

GC 法测定卷烟烟气冷凝物中薄荷醇含量

GC-071

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 286-2009《卷烟 主流烟气中薄荷醇的测定 气相色谱法》，建立了卷烟烟气冷凝物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 0.9999。0.01mg/mL 薄荷醇标样平行进样 6 次，峰面积比值的 RSD 为 0.14%，完全满足日常检测对薄荷醇的技术要求，有利于薄荷型卷烟的质量评价。

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。卷烟烟气冷凝物中的薄荷醇含量是影响薄荷型卷烟抽吸风格和综合质量的重要因素，且社会各界对薄荷型卷烟安全性的关注度不断上升，国际标准化组织（ISO）自 2008 年开始研究烟气冷凝物中薄荷醇的气相色谱测定方法，并于 2012 年公布了国际标准 ISO 13110《卷烟 烟气冷凝物中薄荷醇的测定 气相色谱法》。

目前，卷烟烟气冷凝物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。我国烟草行业标准 YC/T 286-2009《卷烟 主流烟气中薄荷醇的测定 气相色谱法》采用气相色谱法对烟气中薄荷醇含量进行测定。本文参考烟草行业标准 YC/T 286-2009，采用岛津 GC-2014C 气相色谱仪，建立了烟气冷凝物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，可用于日常检测对薄荷型香烟质量的评价。

实验部分

1.1 仪器配置

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 mg，放入 500 mL 容量瓶中，加入约 100 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 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 20 支卷烟，在吸烟机上抽吸（环境温度 22℃ \pm 2℃，湿度 65%），每 20 支卷烟的烟气用一个剑桥滤片（CFU）捕集，吸完后将 CFU 剪碎置于 40mL 萃取溶液的 100 mL 具塞锥形瓶中，震荡提取 60min 后，取滤液过膜后上 GC 分析。

结果讨论

2.1 标准谱图

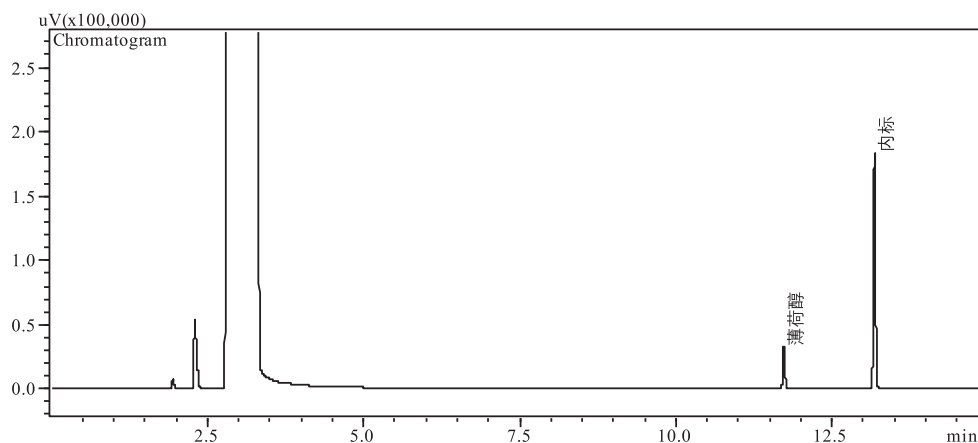


图1 薄荷醇标准溶液谱图 (薄荷醇:0.05 mg/mL; 内标: 苯甲酸丙酯)

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 和 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。

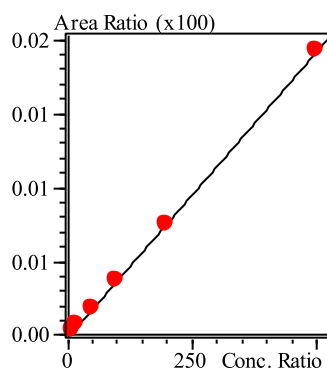


图2 薄荷醇内标标准曲线

表2 相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
1	薄荷醇	0.9999	0.01

2.3 重复性

用浓度为 0.01 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	0.0355	0.0355	0.0354	0.0355	0.0355	0.0354	0.0355	0.14

2.4 回收率测试

采用标样加入法测定样品回收率，在剑桥滤片上加入 0.05mg/ 支的薄荷醇标样，按照样品前处理方法，平行进行 3 次，烟气冷凝物及加标样品的测定色谱图 3 及图 4 所示，3 次加标样品的平均测定值为 0.0489mg/ 支，平均回收率为 97.8%，三次平行的 RSD 值为 3.14%。

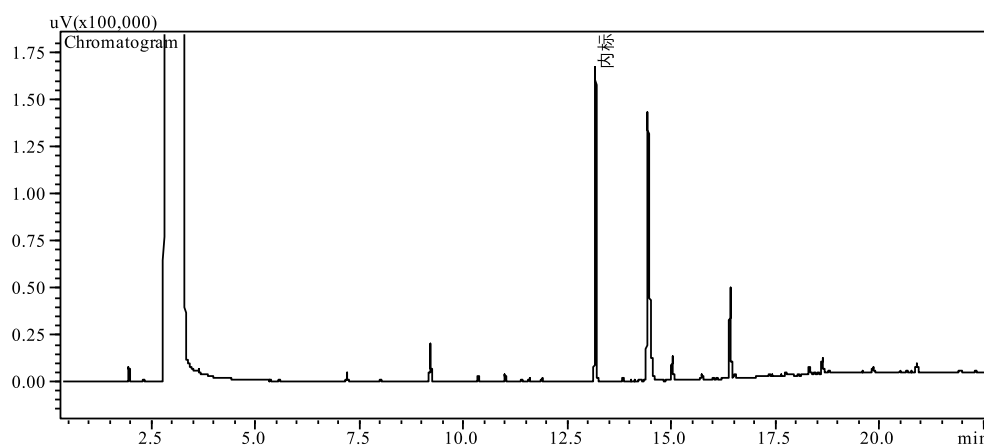


图3 卷烟烟气冷凝物样品色谱图

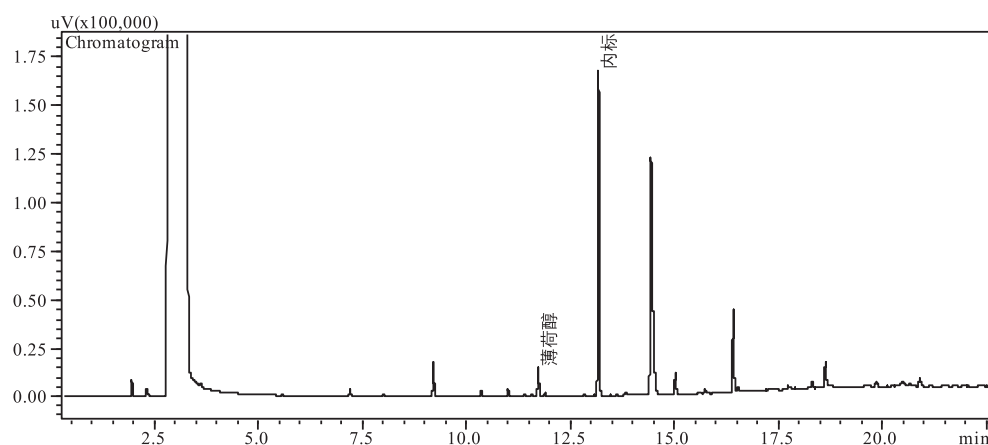


图4 卷烟烟气冷凝物加标样品的色谱图

结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014C 分析卷烟烟气冷凝物中薄荷醇含量，在 0.01~0.5mg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好，0.01mg/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 0.14%，该方法可用于卷烟烟气冷凝物中薄荷醇含量的定量测定，有利于评价卷烟的质量。