

国家烟草质量监督检验中心实验室方法

Q/CTQTC 127—2021

电子烟雾化物添加剂 挥发性脂肪酸（乙酸、丙酸、丁酸和 2-甲基丁酸）的测定

气相色谱-质谱联用法

Additive in E-atomization Material—Determination of Fatty Acids (Acetic Acid, Propionic Acid, Butyric Acid and 2-Methylbutyric Acid) —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 挥发性脂肪酸（乙酸、丙酸、丁酸和 2-甲基丁酸）的测定 气相色谱-质谱联用法

1 范围

本文件规定了气相色谱-质谱联用法测定电子烟雾化物添加剂中挥发性脂肪酸（乙酸、丙酸、丁酸和2-甲基丁酸）的方法。

本文件适用于电子烟雾化物添加剂中挥发性脂肪酸（乙酸、丙酸、丁酸和2-甲基丁酸）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

用含内标的酸性甲基叔丁基醚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 浓盐酸，分析纯。

4.2 甲基叔丁基醚，色谱纯。

4.3 甲醇，色谱纯。

4.4 标准品：参见附录 A，纯度不低于 99%。

4.5 内标物：戊酸-d₉，纯度不低于 98%。

4.6 萃取溶液

将浓盐酸（4.1）和甲基叔丁基醚（4.2）按照体积比 1:200 混匀。

4.7 混合标准储备液

将标准品（4.4）溶解于甲醇（4.3），配制成混合标准储备液，一般为 1 mg/mL。-18℃及以下储存，有效期为 6 个月。

4.8 内标储备液

将内标物（4.5）溶解于甲醇（4.3），配制成内标储备液，一般为 1 mg/mL。-18℃及以下储存，有效期为 6 个月。

4.9 内标溶液

以萃取溶液（4.6）将内标储备液（4.8）稀释 100 倍，配制成内标溶液，一般为 0.01 mg/mL。现配现用。

4.10 标准工作溶液

移取不同体积的混合标准储备液（4.7）于 10 mL 容量瓶中，分别加入 0.1 mL 内标储备液（4.8），以萃取溶液（4.6）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~0.2 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 10 mL 萃取溶液（4.6），加盖密封后置于涡旋振荡器中，以 2000 r/min 的速度涡旋提取 10 min，静置 5 min 后取萃取液以内标溶液（4.9）稀释 20 倍，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：弹性石英毛细管色谱柱，固定相为硝基对苯二酸改性的聚乙二醇，30 m（长度）×0.25 mm（内径）×0.25 μm（膜厚），或等效柱；
- 程序升温：初温 50℃，保持 2 min，以 15℃/min 的速率升至 120℃，以 5℃/min 的速率升至 170℃，以 25℃/min 的速率升至 240℃，保持 1 min；
- 进样口温度：250℃；
- 进样体积：1 μL，分流比 10:1；
- 载气：氦气，1.0 mL/min；

6.2.2 质谱条件

- 溶剂延迟：5 min；
- 电离方式：电子轰击源（EI）；
- 电离能量：70 eV；
- 传输线温度：280℃；
- 离子源温度：250℃；
- 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、定量离子和定性离子见表 1。

表 1 目标化合物及内标物的保留时间、定量离子、定性离子

目标物	保留时间 min	定量离子 m/z	定性离子 m/z
乙酸	7.88	60	45
丙酸	8.87	74	57
丁酸	10.03	73	60
2-甲基丁酸	10.61	74	57
戊酸-d ₉	11.44	77	63

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与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）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，则用内标溶液（4.9）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含量按照式（1）计算：

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

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测定浓度，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

本方法的回收率、检出限和定量限见表2。

表2 方法的回收率、检出限和定量限结果

化合物	回收率 %	检出限 mg/g	定量限 mg/g
乙酸	86.5~89.4	0.0030	0.010
丙酸	81.7~98.5	0.0030	0.010
丁酸	85.6~91.5	0.0003	0.001
2-甲基丁酸	82.7~96.6	0.0020	0.005

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附表 A.1。

附表 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	乙酸	ACETIC ACID	64-19-7
2	丙酸	PROPIONIC ACID	79-09-4
3	丁酸	BUTYRIC ACID	107-92-6
4	2-甲基丁酸	2-METHYLBUTYRIC ACID	116-53-0

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。

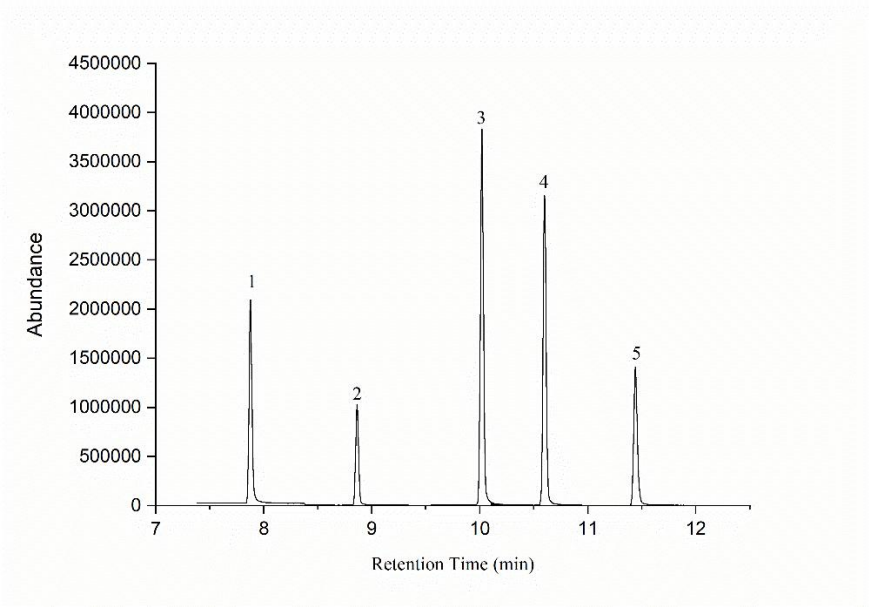


图 B.1 标准工作溶液色谱图示例

1—乙酸；2—丙酸；3—丁酸；4—2-甲基丁酸；5—戊酸-d₉（内标）。