

GC 法测定卷烟中薄荷醇含量

GC-069

摘要：本文利用岛津 GC-2014C 气相色谱仪，参考烟草行业标准 YC/T 285-2009《卷烟 配方烟丝中薄荷醇的测定 气相色谱法》，建立了烟丝中薄荷醇含量的内标测定方法。该方法在 0.01~0.5mg/mL 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数 r 为 0.9998。0.02mg/mL 薄荷醇标样平行进样 6 次，峰面积比值的 RSD 为 0.23%，完全满足薄荷醇检测的技术要求。

关键词：气相色谱仪 内标方法 烟丝 薄荷醇

薄荷型卷烟诞生于 20 世纪 20 年代，到 20 世纪 70 年代薄荷型卷烟占美国卷烟市场的 25% 左右并保持相对稳定。而滤嘴、烟丝、烟气粒相物和烟蒂中薄荷醇含量的定量检测是评价薄荷卷烟的非常重要的一种方法。目前几乎没有证据表明，薄荷醇香烟比普通香烟更能增加疾病风险，但又足够数据表明，薄荷醇香烟更容易让人上瘾，人们如果长期吸含有薄荷醇的香烟，会更容易依赖尼古丁，很难戒烟。

目前，卷烟和烟气中薄荷醇含量的分析方法主要有比色法、近红外法、气相色谱法和液相色谱法等。而我国烟草行业标准 YC/T 285-2009《卷烟 配方烟丝中薄荷醇的测定 气相色谱法》采用气相色谱法对薄荷醇含量进行测定。本文参考烟草行业标准 YC/T 285-2009，采用岛津 GC-2014C 气相色谱仪，建立了卷烟（滤嘴和烟支）中薄荷醇含量的内标测定方法。该方法操作简单、重复性好、定量准确，可用于日常检测对卷烟质量的评价。

实验部分

1.1 仪器

GC-2014C 气相色谱仪

1.2 实验条件

GC 参数：

进样口温度：250℃

进样量：1 μ L

进样方式：分流进样

分流比：50:1

载气：氮气

载气流量：1.2 ml/min

色谱柱：Intercap pure wax, 30m \times 0.25mm \times 0.25 μ m

柱温：100℃ (1min) _10℃ /min _220℃ (5min)

检测器：FID

检测器温度：250℃

氢气：40 mL/min

空气：400 mL/min

尾吹气：30 mL/min

1.3 样品制备

1.3.1 萃取试剂配制

称取苯甲酸丙酯 125.0 mg，放入 500 mL 容量瓶中，加入约 100.0 mL 无水乙醇，振摇至样品溶解，超声 5 min，无水乙醇定容至刻度。

1.3.2 薄荷醇标准溶液配制

称取薄荷醇标准物质 50.0 mg，放入 50 mL 容量瓶中，加入萃取试剂 20 mL，振荡溶解后用萃取试剂稀释至刻度，配制成 1.0 mg/mL 薄荷醇标准溶液，并依次用萃取剂稀释到 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5 mg/mL 浓度。

1.3.3 样品处理方法

随机取 10 支卷烟，分为 2 组，将滤嘴和烟支分开，每 5 支滤嘴及烟支撕开分别放于 100 mL 具塞锥形瓶中，立即加入 40 mL 萃取试剂，震荡 60min 后，取滤液过膜后上 GC 分析。

结果讨论

2.1 标准谱图

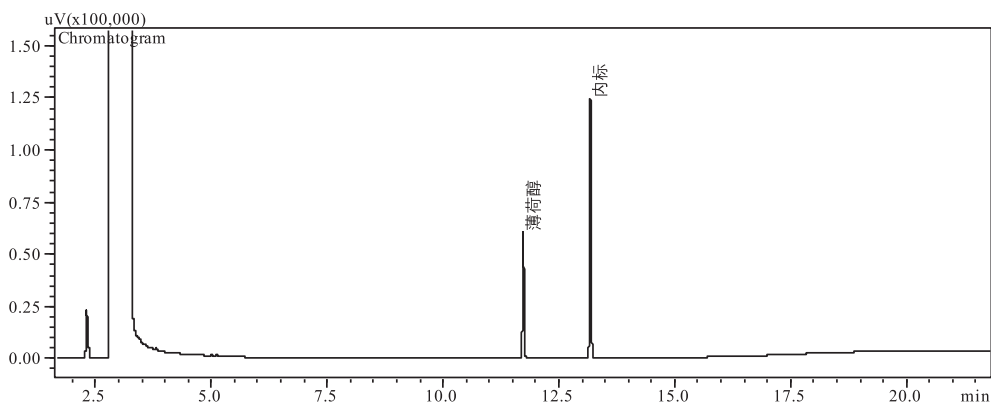


图1 薄荷醇标准溶液谱图(薄荷醇:0.05 mg/mL; 内标: 苯甲酸丙酯)

表1 组分保留时间、中英文名称、CAS号

No.	名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)
1	薄荷醇	DL-Menthol	89-78-1	11.732
2	苯甲酸丙酯	Propyl benzoate	2315-68-6	13.181

2.2 标准曲线

依次分析 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2、0.5 mg/mL 的薄荷醇内标液，以浓度比为横坐标，面积比为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以 0.01 mg/mL 标准溶液响应值，按照 3 倍的峰峰比计算仪器检出限，结果如表 2 所示。

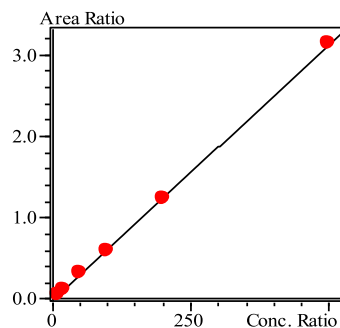


图2 薄荷醇内标标准曲线

表2 相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 (μg/mL)
1	薄荷醇	0.9998	0.01

2.3 重复性

用浓度为 0.02 mg/mL 的薄荷醇内标液，重复进样 6 次，重复性良好，结果如表 3 所示。

表3 薄荷醇面积比重复性结果(n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	薄荷醇	0.0967	0.0962	0.0965	0.0965	0.0962	0.0961	0.0964	0.23

2.4 回收率测试

采用标样加入法测定样品回收率，平行进行3次，3次平均回收率及RSD值结果见表4。由表4可见，无论是滤嘴还是烟丝，薄荷醇的回收率在98%左右，说明本方法的测定结果准确。

表4 样品加标回收结果(n=3)

加标量	样品	平均测定值 (mg/支)	平均回收率 (%)	RSD (%)
0.1mg/支	滤嘴	0.983	98.3	1.25
	烟丝	0.997	99.7	1.32

2.5 实际样品测试

采用本法测定某品牌薄荷卷烟中的薄荷醇含量，其样品滤嘴和烟丝测定谱图见图3和图4，样品的滤嘴及烟丝中的薄荷醇含量见表5所示。

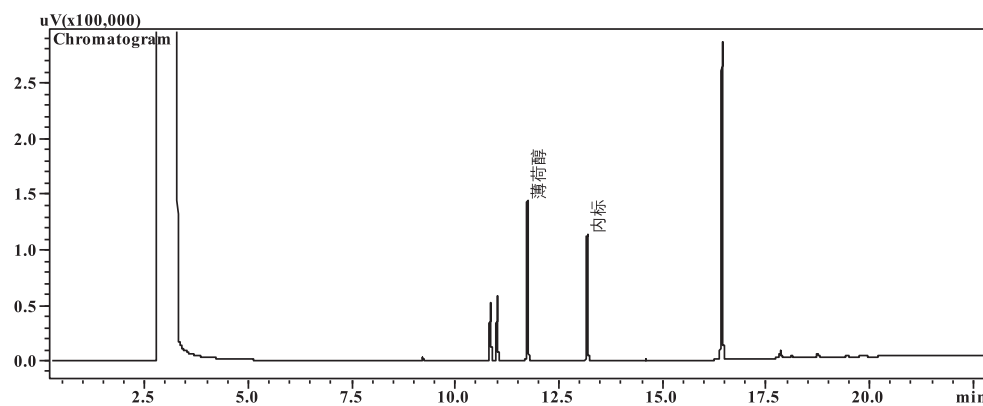


图3 某品牌薄荷卷烟中滤嘴的色谱图

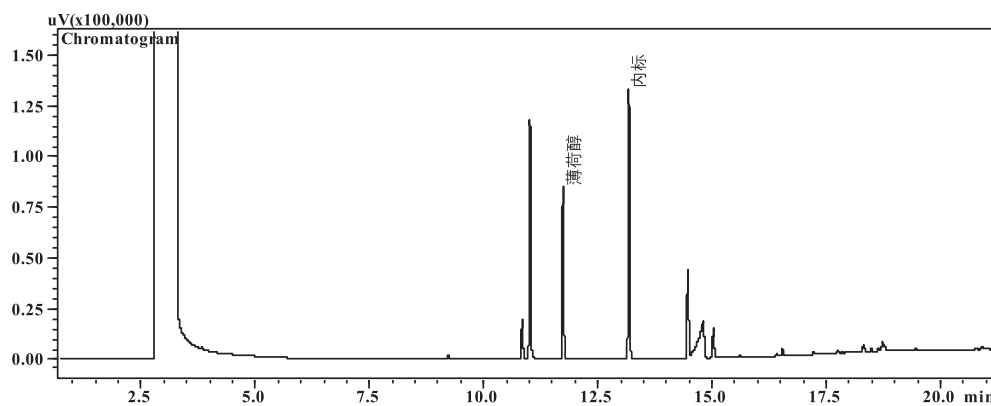


图4 某品牌薄荷卷烟中烟丝的色谱图

表5 某品牌薄荷卷烟测定结果

名称	平均值 mg/支
滤嘴	1.62
烟丝	0.84

■ 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014C 分析卷烟（滤嘴、烟丝）中薄荷醇含量，在 0.01~0.5mg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好，0.02mg/mL 薄荷醇内标溶液平行进样 6 次，薄荷醇与内标物质苯甲酸丙酯峰面积比值的 RSD 分别为 0.23%，该方法可用于卷烟中薄荷醇含量的定量测定。