

# 气相色谱法测定电子雾化液中甲醇、乙二醇、二甘醇

陈青青

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 采用含有内标的乙醇溶液稀释样品, 使用带氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定, 内标法定量, 采用气相色谱-质谱确证阳性结果。

**关键词:** 气相色谱法; 电子雾化液; 甲醇; 乙二醇; 二甘醇

## 1 检测方法

参照 T/CECC 002-2021《电子雾化液安全规范》附录 B (规范性) 电子雾化液 甲醇、乙二醇、二甘醇的测定。

## 2 试剂和材料

### 2.1 试剂

2.1.1 无甲醇乙醇。

2.1.2 甲醇: 色谱纯。

2.1.3 乙二醇: 分析纯。

2.1.4 二甘醇: 分析纯。

2.1.5 异丁醇: 分析纯。

### 2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器 (FID)

2.2.2 色谱柱: RBX-WAX/30m\*0.25mm\*0.25 $\mu$ m

2.2.3 分析天平

2.2.4 容量瓶: 5mL、10mL

2.2.5 一般实验常用仪器。

## 3 溶液配制

### 3.1 标准溶液配制

3.1.1 内标储备液

准确称取 0.1286g (精确至 0.0001g) 异丁醇 (2.1.5) 置于 10mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇 (2.1.1) 溶解定容。准确移取 0.5mL 于 5mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇稀释并定容, 配制成

浓度为 1286 mg/L 的内标储备液。

### 3.1.2 标准储备液

准确称取 0.1318g 甲醇 (2.1.2)、0.1340g 乙二醇 (2.1.3) 和 0.1508g 二甘醇 (2.1.3) 于 10mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇 (2.1.1) 溶解定容混匀。准确移取 0.5mL 于 5mL 容量瓶中, 用无甲醇乙醇稀释并定容, 配制成甲醇、乙二醇和二甘醇浓度分别为 1318 mg/L、1340 mg/L 和 1508 mg/L 的混合标准储备液。

### 3.1.3 混合标准工作溶液

#### 3.1.3.1 I级混合标准溶液

准确移取 100 $\mu$ L 混合标准储备液 (3.1.2) 于样品瓶中, 加入 20 $\mu$ L 内标储备液 (3.1.1), 加入 880 $\mu$ L 无甲醇乙醇 (2.1.1) 稀释定容, 配成甲醇、乙二醇、二甘醇浓度分别为 131.8mg/L、134mg/L 和 150.8mg/L 的I级混合标准溶液。

#### 3.1.3.2 II级混合标准溶液

准确移取 50 $\mu$ L 混合标准储备液 (3.1.2) 于样品瓶中, 加入 20 $\mu$ L 内标储备液 (3.1.1), 加入 930 $\mu$ L 无甲醇乙醇 (2.1.1) 稀释定容, 配成甲醇、乙二醇、二甘醇浓度分别为 65.9mg/L、67mg/L 和 75.4mg/L 的II级混合标准溶液。

#### 3.1.3.3 III级混合标准溶液

准确移取 20 $\mu$ L 混合标准储备液 (3.1.2) 于样品瓶中, 加入 20 $\mu$ L 内标储备液 (3.1.1), 加入 960 $\mu$ L 无甲醇乙醇 (2.1.1) 稀释定容, 配成甲醇、乙二醇、二甘醇浓度分别为 26.36mg/L、26.8mg/L 和 30.16mg/L 的III级混合标准溶液。

#### 3.1.3.4 IV级混合标准溶液

准确移取 10 $\mu$ L 混合标准储备液 (3.1.2) 于样品瓶中, 加入 20 $\mu$ L 内标储备液 (3.1.1), 加入 970  $\mu$ L 无甲醇乙醇 (2.1.1) 稀释定容, 配成甲醇、乙二醇、二甘醇浓度分别为 13.18mg/L、13.4mg/L 和 15.08mg/L 的IV级混合标准溶液。

#### 3.1.3.5 V级混合标准溶液

准确移取 5 $\mu$ L 混合标准储备液 (3.1.2) 于样品瓶中, 加入 20 $\mu$ L 内标储备液 (3.1.1), 加入 980 $\mu$ L 无甲醇乙醇 (2.1.1) 稀释定容, 配成甲醇、乙二醇、二甘醇浓度分别为 6.59mg/L、6.7mg/L 和 7.54mg/L 的V级混合标准溶液。

## 3.2 试样的制备

称取样品 0.1 g (精确至 0.0001 g) 于样品瓶中, 加入 20 $\mu$ L 内标储备液 (4.1.1), 加入 980 $\mu$ L 无甲醇乙醇 (3.1.1) 稀释定容, 混匀。

## 4 测定

### 4.1 色谱条件

4.1.1 进样口温度：250°C；

4.1.2 柱箱：60°C保持 8min，以 30°C/min 升至 120°C，保持 11min，以 10°C/min 升至 240°C，保持 10min；

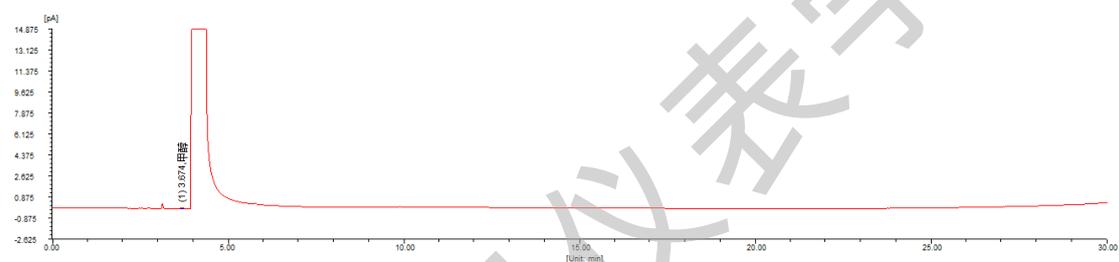
4.1.3 检测器温度：245°C；

4.1.4 柱流量：0.8 mL/min；

4.1.5 进样方式：分流进样；分流比 25：1；

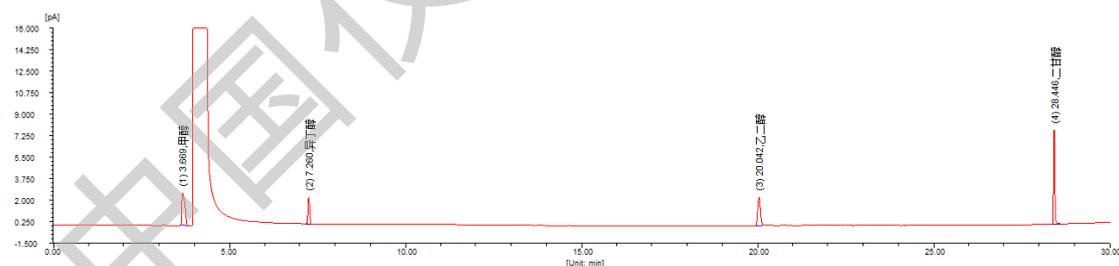
4.1.6 进样量：1 μL。

### 4.2 空白溶剂（无甲醇乙醇）谱图



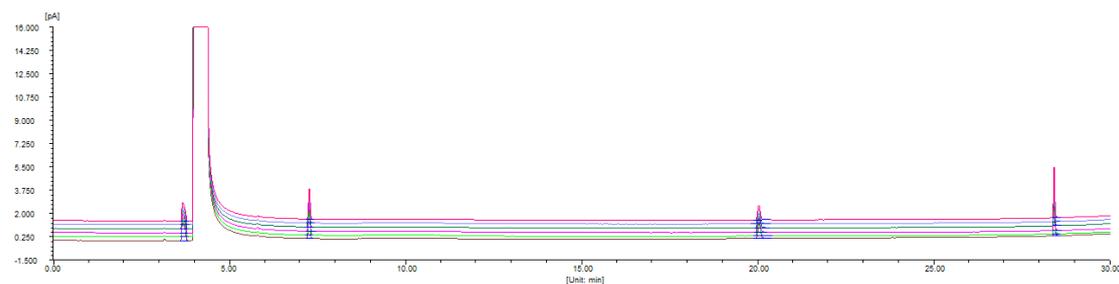
峰序	组分名	保留时间/min	半峰宽/min	峰高/fA	峰面积/fA*s
1	甲醇	3.674	0.112	55.0	359.0

### 4.3 标准溶液典型谱图（I级混合标准溶液）



1.甲醇 2. 异丁醇 3.乙二醇 4.二甘醇

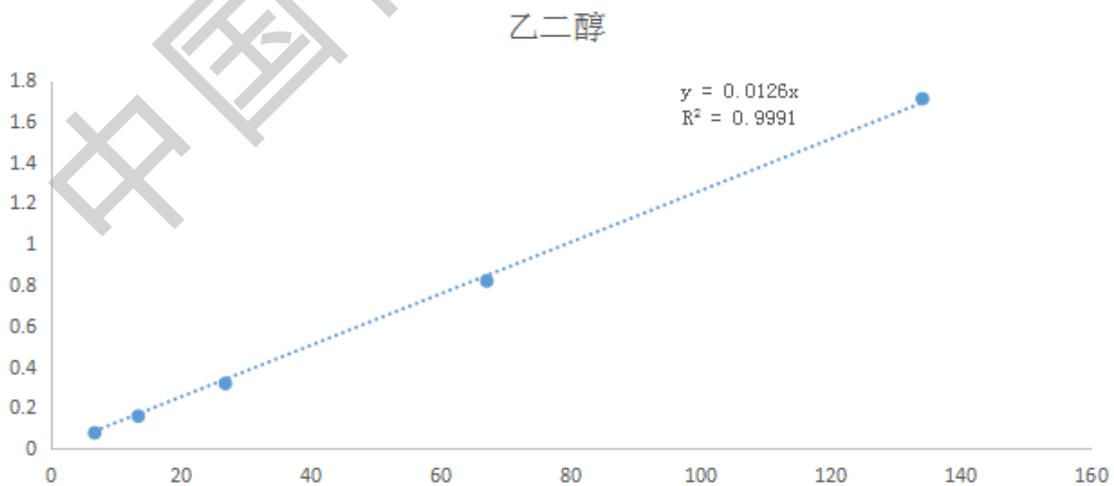
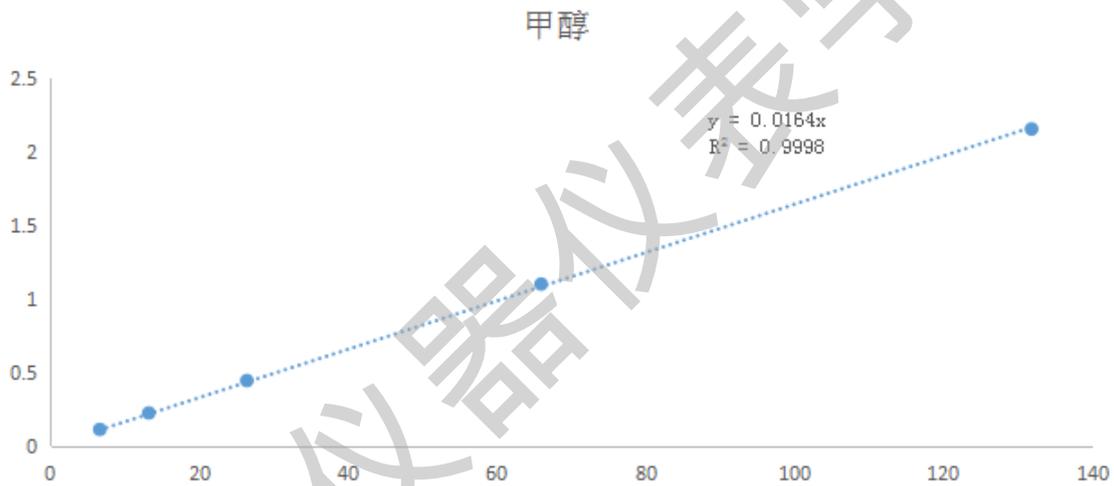
### 4.4 标准溶液六针重复性谱图及结果（II级混合标准溶液）



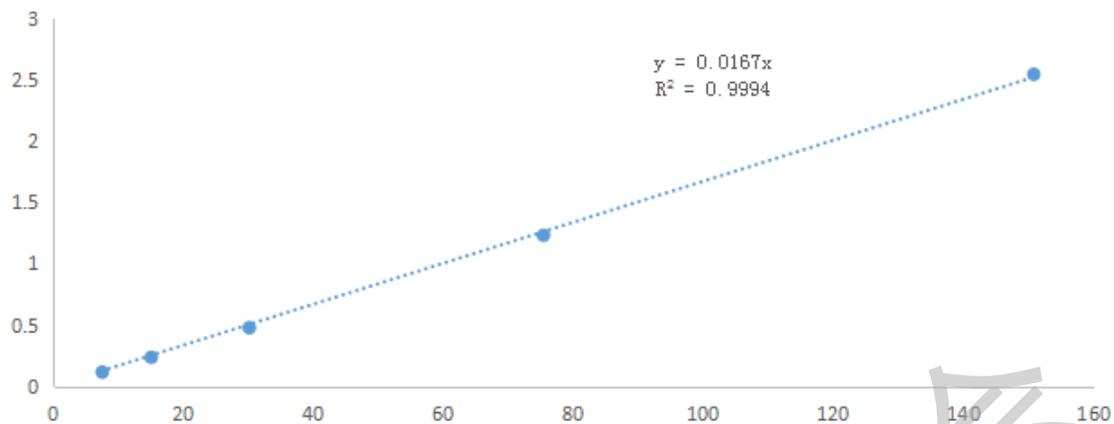
峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	谱图数
1	甲醇	3.671	0.053	8938.1	0.8713	1426.1	1.9856	6
2	异丁醇	7.273	0.041	7782.3	1.0024	2305.4	1.5750	6
3	乙二醇	20.037	0.019	6448.3	1.2894	1115.5	1.1671	6
4	二甘醇	28.443	0.009	9481.2	1.1434	3755.2	1.1359	6

#### 4.5 标准曲线

标准曲线的绘制：分别进样I级混合标准溶液、II级混合标准溶液、III级混合标准溶液、IV级混合标准溶液和V级混合标准溶液各 1 $\mu$ L 进行测定，然后以目标化合物峰面积与内标物峰面积的比值为纵坐标，以目标化合物浓度为横坐标，绘制标准曲线。

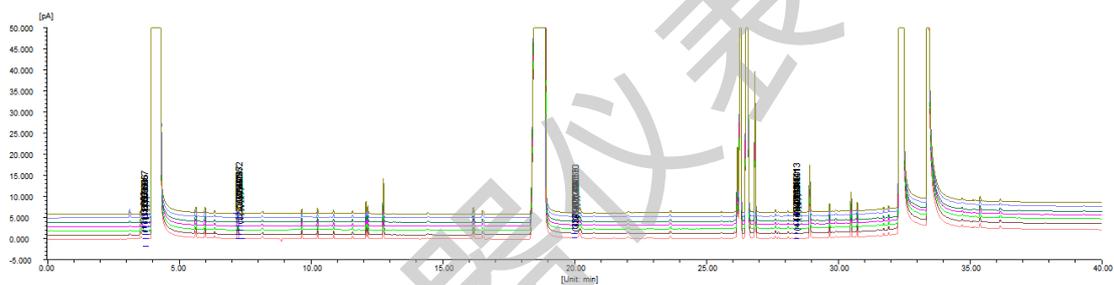


## 二甘醇



### 4.6 检出限

4.6.1 样品加标七针重复性谱图(甲醇、乙二醇和二甘醇加标浓度分别为 6.59mg/L、6.7mg/L 和 7.54mg/L)



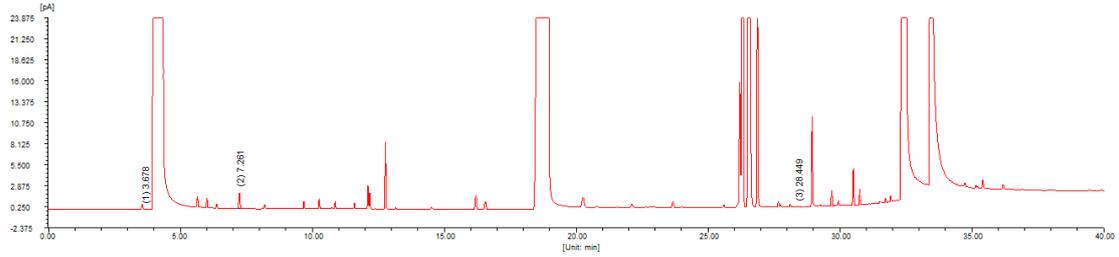
### 4.6.2 检出限结果

组分名	含量 [mg/L]	检出限[mg/kg]						
甲醇	10.0500	10.1146	10.0090	9.9111	9.9656	9.9993	9.9477	2.13
乙二醇	4.1759	4.1653	4.2069	4.0846	4.1981	4.2374	4.0375	2.24
二甘醇	7.4861	7.4515	7.3409	7.2409	7.3352	7.3875	7.5002	2.95

注：以称样量 0.1 g，定容体积 1 mL 计。

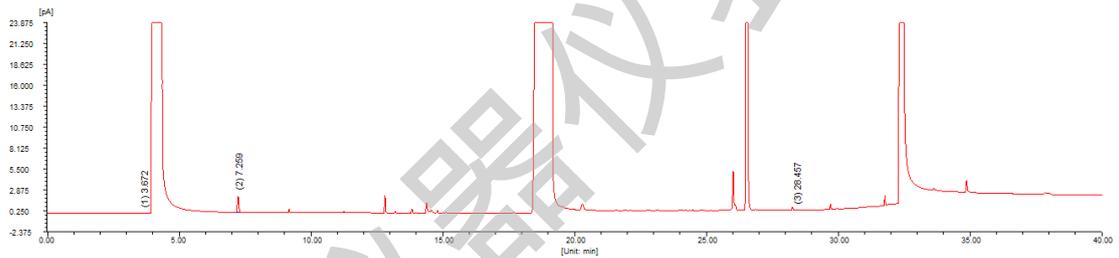
### 4.7 样品谱图及结果

4.7.1 樱桃味电子烟雾化液样品谱图及结果



组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
甲醇	3.678	485.7	1.1377	0.9532
	3.676	445.7	0.7687	
异丁醇	7.261	6790.4	-	-
	7.259	6877.3	-	
二甘醇	28.449	106.2	0.9365	0.7469
	28.455	64.0	0.5572	

#### 4.7.2 樱桃味电子烟雾化液谱图及结果



组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/kg]	平均含量[mg/kg]
甲醇	3.672	328.3	-	-
	3.676	348.3	-	
异丁醇	7.259	7064.3	-	-
	7.258	6953.1	-	
二甘醇	28.457	29.4	0.2493	0.2762
	28.455	35.2	0.3030	

#### 4.8 实验结果

方法评价				
组分名	保留时间/min	检出限 (mg/kg)	峰面积 RSD%	线性相关系数
甲醇	3.669	2.13	0.88	0.999
乙二醇	20.042	2.24	1.29	0.999

二甘醇	28.446	2.95	1.15	0.999
-----	--------	------	------	-------

中国仪器仪表学会