCLOPENTENOLONE	765-70-8
10	杨梅醛	ETHYL METHYL PHENYLGLYCIDATE	77-83-8
11	对甲氧基苯甲醛	4-METHOXYBENZALDEHYDE	123-11-5
12	柠檬醛	CITRAL	5392-40-5
13	糠醛	FURFURAL	98-01-1

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—糠醛；2—甲基环戊烯醇酮；3—4-羟基-2,5-二甲基-3(2H)呋喃酮；4—3-羟基-4,5-二甲基-2(5H)呋喃酮；5—2,6,6-三甲基-2-环己烯-1,4-二酮；6—柠檬醛；7—对甲氧基苯甲醛；8—突厥烯酮；9— β -突厥酮；10— α -紫罗兰酮；11—杨梅醛；12— β -紫罗兰酮；13—覆盆子酮；IS—苯乙酮- d_8 （内标）。

图 B.1 标准工作溶液色谱图示例