

# GC&GCMS 法测定电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇含量

GC-177

**摘要：**本文建立了气相色谱法测定电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇的分析方法，并采用气相色谱 - 质谱联用法进行确证。结果表明，在 5~100 mg/L 的浓度范围内，各组分流线性相关系数均在 0.999 以上，线性关系良好。在分流比 10:1 的进样条件下，甲醇、乙二醇、二甘醇的方法检出限分别为 0.58、0.63、0.59 mg/L。取浓度为 5 mg/L 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差（RSD%）在 2.5% 以下，精密度良好。空白电子雾化液样品，进行浓度为 50 mg/kg 的加标，平均回收率在 95.5 ~ 102.0% 之间。本方法操作简单、灵敏度高，可为电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇的含量测定提供参考。

**关键词：**电子雾化液 甲醇 乙二醇 二甘醇

电子烟是一种新型的向呼吸系统传送烟碱的电池动力装置，宣称“无毒无害可戒烟”。电子雾化液是可被电子烟装置转化为可吸入气溶胶的含有烟碱（尼古丁）的液体或凝胶，主要由甘油（丙三醇）、丙二醇、水等构成的基液和改善口感的各种香精组成。目前，电子烟在全球范围内迅猛增长，与此同时，电子雾化液安全性也逐渐得到公众的关注。

甲醇是工业生产中常用的溶剂，其特点是无色、透明、挥发性强，因此可经呼吸道、皮肤被人体吸收。烟碱和香料提取过程需要使用甲醇等有机溶剂，残留甲醇可能造成电子雾化液中甲醇超标，对人体产生毒性反应。

乙二醇、二甘醇均为无色无臭透明的低粘度液体，具有较好的保湿性。乙二醇、二甘醇虽然为低毒性化合物，但人体对之比较敏感，长期少量接触可导致神经系统、肾脏等的慢性损伤。一些非法商家为了降低成本，使用乙二醇、二甘醇代替电子雾化液中的甘油和丙二醇，吸食后危害人体健康。

本文参照 T/CECC 电子雾化液安全技术规范（征求意见稿），采用气相色谱仪测定电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇的含量，方法简单、方便，能够准确检测电子雾化液中有毒有害物质的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪

GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪

### 1.2 分析条件

#### 1.2.1 GC 条件

色谱柱：Rtx-624，60 m×0.32 mm×1.8 μm

柱温程序：40°C (12 min)\_10°C /min\_200°C (3 min)\_  
10°C /min\_ 220°C (6 min)

进样口温度：240°C

载气控制方式：恒线速度，36.2 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：10:1

检测器：FID

检测器温度：275°C

### 1.2.2 GCMS 条件

色谱柱: Rtx-624, 60 m×0.32 mm×1.8 μm

柱温程序: 40°C (12 min)\_10°C /min\_200°C (3 min)\_  
10°C /min\_ 220°C (6 min)

进样口温度: 240°C

载气控制方式: 恒线速度, 36.2 cm/sec

进样方式: 分流进样

分流比: 10:1

离子化方式: EI

离子源温度: 230°C

接口温度: 230°C

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析

### 1.3 样品前处理

准确称取 1.0 g 电子雾化液于 10 mL 具塞离心管中, 加入 200 μL 内标储备液 (含有 1000 mg/L 异丁醇的乙醇溶液) 后, 以乙醇定容至 10 mL, 加盖密封后置于涡旋振荡器中, 以 2000 r/min 的速度涡旋振荡提取 10 min, 静置后萃取液转移至样品瓶中进行仪器分析。

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准品图谱

甲醇、乙二醇、二甘醇和异丁醇标准品色谱图如图 1 所示, 化合物信息见表 1。

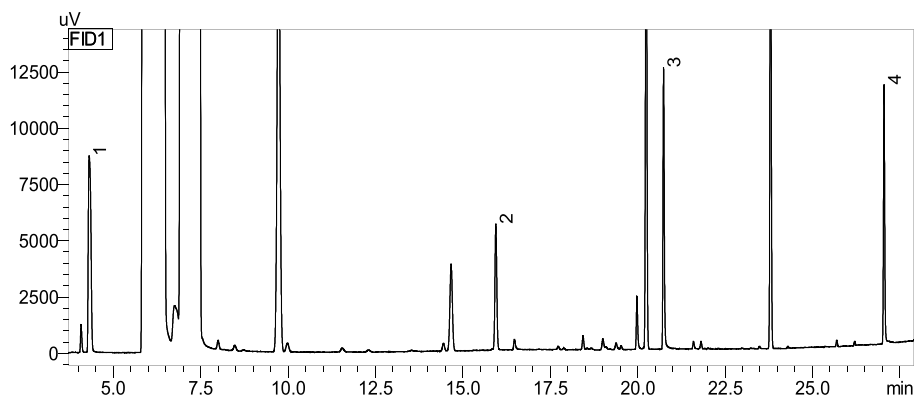


图 1 甲醇、乙二醇、二甘醇 (50 mg/L) 和异丁醇 (20 mg/L) 标准品色谱图

表 1 相关化合物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	甲醇	Methanol	67-56-1	4.317
2	异丁醇 (IS)	Isobutyl alcohol	78-83-1	15.951
3	乙二醇	Ethylene glycol	107-21-1	20.740
4	二甘醇	Diethylene glycol	111-46-6	27.051

### 2.2 标准曲线及检出限

使用乙醇配制混合标准系列, 各目标组分浓度分别为 5、10、20、50 和 100 mg/L, 内标浓度为 20 mg/L。以浓度比为横坐标, 峰面积比为纵坐标做标准曲线, 标准曲线如图 2 所示。根据 5 mg/L 标准品数据, 以 3 倍信噪比计算得到各组分的方法检出限。线性相关系数和检出限见表 2。

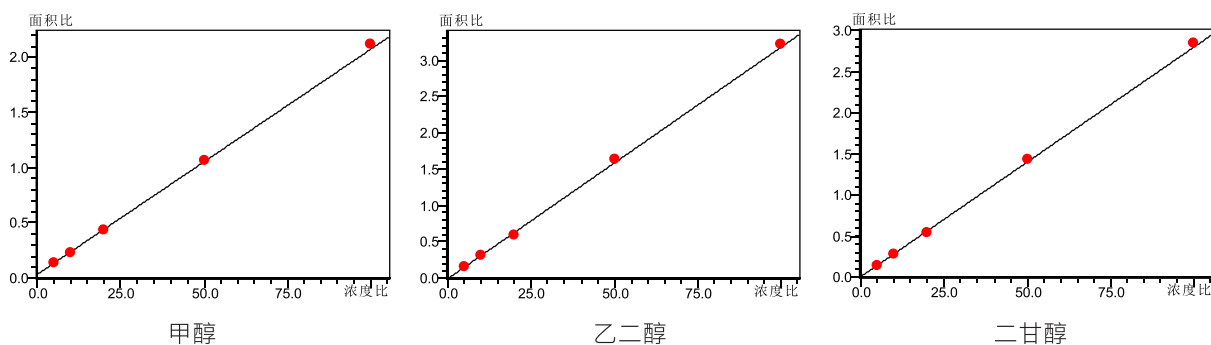


图 2 甲醇、乙二醇、二甘醇内标法标准曲线

表 2 甲醇、乙二醇、二甘醇标准曲线信息及检出限

No.	化合物名称	标准曲线	相关系数 (R)	检出限 (mg/L)
1	甲醇	$Y = 0.0204X + 0.0339$	0.9994	0.58
2	乙二醇	$Y = 0.0319X - 0.0080$	0.9990	0.63
3	二甘醇	$Y = 0.0280X + 0.0022$	0.9993	0.59

### 2.3 重复性测试

取浓度为 5 mg/L 的标准品连续 6 次进样，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

化合物名称	峰面积						RSD (%)
	1	2	3	4	5	6	
甲醇	2760	2694	2601	2786	2733	2757	2.46
乙二醇	3434	3225	3263	3379	3344	3405	2.46
二甘醇	3278	3226	3194	3269	3120	3157	1.94

### 2.4 样品加标回收率

平行取 1.0 g 空白电子雾化液样品 3 份，添加甲醇、乙二醇、二甘醇标准品，使样品中目标物浓度均为 50 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1  $\mu$ L 进样，考察方法的回收率。样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

表 4 样品加标回收结果

化合物名称	测试值 1 (mg/kg)	测试值 2 (mg/kg)	测试值 2 (mg/kg)	平均回收率 (%)
甲醇	47.96	49.73	48.04	97.2
乙二醇	48.21	49.16	45.94	95.5
二甘醇	50.52	51.45	51.53	102.0

### 2.5 样品测试

分别取某 3 个不同品牌的电子雾化液样品 1.0 g，按照上述前处理步骤处理，样品测定结果如下，其中一个样品的色谱图见图 3。

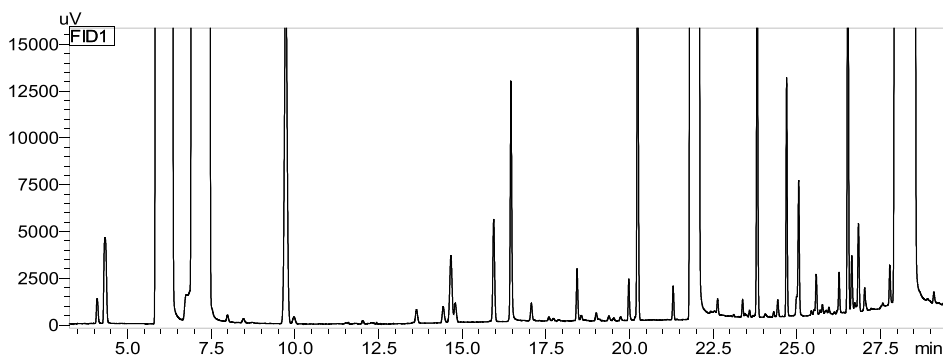


图3 某品牌电子雾化液样品色谱图

表5 样品测定结果

化合物名称	电子雾化液样品 1 (mg/kg)	电子雾化液样品 2 (mg/kg)	电子雾化液样品 3 (mg/kg)
甲醇	N.D.	N.D.	N.D.
乙二醇	N.D.	N.D.	N.D.
二甘醇	N.D.	N.D.	70.34

注: N.D. 为未检出

## 2.6 气相色谱质谱分析

甲醇、乙二醇、二甘醇组分在气相色谱质谱法中的总离子流图如图4所示。在实际样品的测定中,如果遇到根据保留时间很难定性时,可用GCMS进行确证,使用谱库检索辅助进行定性判断。

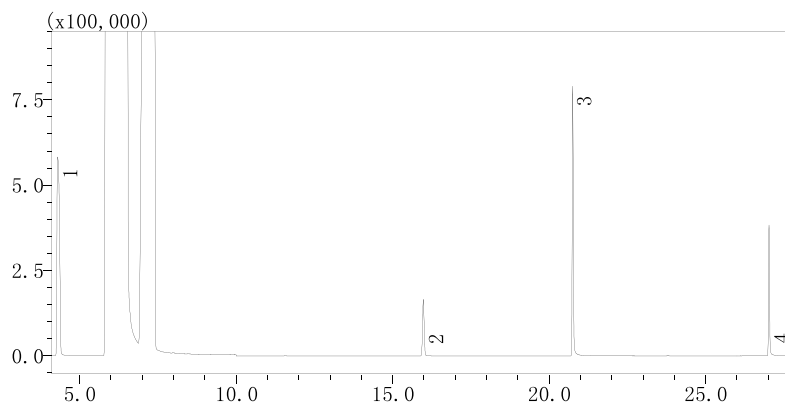


图4 甲醇、乙二醇、二甘醇及异丁醇(内标)标准溶液总离子流图(浓度50 mg/L)

## ■ 结论

本文建立了气相色谱法检测电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇的分析方法。在5 mg/L~100 mg/L浓度范围内,各组分的线性良好,相关系数均在为0.999以上。在10:1分流进样下,甲醇、乙二醇、二甘醇的方法检出限分别为0.58、0.63、0.59 mg/L。取浓度为5 mg/L混合标准溶液,连续进样6针,峰面积RSD值均小于2.5%,精密度良好。空白电子雾化液样品在加标浓度为50 mg/kg的加标水平下,平均回收率在95.5~102.0%之间。本方法简单方便,能够有效地检测电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇的含量。

岛津应用云

