

# GCMS 法测定电子雾化液中 2,3- 丁二酮, 2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮含量

GCMS-415

**摘要:** 本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了电子雾化液中 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮含量测定方法。样品经乙醇溶解定容、涡旋振荡、过滤膜后上机分析。分析结果表明: 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮在 0.2-2.0 mg/L 范围内标准曲线均线性良好, 线性相关系数大于 0.998。各组分的检出限为 0.05-1.27 mg/kg。以实际样品为基质, 在 6 mg/kg 加标浓度下, 各组分的回收率在 75.8~112.5% 之间。该方法前处理简单, 灵敏度高, 重复性好, 可适用于电子雾化液中 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮的测试。

**关键词:** 气相色谱质谱联用法 电子雾化液 2,3- 丁二酮 2,3- 戊二酮 3- 羟基乙酮

电子烟是一种模仿卷烟的电子产品, 它通过雾化器来加热油舱中的电子雾化液(即烟油), 使其产生如香烟一样的雾气。电子雾化液主要基于液(甘油、丙二醇和水等)和添加剂(香精和植物提取物等)构成, 其中的香精成分的种类即决定了电子烟的口味。雾化液生产商通常选择添加食品行业中常用的食品香精, 如 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮等, 但这些香精成分的过量摄入仍会给人体健康带来不利影响。

随着电子烟产业的迅猛发展, 越来越多的国家意识到其存在的健康风险。中国电子商会正在制定的团

体标准《电子雾化液安全技术规范》(征求意见稿)对电子雾化液中的多项杂质成分做了严格的限量要求, 其中规定了 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮的含量分别不得超过 20 mg/kg。

本文参考中国电子商会团体标准《电子雾化液安全技术规范》(征求意见稿), 使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪, 建立了电子雾化液中 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮的测定方法。该方法前处理简单, 灵敏度、准确度高, 重复性好, 能有效地监控电子雾化液中 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮的含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱: SH-Rxi-624 Sil MS, 60 m×0.32 mm×1.8 μm

柱温程序: 60°C (2 min)\_10°C /min\_120°C (2 min)\_25°C /min\_240°C (12 min)

进样口温度: 240°C

离子化方式: EI

恒线速度方式: 25.8 cm/sec

接口温度: 250°C

进样方式: 分流进样

离子源温度: 200°C

分流比: 20:1

采集方式: SIM, 化合物信息见表 1。

### 1.3 样品前处理

准确称取 1 g 电子雾化液于 10 mL 容量瓶中, 用乙醇定容至刻度, 加盖密封后置于涡旋振荡器中以 2000 r/min 速度振荡提取 5 min, 取萃取液过滤膜后上机分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品图谱

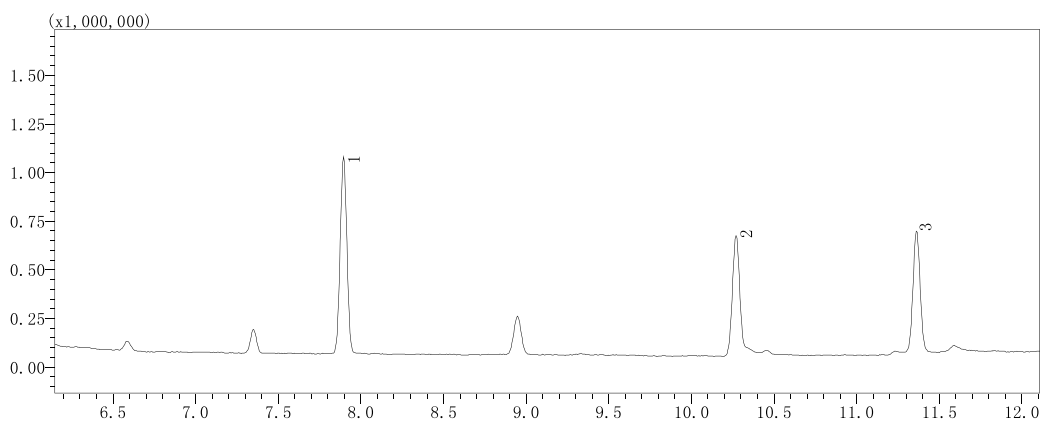


图 1 标准品色谱图

表 1 化合物参数信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	2,3- 丁二酮	2,3-Butadione	431-03-8	7.897	86	43
2	2,3- 戊二酮	2,3-Pentanedione	600-14-6	10.271	100	57
3	3- 羟基乙酮	Acetoin	513-86-0	11.388	88	46

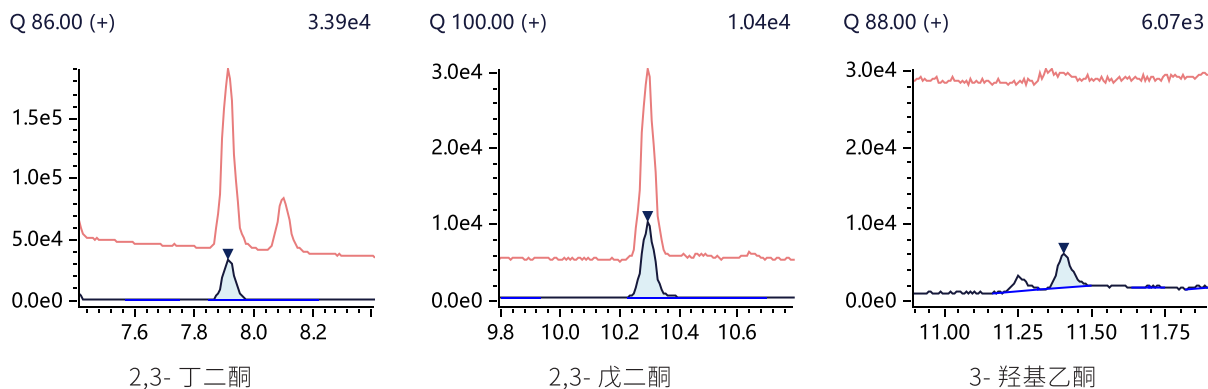


图 2 化合物质量色谱图 (0.4 mg/L)

### 2.2 标准曲线

使用丙二醇 / 甘油 (80/20) 混合液分别配制浓度为 1000 mg/L 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮的标准储备液, 再将上述储备液以乙醇为溶剂配制为浓度分别为 0.2、0.4、0.5、1.0、2.0 mg/L 的混合标准工作溶液。以各化合物的质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标绘制外标法标准曲线, 各化合物标准曲线如图 3 所示。根据 0.2 mg/L 标准溶液数据, 分别以 3 倍和 10 倍信噪比 (S/N) 计算各目标物的方法检出限和定量限, 结果见表 2。

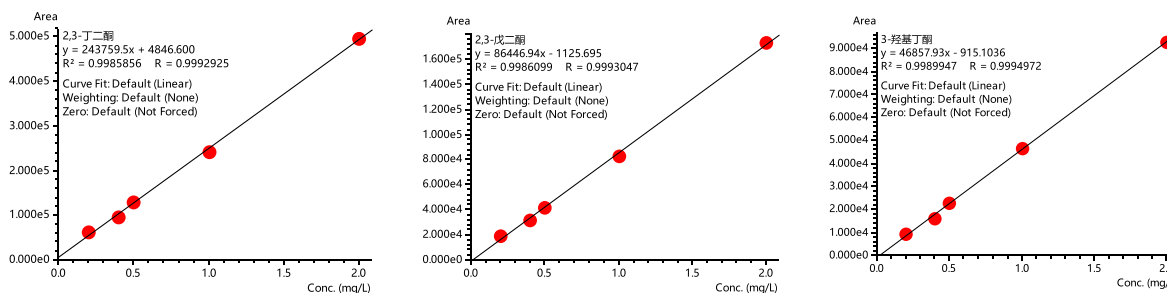


图3 标准曲线 (0.2-2.0 mg/L)

表2 标准曲线信息、检出限与定量限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
1	2,3- 丁二酮	0.9992	0.05	0.17
2	2,3- 戊二酮	0.9993	0.13	0.44
3	3- 羟基乙酮	0.9994	1.27	4.25

### 2.3 重复性测试

取浓度为 0.2 mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，各组分峰面积及 RSD% 见表 3。

表3 重复性测试结果

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	2,3- 丁二酮	44032	42671	44494	43469	41203	40174	4.0
2	2,3- 戊二酮	14231	14620	14838	14102	13377	14157	3.5
3	3- 羟基乙酮	6695	6314	6386	6456	6479	6118	3.0

### 2.4 样品和加标回收率测试

取冰橙子雾化液样品 4 份，2 份进行样品结果测试，2 份进行加标回收实验，加标浓度为 6 mg/kg，样品结果及加标回收率测试结果如表 4 所示。

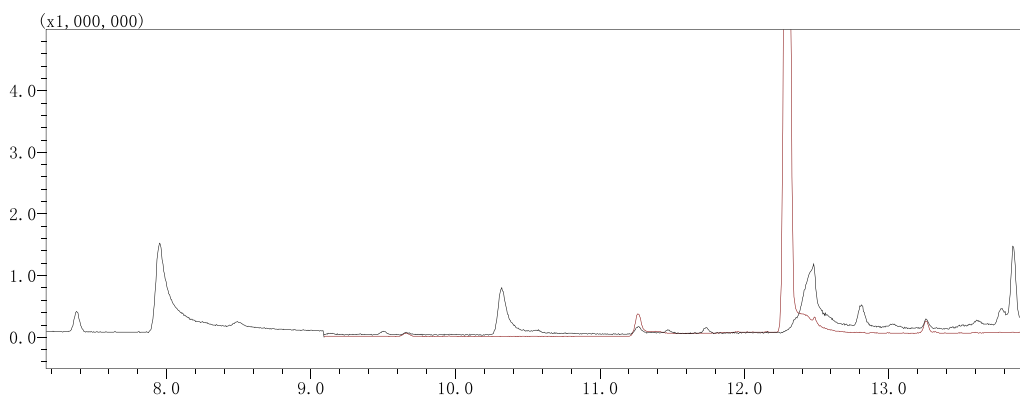


图4 冰橙子味电子雾化液样品色谱图

表4 样品及加标回收率结果

No.	化合物名称	样品测定结果 (mg/kg)	加标回收测定结果 (mg/kg)	回收率 (%)
1	2,3- 丁二酮	3.7	10.2	108.3
2	2,3- 戊二酮	4.1	8.6	75.8
3	3- 羟基乙酮	N.D.	6.8	112.5

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了电子雾化液中 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮含量测定方法。各组分在 0.2-2.0 mg/L 范围内标准曲线均线性良好，线性相关系数大于 0.9992。各组分的检出限为 0.05-1.27 mg/kg，满足标准规定的检出限要求。以实际样品为基质，在 6 mg/kg 加标浓度下，各组分的回收率在 75.8~112.5% 之间。该方法前处理简单，灵敏度高，重复性好，可适用于电子雾化液中 2,3- 丁二酮、2,3- 戊二酮和 3- 羟基乙酮的测试。

岛津应用云

