

# GPC-GCMS 法测定烟丝中的香兰素含量

## GCMS-194

**摘要：**本文采用在线凝胶色谱-气质联用仪（GPC-GCMS）测定烟丝中香兰素含量的方法。在 0.05~10 mg/L 浓度范围内，相关系数为 0.9993。以 3 倍信噪比计算检出限为 6.75  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，各组分峰面积 RSD 为 4.77% (n=5)，样品加标平均回收率为 83.53%。该方法操作简单便捷，分析速度快，适合检测烟丝中香兰素。

**关键词：**GPC-GCMS 烟丝 香兰素

香兰素 (Vanillin)，学名 3-甲氧基-4-羟基苯甲醛，是世界上产量最大的合成香料。中国是香兰素出口大国，已有 50 多年的香兰素生产历史，香兰素出口量年均增长率为 12%，在北美、欧洲、东南亚等地市场享有良好的信誉。在中国香兰素主要用于食品添加剂，此外也广泛用于化妆、烟用等香精的配方中。

烟草制品中香精香料组分复杂，添加种类的不同以及量的多少与其最终形成香气及口感有直接联系，并且其成分的组成与人们的健康息息相关。因此在对香精香料的研究中，必须有科学准确的分析方法来支撑。目前

对烟草制品中香精香料的质量评价主要集中在一些物理指标控制和人的感官质量评价方面。如酸值、折射率、香气、色泽，以及一些重金属含量的限定。这已不能适应越来越复杂的香精香料添加体系以及公众对烟草制品质量安全控制的要求，我们要从更多的方面对香精香料进行综合分析。

香兰素作为定味剂被广泛应用在烟草生产和加工过程中，因此，本文建立了一种，简便、快速、准确的检测烟草中香兰素的分析方法，为进一步提高烟草制品的质量控制提供技术支持。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津在线凝胶色谱-气质联用仪 (GPC-GCMS)

#### 1.2 分析条件

GPC 条件：

色谱柱：Shodex CLNpak EV-200 (2.1 mm $\times$ 150 mm)

流动相：丙酮 / 环己烷 (3/7, V/V)

流速：0.1 mL/min

柱温：40 $^{\circ}\text{C}$

进样量：10  $\mu\text{L}$

GCMS 条件：

色谱柱：惰性石英管：5 m $\times$ 0.53 mm

预柱：Rtx-5 ms, 5 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

分析柱：Rtx-5 ms, 25 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$

柱温程序：82  $^{\circ}\text{C}$  (5 min)\_15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_200  $^{\circ}\text{C}$  (0 min)\_20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_280 (1.13 min)

PTV 进样口温度程序：120  $^{\circ}\text{C}$  (5 min)\_100  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ \_280 $^{\circ}\text{C}$  (11.5 min)

进样口压力程序：120 kPa(0 min)\_100 kPa/min\_180 kPa(4.4min)\_(-49.8 kPa/min)\_120kPa (11.8 min)

隔垫吹扫程序：5.0 mL/min\_(-10 mL/min)\_0 mL/min(6 min)\_10 mL/min\_5 mL/min (11 min)

不分流进样时间：7 min；

溶剂切割时间：9 min

接口温度：280 $^{\circ}\text{C}$ ；离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

采集方式：SIM，采集条件见表 1

#### 1.3 样品制备

准确称取 2 g 烟丝于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈超声萃取 30 min，3000 rpm 离心 10 min，取上清液 10 mL，转移至梨形瓶，旋转蒸发至近干，定容至 1 mL，待测。

## 结果讨论

### 2.1 标准样品谱图

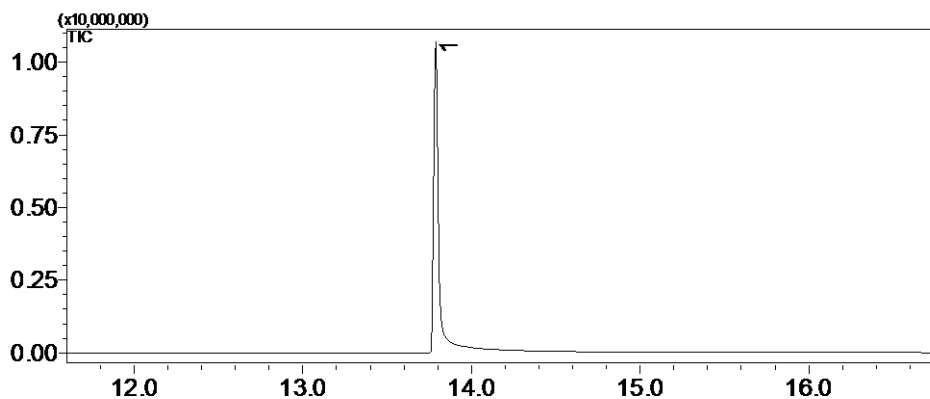


图1 标准样品的 TIC 图 (5mg/L)

表1 香兰素特征碎片离子 (m/z)

No.	保留时间	中文名称	英文名称	CAS	定量离子	定性离子
1	12.158	香兰素	Vanillin	121-33-5	151	152、123

### 2.2 标准曲线及重现性

使用丙酮/环己烷 (3/7, V/V) 配制香兰素标准曲线, 浓度分别为 0.05、0.1、0.5、1、5、10 mg/L。香兰素的标准曲线相关系数为 0.9993, 标准曲线如图 3 所示。峰面积的重现性以 0.1 mg/L 的标准样品连续进样 5 次, 计算其相对标准偏差 (RSD)。以 0.05 mg/L 标样为基础, 以 3 倍信噪比计算香兰素最低检出限, 结果见表 2。

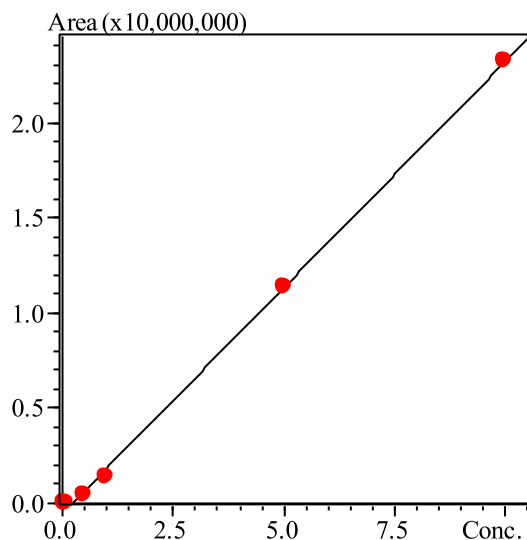


图2 香兰素标准曲线

表2 香兰素标准曲线相关系数、峰面积 RSD% (n=5) 及最低检出限

No.	化合物名称	相关系数	RSD%	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
1	香兰素	0.9993	4.77	6.75

### 2.3 样品检测结果及回收率测试结果

在烟丝中加入香兰素标准品，按照上述前处理步骤进行样品前处理，加入量为 0.2 mg/kg 计算回收率，结果如下表所示：

表3 样品测试结果及加标回收率

No.	化合物名称	检测结果 (mg/kg)	回收率(%)			平均值 (%)	RSD% (n=3)
			1	2	3		
1	香兰素	0.23	85.70	84.20	80.70	83.53	3.07

## ■ 结论

使用岛津在线凝胶色谱 - 气质联用仪 (GPC-GCMS) 分析烟丝中香兰素的含量。该方法前处理操作简单，重复性好，线性范围广，灵敏度高。在 0.05~10 mg/L 浓度范围内，待测组分的相关系数为 0.9993。检出限为 6.75  $\mu\text{g}/\text{kg}$  (3 倍信噪比计算)，加标回收率平均值为 83.53 %。本方法可用于烟丝中香兰素的快速检测。