

GC-BID 测定香烟中香草醛含量

GC-072

摘要：本文建立了使用岛津 GC+BID-2010 Plus 检测器测定香烟中香草醛的方法。在 0.1~10 mg/L 浓度范围内，待测组分的相关系数大于 0.999。对 0.5mg/L 的标准溶液连续 6 针进样，峰面积的 RSD% 小于 5%。在 0.25mg/kg 加标浓度下，回收率为 116.23%，完全满足日常对香烟烟丝中香草醛添加剂分析检测的要求。

关键词：GC+BID-2010 Plus 香烟烟丝 香草醛

香草醛 (Vanillin)，别名香兰素，化学名 3-甲氧基-4-羟基苯甲醛，具有香荚兰香气及浓郁的奶香，为香料工业中用量和产量最大的品种。其用途十分广泛，在食品、日化、烟草工业中作为香原料、矫味剂或定香剂。据欧盟专家委员会 2000 年 2 月 24 日报导，大剂量可导致头痛、恶心、呕吐、呼吸困难，甚至损伤肝、肾等。

香烟，是烟草制品的一种，为广大人们生活必需品。而在追求低焦油含量的当前，如何保证口感不受损害，多种香味添加剂成为烟企的成功关键。来自烟草业的资料显示，目前，三千多种天然香料和七千多种合成香料共同构成了烟用添加剂的选择范围，现在使用率最多的是：葡萄糖、蜂蜜、香草醛、薄荷、中药等提高香烟可

口性的成分；维生素、矿物质、水果、蔬菜、氨基酸等可让人感到有健康效益的成分；咖啡因、牛磺酸等与能量和活力有关的成分。而这些成分，都是烟草控制框架公约提出“禁止”或“限制”的。

目前，对香草醛的测定，主要是分光光度法、荧光法、离子选择电极法、硫代巴比妥酸光度法等，但这些方法线性范围窄且灵敏度低。本文建立了利用岛津最新推出的下一代通用型检测器介质阻挡放电氦等离子体检测器 (Barrier Discharge Ionization Detector-BID) 针对香烟中的香草醛的气相色谱检测方法，具有简便可靠、快速、准确的优点。

实验部分

1.1 仪器

GC+BID-2010 Plus

1.2 条件分析

GC 条件：

色谱柱：Rtx-5Sil MS, 30m×0.25mm×0.25μm

柱温程序：80 °C (5min) _15 °C /min_ 200 °C _20°C /min_ 280°C (5min)

进样口温度：200°C

1.3 样品制备

1.3.1 萃取试剂配制

准确称取 2g 烟丝于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈超声萃取 30 min，3000rpm 离心 10min，取上层清液，转移至梨形瓶，旋转浓缩，定容至 1 mL，待测。

载气控制方式：恒线速度 (25.1 cm/sec)

进样方式：分流，分流比：1:1

进样量：1μL

载气：氦气

检测器温度：280 °C

放电气流量：50mL/min

吹扫流量：10mL/m

结果讨论

2.1 标准样品色谱图

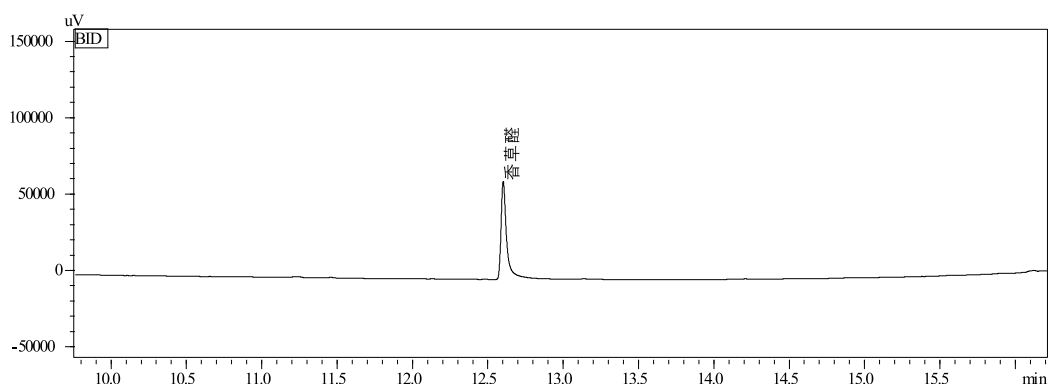


图1 标准样品色谱图 (5mg/L)

表1 香草醛组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS	保留时间 (min)
1	香草醛	Vanillin	121-33-5	12.60

2.2 标准曲线及检出限

使用乙腈配制混合标准系列，浓度分别为 0.1、0.5、1、5、10mg/L，标准曲线如图 2 所示。以 0.5 mg/L 标样为基础，以 3 倍信噪比计算最低检出限，结果见表 2。

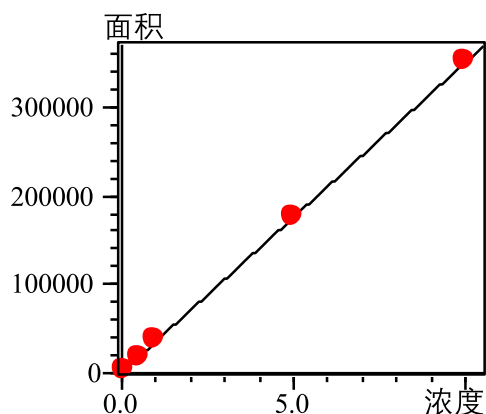


图2 香草醛标准曲线

表2 标准曲线相关系数及最低检出限

No.	化合物名称	相关系数	检出限 (mg/L)
1	香草醛	0.9999	0.042

2.3 重复性

用浓度为 0.5mg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，面积重复性良好，RSD% 为 2.74%。详细结果见表 3。

表3 香草醛面积重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	香草醛	17838	17160	17573	17374	17736	17616	17499	2.74

2.4 回收率测试

选取市售某品牌香烟进行回收率试验，加标浓度为 0.25mg/kg，按照样品前处理方法平行制备 3 份，进样分析，平均回收率和 RSD% 结果见表 4。

表4 样品加标回收率结果 (%)

No.	化合物名称	平均回收率	RSD% (n=3)
1	香草醛	116.23	0.26

2.5 实际样品检测

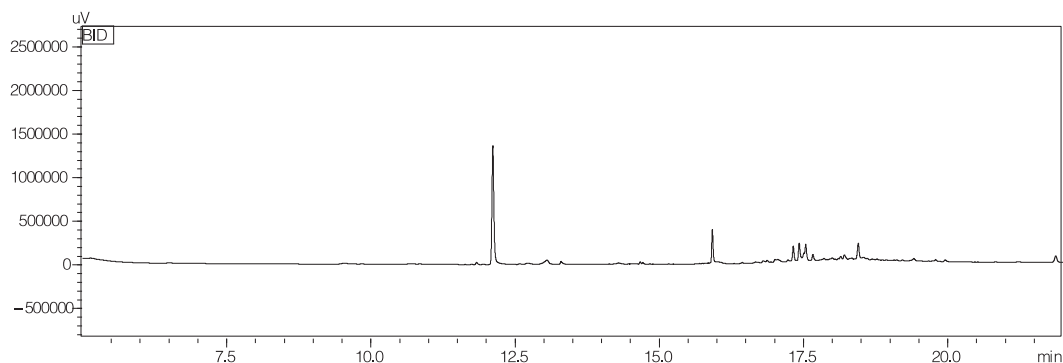


图3 实际样品色谱图

表5 实际样品检测结果

No.	名称	保留时间 (min)	检测值 (mg/L)
1	香草醛	12.60	未检出

结论

使用岛津气相色谱仪最新检测器介质阻挡放电氦等离子体检测器 (Barrier Discharge Ionization Detector -BID) 对香烟中的添加剂香草醛进行定性定量分析。该方法前处理操作简单，重复性好，灵敏度高。在 0.1~10 mg/L 浓度范围内，相关系数大于 0.999。对 0.5mg/L 的标准溶液连续 6 针进样，峰面积的 RSD% 为 2.74%，0.25mg/kg 加标回收率为 116.23%，完全满足日常的香烟中香草醛分析检测要求。