

国家烟草质量监督检验中心实验室方法

Q/CTQTC 126—2021

电子烟雾化物添加剂 丁香酚、麦芽酚、乙基麦芽酚、香兰素、乙基香兰素的测定 高效液相色谱法

Additive in E-atomization Material—Determination of Eugenol, Maltol,

Ethyl Maltol, Vanillin Ethyl Vanillin—High Performance Liquid

Chromatography 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。

电子雾化物添加剂 丁香酚、麦芽酚、乙基麦芽酚、香兰素和乙基香兰素的 测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了电子雾化物中丁香酚、麦芽酚、乙基麦芽酚、香兰素和乙基香兰素的高效液相色谱方法。

本文件适用于电子雾化物中丁香酚、麦芽酚、乙基麦芽酚、香兰素和乙基香兰素的测定。

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

电子雾化物加水和盐酸混匀后，加入乙腈和氯化钠涡旋振荡、超声提取，高效液相色谱法测定萃取液中目标化合物含量。

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 乙腈，色谱纯。

4.3 甲醇，色谱纯。

4.4 甲酸，色谱纯。

4.5 浓盐酸，分析纯。

4.6 氯化钠，分析纯及以上。

4.7 标准品：参见附录A，纯度应不低于98%。

4.8 0.1%甲酸甲醇溶液：移取1 mL甲酸（4.4）溶于甲醇（4.3）并稀释至1000 mL。现配现用。

4.9 盐酸溶液（1 mol/L）：移取8.33 mL浓盐酸（4.5），溶于水（4.1）并稀释至100 mL。现配现用。

4.10 甲醇水溶液：将甲醇（4.3）和水（4.1）按4:1（体积比）混合均匀。现配现用。

4.11 0.5%甲酸溶液：移取5 mL甲酸（4.4），溶于水（4.1）并稀释至1000 mL。现配现用。

4.12 混合标准储备液

将标准品（4.7）溶解于 0.1%甲酸甲醇溶液（4.8），配制标准储备液，一般为 1 mg/mL。-18℃及以下避光储存，有效期为 6 个月。

4.13 标准工作溶液

用甲醇水溶液（4.10）将混合标准储备液（4.12）逐级稀释，制备至少 6 个标准工作溶液，质量浓度范围宜为 0.0002 mg/mL ~ 0.2 mg/mL。现配现用。

4.14 有机相滤膜：0.45 μm。

5 仪器设备

5.1 分析天平，感量为 0.1 mg。

5.2 高效液相色谱仪，配紫外或二极管阵列检测器。

5.3 离心机。

5.4 涡旋振荡器，最大涡旋速度不小于 2000 r/min。

5.5 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10 mL水（4.1）和200 μL盐酸溶液（4.9）后加盖密封，2000 r/min下涡振荡1 min，加入20 mL乙腈（4.2），2000 r/min下涡振荡1 min，超声提取20 min后，加入5 g氯化钠（4.6），涡旋振荡2 min，以不低于5000 r/min离心5 min，取上清液用甲醇水溶液（4.10）稀释10倍，用有机相滤膜（4.14）过滤于色谱瓶中待测。

6.2 高效液相色谱条件

- 以下分析条件可供参考，采用其他条件应验证其适用性：
- 色谱柱：C18 柱，250 mm（长度）×4.6 mm（内径），5 μm（粒径），或等效柱；
 - 流动相 A：0.5%甲酸溶液；
 - 流动相 B：乙腈；
 - 柱温：30 ℃；
 - 流速：1.0 mL/min；
 - 进样体积：10 μL；
 - 梯度：见表 1；
 - 检测器：紫外或二极管阵列检测器，检测波长为 278 nm。

表 1 高效液相色谱仪淋洗梯度

时间 min	流动相 A %	流动相 B %
0.0	80	20
5.0	40	60
5.1	10	90
8.0	10	90
9.1	80	20
14.0	80	20

6.3 标准工作曲线制作

按照高效液相色谱条件（6.2）测定标准工作溶液（4.13）。以目标化合物峰面积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

按照高效液相色谱条件（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

雾化物中目标化合物的含量按式（1）计算得出：

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

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）；

d ——稀释因子；

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
丁香酚	89.9～99.2	0.10	0.33
麦芽酚	83.3～98.4	0.04	0.14
乙基麦芽酚	85.7～96.3	0.05	0.17
香兰素	91.1～103.0	0.03	0.10
乙基香兰素	92.6～104.6	0.04	0.12

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	丁香酚	EUGENOL	97-53-0
2	麦芽酚	MALTOL	118-71-8
3	乙基麦芽酚	ETHYL MALTOL	4940-11-8
4	香兰素	VANILLIN	121-33-5
5	乙基香兰素	ETHYL VANILLIN	121-32-4

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。

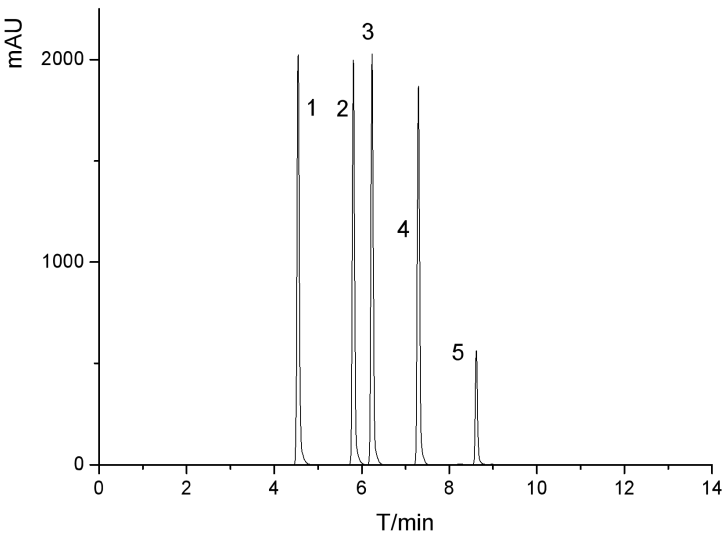


图 B.1 标准工作溶液色谱图示例

1—麦芽酚；2—乙基麦芽酚；3—香兰素；4—乙基香兰素；5—丁香酚。