

国家烟草质量监督检验中心实验室方法

Q/CTQTC136—2022

电子烟雾化物添加剂 纽甜的测定 高效液相色谱法

**Additive in E-atomization Material—Determination of Neotame —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。

电子烟雾化物添加剂 纽甜的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了电子烟雾化物中纽甜的高效液相色谱方法。
本文件适用于电子烟雾化物中纽甜的测定。

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

用混合提取液超声萃取电子烟雾化物，高效液相色谱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 乙腈：色谱纯。

4.3 甲酸：色谱纯。

4.4 三乙胺：色谱纯。

4.5 辛烷磺酸钠：色谱纯。

4.6 磷酸：质量分数不低于 85%。

4.7 标准品：纽甜（CAS 号：165450-17-9），纯度不低于 99%。

4.8 离子对试剂缓冲液

称取 2.00 g 辛烷磺酸钠（4.5），用 500 mL 水（4.1）溶解，加入 1.0 mL 磷酸（4.6），加水（4.1）定容至 1000 mL。

4.9 混合提取液

移取 0.8 mL 甲酸（4.3）和 2.5 mL 三乙胺（4.4），加水（4.1）定容至 1000 mL。

4.10 标准储备液

将纽甜（4.7）溶解于混合提取液（4.9）中，配制成标准储备液，一般为 1 mg/mL。0℃~4℃储存，有效期为 3 个月。

4.11 标准工作溶液

用混合提取液（4.9）将标准储备液逐级稀释，制备至少 6 个标准工作溶液。质量浓度范围宜为 0.001 mg/mL~0.4 mg/mL。现配现用。

4.12 水相滤膜，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 涡旋振荡器。

5.4 超声波发生器。

5.5 离心机。

6 分析步骤

6.1 样品前处理

6.1.1 电子烟烟液

称取 0.5 g 样品于 25 mL 具塞比色管中，精确至 0.1 mg，加入混合提取液（4.9）定容至刻度，涡旋振荡 2 min 后超声提取 15 min，用水相滤膜（4.12）过滤于色谱瓶中待测。

6.1.2 固态雾化物

称取 0.5 g 样品于 50 mL 离心管中，精确至 0.1 mg，加入 25 mL 混合提取液（4.9），涡旋振荡 2 min 后超声提取 15 min，以不低于 5000 r/min 离心 2 min，用水相滤膜（4.12）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 色谱柱柱，250 mm（长度）×4.6 mm（内径），5 μm（粒径），或等效柱；
 - 流动相 A：离子对试剂缓冲液；
 - 流动相 B：乙腈；
 - 柱温：30℃；
 - 流速：1.0 mL/min；
 - 进样体积：5 μL；
 - 检测波长：218 nm；
 - 分析时间：30 min；
 - 检测器：紫外或二极管阵列检测器；
 - 梯度：见表 1。

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	75	25
10.0	30	70
10.1	0	100
24.0	0	100
24.1	75	25
30.0	75	25

6.3 标准工作曲线制作

按照高效液相色谱分析条件（6.2）测定标准工作溶液（4.11）。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，应加入一个中等含量的标准工作溶液，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

按照高效液相色谱分析条件（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，则用混合提取液（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

雾化物中纽甜的含量按照式（1）计算：

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

式中：
X——雾化物中纽甜的含量，单位为毫克每克（mg/g）；

C ——样品溶液中纽甜的浓度，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

化合物名称	回收率 %	检出限 mg/g	定量限 mg/g
纽甜	92.2~99.4	0.04	0.14

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)

标准工作溶液色谱图示例

标准工作溶液色谱图示例见图 A.1。

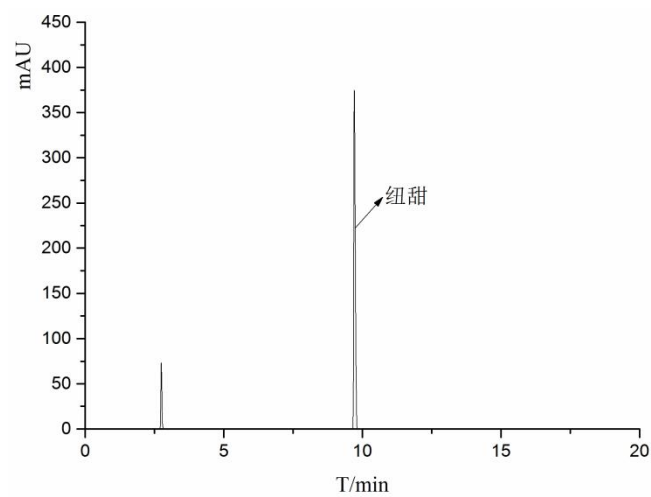


图 A. 1 标准工作溶液色谱图示例