

# GCMS 法测定烟草中 1-丙醇、二甘醇、三甘醇、丙二醇与丙三醇

GCMS-184

**摘要：**本文利用岛津公司 GCMS-QP2010Ultra 气质联用仪，建立了烟草中多元醇类的测定方法。在标准曲线浓度范围内各组分线性关系良好，相关系数 R 大于 0.999；峰面积与回收率重复性良好。该方法适用于烟草中多元醇的定性定量分析。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 烟草 多元醇

1-丙醇、二甘醇、三甘醇、1,3-丙二醇和丙三醇等醇类均为烟用香精中的保湿剂、防腐剂，对改善烟草的品质有一定作用。

但某些组分，如 1-丙醇具有较大的毒性，质检总局将其列入受管控食品添加剂组分；二甘醇对人类及动物均具毒性，如摄取过量，可损害肝脏和肾脏，严重者可引致死亡。中毒初期可出现呕吐、腹泻及腹痛，情况严重者在其后数天可出现急性肾衰竭及其它症状。人体

的二甘醇致死剂量约为每公斤体重 1 毫升，人体摄入后，会代谢为肾毒性极强的草酸，导致急性肾衰竭症状。曾经引致一些大规模中毒事件。

国家烟草专卖局发布了行业标准 YC/T 242-2008《烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇含量测定 气相色谱法》。本文参照该标准，结合气相色谱-质谱联用仪建立了 5 种醇类的同时检测方法，前处理简单、灵敏度高、定性定量准确。

## 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱-质谱联用仪

### 1.2 分析条件

GCMS 条件：

色谱柱：WandaCAP WAX，

30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱温程序：50°C (3 min)\_15°C /min\_ 250°C (5 min)

进样方式：不分流

高压进样：250 kPa(1 min)

载气：氦气

载气控制方式：恒线速度

线速度：48.1 cm/sec

柱流量：1.76 ml/min

进样口温度：280°C

接口温度：260°C

离子源温度：230°C

检测器电压：调谐电压 +0 KV

离子化方式：EI

采集方式：SIM

### 1.3 样品前处理

精密称取试样 1.0 g (精确到 1 mg) 于离心管中，加入甲醇 10 mL，超声波萃取 15 min。8000 r/min 离心 10 min，萃取液转移到容量瓶中。残渣加 1 mL 甲醇洗涤，合并两次有机层，定容到 10 mL。取样品溶液 1 μL，上气相色谱-质谱仪测定。

## 结果讨论

### 2.1 标准谱图

取 1 μL 混合标准样品进样分析，各目标组分的总离子流图如图 1 所示。

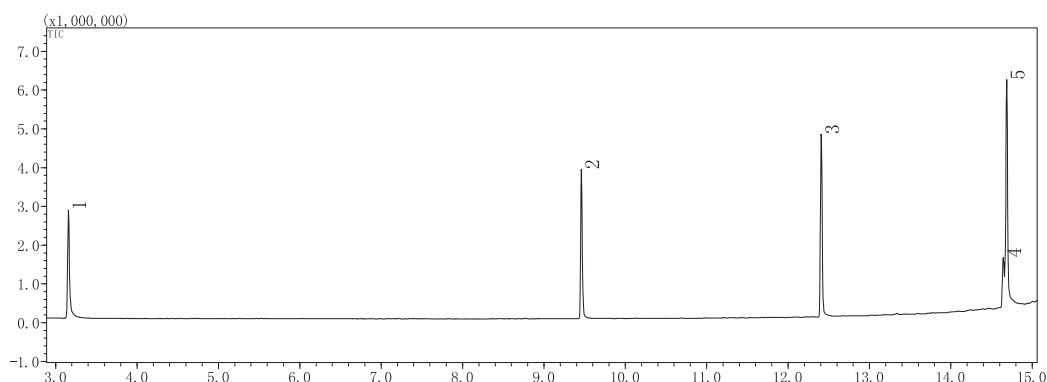


图1 标准溶液色谱图(100 µg/mL)

表1 组分保留时间、中英文名称、CAS号及定性定量离子

No.	名称	英文名称	CAS号	保留时间(min)	定量离子	定性离子
1	1-丙醇	Propanol	71-23-8	3.175	31	42, 59
2	1,2-丙二醇	1,2-Propanediol	57-55-6	9.475	45	43, 31
3	二甘醇	Diethylene glycol	111-46-6	12.425	45	75, 76
4	丙三醇	Glycerol	56-81-5	14.665	61	43, 31
5	三甘醇	Triethylene glycol	112-27-6	14.705	45	89, 58

## 2.2 标准曲线

用色谱级甲醇分别配制浓度分别为 1、2、5、10、50、100 µg/mL 混合标准溶液，制作标准曲线如下图 2 所示。

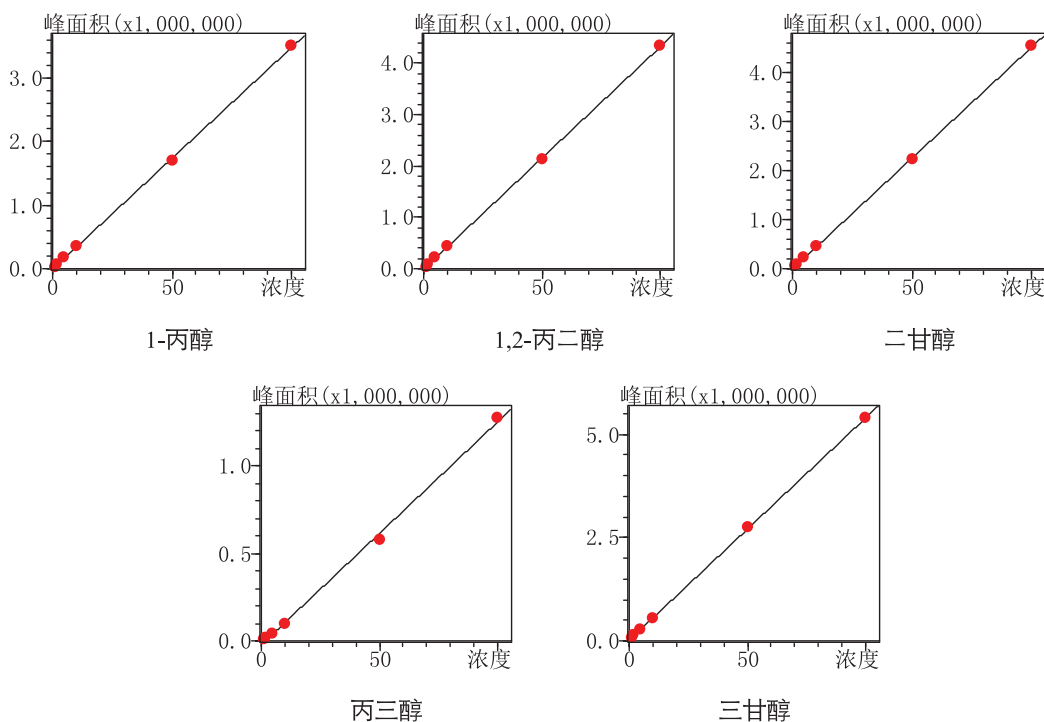


图2 标准曲线

### 2.3 检出限及重复性

根据 2 µg/mL 标准溶液数据, 计算检出限 (3 倍信噪比计算), 检出限见表 2。2 µg/mL 标准溶液连续进样 6 针, 计算峰面积 RSD% 以考察仪器重复性, 结果如表 2 所示。

表2 各组分检出限及面积重复性

No.	化合物	相关系数	检出限(mg/kg)	%RSD(n=6)
1	1-丙醇	0.9999	2.9	1.64
2	1,2-丙二醇	0.9999	1.1	1.35
3	二甘醇	0.9999	3.2	3.95
4	丙三醇	0.9991	2.0	4.08
5	三甘醇	0.9999	8.6	6.03

### 2.4 实际样品检测和回收率

平行取烟草样品 5 份, 向其中的 4 份加入混标, 按照样品前处理方法制备。根据目标组分实际含量分别准确称取 1.0 g 样品, 样品中加标浓度分别为 100 mg/kg, 烟草样品和加标样品回收率结果见表 3。

表3 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	烟草样品	加标样品	
		检测结果(mg/kg)	回收率(%)	RSD%(n=4)
1	1-丙醇	ND	92.7	4.1
2	1,2-丙二醇	189.0	84.5	7.7
3	二甘醇	3.9	96.8	1.0
4	丙三醇	203.4	85.4	5.0
5	三甘醇	ND	95.6	2.6

## 结论

采用岛津公司气相色谱质谱联用仪 (GCMS-QP2010 Ultra), 参考 YC/T 242-2008 前处理方法, 萃取烟草中的 5 种醇类, 液体进样方式检测烟草中多元醇的含量。此方法准确可靠, 在 1~100 µg/mL 范围内标准曲线线性良好, 样品加标回收率大于 84.5%。利用岛津 GCMS 仪器和本方法可以用于烟草中多元醇类的定性定量检测。