

# CTQTC

## 国家烟草质量监督检验中心实验室方法

Q/CTQTC 135—2022

---

### 电子烟雾化物添加剂 凉味剂的测定 气相色谱-质谱联用法

**Additive in E-atomization Material—Determination of Cooling Agents —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 凉味剂的测定 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N,2,3-三甲基-2-异丙基丁酰胺和N-乙基-2-异丙基-5-甲基环己烷甲酰胺的气相色谱-质谱联用方法。

本文件适用于电子烟雾化物中N,2,3-三甲基-2-异丙基丁酰胺和N-乙基-2-异丙基-5-甲基环己烷甲酰胺的测定。

## 2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

## 3 原理

用含内标的甲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 甲醇，色谱纯。

4.2 内标物：苯乙酮-d<sub>8</sub>，纯度不低于 98%。

4.3 标准品：参见附录 A，纯度不低于 98%。

### 4.4 内标储备液

称取适量的内标物（4.2），用甲醇（4.1）配制成内标储备液，一般为 4 mg/mL。0℃~4℃避光储存，有效期为 6 个月。

### 4.5 混合标准储备液

将标准品（4.3）溶解于甲醇（4.1），配制成混合标准储备液，一般为 5 mg/mL。0℃~4℃避光储存，有效期为 6 个月。

### 4.6 标准工作溶液

移取不同体积的混合标准储备液（4.5）至 10 mL 容量瓶，分别加入 0.05 mL 内标储备液（4.4），用甲醇定容至刻度，制备至少 6 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为 0.005 mg/mL ~ 0.5 mg/mL。现配现用。

4.7 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 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 0.1 mL 内标储备液（4.4）和 20 mL 甲醇（4.1），加盖密封后置于超声波发生器中，超声萃取 10 min，静置后取上层清液用有机相滤膜（4.7）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，采用其他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 100℃，保持 1.0 min，以 20℃/min 的速率升至 240℃，保持 3.0 min；
- 进样口温度：250℃；
- 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

- 溶剂延迟时间：4.0 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：250℃；
- 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、定量离子和定性离子参数见表 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	N,2,3-三甲基-2-异丙基丁酰胺	6.14	114	129, 128
2	N-乙基-2-异丙基-5-甲基环己烷甲酰胺	8.26	100	211, 168
3	苯乙酮-d <sub>8</sub> （内标）	5.11	110	82, 128

### 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（4.6）。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）。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：

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

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）；

$m$ ——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

本方法的回收率、检出限和定量限结果见表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
N,2,3-三甲基-2-异丙基丁酰胺	86.3~107.5	0.01	0.04
N-乙基-2-异丙基-5-甲基环己烷甲酰胺	85.0~98.3	0.01	0.04

## 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	N,2,3-三甲基-2-异丙基丁酰胺	N,2,3-TRIMETHYL-2-ISOPROPYLBUTAMIDE(WS-23)	51115-67-4
2	N-乙基-2-异丙基-5-甲基环己烷甲酰胺	N-ETHYL-P-MENTHAN-3-CARBOXAMIDE(WS-3)	39711-79-0

## 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。

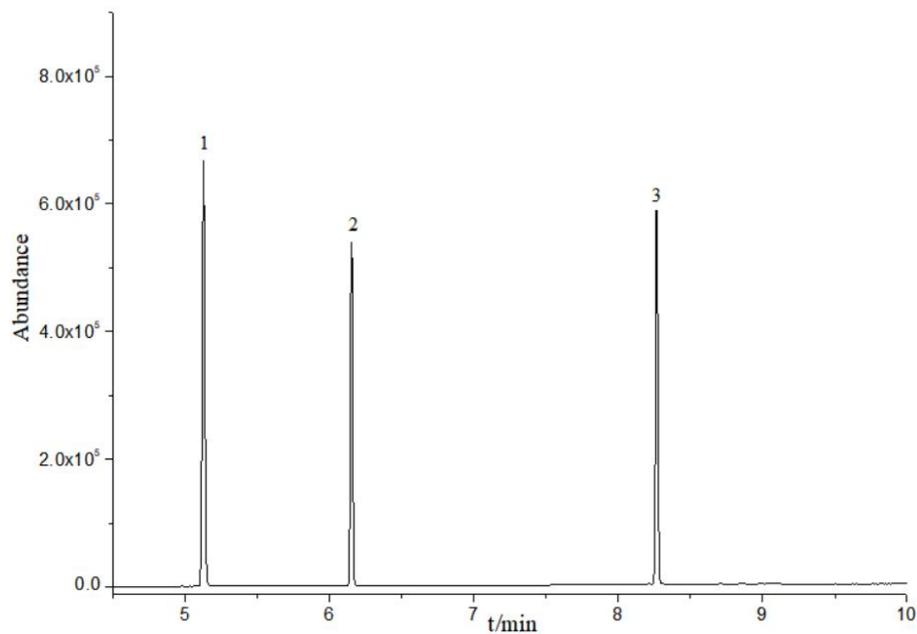
1—苯乙酮- $d_8$  (内标)；2—N,2,3-三甲基-2-异丙基丁酰胺；3—N-乙基-2-异丙基-5-甲基环己烷甲酰胺。

图 B.1 标准工作溶液色谱图示例