



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 104655777 B

(45) 授权公告日 2016. 06. 08

(21) 申请号 201510084272. 9

(22) 申请日 2015. 02. 16

(73) 专利权人 国家烟草质量监督检验中心  
地址 450001 河南省郑州市高新区枫杨街2号

(72) 发明人 韩书磊 陈欢 刘彤 付亚宁  
任春雷 侯宏卫 胡清源

(74) 专利代理机构 郑州中民专利代理有限公司  
41110  
代理人 姜振东

(51) Int. Cl.  
G01N 30/88(2006. 01)

审查员 冯婷

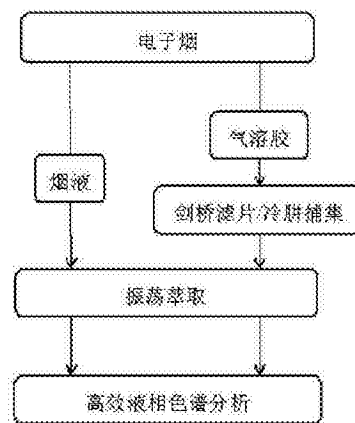
权利要求书1页 说明书4页 附图4页

(54) 发明名称

一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法

(57) 摘要

一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,其特征在于,其特征在于:该方法包括以下步骤:利用振荡萃取的方法,以甲醇为溶剂,提取烟液中的茄尼醇,利用一安装有转换连接装置的吸烟机对电子烟进行抽吸,采用剑桥滤片捕集气溶胶中的茄尼醇,使用振荡萃取的方法提取滤片上的茄尼醇,利用高效液相色谱仪配紫外检测器进行分析,外标法定量。本发明的优点在于:此测定方法中样品前处理方法效率高,简单有效,易于操作,茄尼醇在线性范围内线性关系良好( $R^2 > 0.999$ ),且加标回收率好(101.0%),相对标准偏差(RSD)低(0.40%),特别适合于对电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的测定。



1. 一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,其特征在于:该方法包括以下步骤:

1)标准工作溶液的制备:分别制备具有6级浓度梯度的茄尼醇标准工作溶液;

2)样品前处理,对电子烟烟液、电子烟抽吸气溶胶分别进行萃取:

a、利用振荡萃取的方法,以甲醇为溶剂,提取烟液中的茄尼醇,制得烟液待测样品溶液;

b、利用一安装有转换连接装置的吸烟机对电子烟进行抽吸,并用剑桥滤片捕集电子烟气溶胶中的茄尼醇,使用萃取液甲醇提取,制得气溶胶待测样品溶液;所述转换连接装置包括一个电子烟烟嘴插接密封机构和一个烟杆支撑机构,所述烟嘴插接密封机构由一个管径不同的两段式转接管和一个胶套构成,其中两段式转接管的一端管外径为8mm、与吸烟机卷烟夹持器相插接,另一端与胶套插接,胶套的另一端为电子烟烟嘴插接端;所述烟杆支撑机构由一个适于套装在卷烟夹持器上的套环和固接在套环外环壁上的悬臂式支撑架,且在支撑架设置有可沿支撑架横杆平移的烟杆支撑托,烟杆支撑托高度可调;

3)液相色谱分析:利用高效液相色谱仪配紫外检测器分别对所制得的两种待测样品溶液和标准工作溶液进行分析,得到相关色谱图;

4)标准曲线绘制及结果计算。

2. 根据权利要求书1所述的用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,其特征在于:标准工作溶液的制备方法为:准确称取50 mg茄尼醇于100 mL棕色容量瓶中,以甲醇溶解定容,制得茄尼醇标准储备溶液,再分别准确量取0.02,0.05,0.1,0.2,0.5,1.0 mL标准储备溶液于10 mL棕色容量瓶中,以甲醇定容,即得6级浓度梯度的茄尼醇标准工作溶液。

3. 根据权利要求书1所述的用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,其特征在于:捕集有待测物的剑桥滤片的处理方法为:将滤片取出,加入10~15 mL萃取液,振荡萃取30min,直接进行高效液相色谱分析。

4. 根据权利要求书1所述的用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,其特征在于:茄尼醇测定的高效液相色谱条件为:色谱柱为Accucore XL C18,规格150 mm × 2.1 mm i.d. × 4 μm d.f.;柱温:30 °C;流动相:100%甲醇;柱流速:0.4 mL/min;时间:10 min;检测波长:200 nm;进样量:5 μL。

## 一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及电子烟产品理化检验技术领域,具体涉及一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法。

### 背景技术

[0002] 电子烟(electrical cigarette,e-cigarette)又名电子尼古丁传送系统(electronic nicotine delivery systems,ENDS),是一种外表类似于卷烟的新型烟碱摄入方式。多年来,电子烟以“保健”,“戒烟”,“清肺”等为宣传口号,以网络为主要营销途径,在中国地区销量大增。但是,针对电子烟气溶胶主要成分测定等方面的研究还很少。

[0003] 茄尼醇是一种重要的原料及医药中间体,具有强烈的吸收自由基的性能,因此具有一定的抗菌,消炎及止血抗溃疡,抗癌等生物活性,也是一些重要药物如辅酶Q10及维生素K2合成的重要原料。茄尼醇在烟叶中的含量很高,可达0.3~3%(陈爱国等. 中国烟草科学, 2007, 28(6): 44-48.)。由于烟草提取物(烟碱)是电子烟烟液的主要原料之一,并有可能在其生产及加工过程中引入一定量的茄尼醇,所以,有必要对电子烟气溶胶中的茄尼醇含量进行分析测定。目前,测定茄尼醇含量的方法主要有气相色谱法(Liu, Y, et al. Chromatographia, 2010, 71: 727-732.)及高效液相色谱法等(韩敬美等. 烟草科技, 2013, (5): 61-63,71.),但是,尚未见测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的报道。

### 发明内容

[0004] 本发明旨在克服以上技术缺陷,一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法。该方法具有前处理效率高,简单有效,易于操作,重复性好,灵敏度高及回收率好的优点。

[0005] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的:

[0006] 一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,其特征在于:该方法包括以下步骤:

[0007] 1)标准工作溶液的制备:分别制备具有6级浓度梯度的茄尼醇标准工作溶液;

[0008] 2)样品前处理,对电子烟烟液、电子烟抽吸气溶胶分别进行萃取:

[0009] a、利用振荡萃取的方法,以甲醇为溶剂,提取烟液中的茄尼醇,制得烟液待测样品溶液;

[0010] b、利用一安装有转换连接装置的吸烟机对电子烟进行抽吸,并用剑桥滤片捕集电子烟气溶胶中的茄尼醇,使用萃取液甲醇提取,制得气溶胶待测样品溶液;

[0011] 所述转换连接装置包括一个电子烟烟嘴插接密封机构和一个烟杆支撑机构,所述烟嘴插接密封机构由一个管径不同的两段式转接管和一个胶套构成,其中两段式转接管的一端管外径为8mm、与吸烟机卷烟夹持器相插接,另一端管外径为 $8 \pm n$ ( $n=1-10$ )mm、与胶套插接,胶套的另一端为电子烟烟嘴插接端;所述烟杆支撑机构由一个适于套装在卷烟夹持器上的套环和固接在套环外环壁上的悬臂式支撑架,且在支撑架设置有可沿支撑架横杆平

移的烟杆支撑托,烟杆支撑托高度可调。

[0012] 3)液相色谱分析:利用高效液相色谱仪配紫外检测器分别对所制得的两种待测样品溶液和标准工作溶液进行分析,得到相关色谱图;

[0013] 4)标准曲线绘制及结果计算。

[0014] 本发明以下做进一步具体说明:

[0015] 1、标准工作溶液的制备

[0016] 根据目标化合物的浓度范围来配制标准工作溶液,方法为:准确称取50 mg茄尼醇于100 mL棕色容量瓶中,以甲醇溶解定容,制得茄尼醇标准储备溶液,再分别准确量取0.02,0.05,0.1,0.2,0.5,1.0 mL标准储备溶液于10 mL棕色容量瓶中,以甲醇定容,即得6级浓度梯度的茄尼醇标准工作溶液。

[0017] 2、样品前处理I-烟液

[0018] 准确量取约0.5~1.5 g电子烟烟液于5 mL容量瓶中,加入2~3 mL的甲醇后,手持振荡使之混匀,以甲醇定容,再进行高效液相色谱分析。

[0019] 3、样品前处理II-气溶胶

[0020] 1)夹持器选择

[0021] 和传统卷烟相比,首先,电子烟重量相对较大,如传统卷烟重量一般不超过1 g,而电子烟重量一般不低于10 g,可充液的第二代电子烟产品重量甚至达到50 g以上;其次,电子烟烟嘴形状各异,既有传统的圆柱型,也有鸭嘴型等异型结构,且粗细各不相同,利用传统卷烟夹持器不能满足要求。所以,应采用上述的适于与吸烟机连接的转换连接装置才能解决现有方法的不足,利用该转换连接装置可实现传统吸烟机与电子烟的完好对接,保证了电子烟抽吸时的气密性及夹持稳定性,进而实现电子烟气溶胶的无泄漏捕集。

[0022] 该转换连接装置已同日申请了实用新型专利。

[0023] 2)气溶胶捕集

[0024] 采用Canada Health Intense抽吸模式对6种电子烟样品抽吸250口,分别采用剑桥滤片及2级串联吸收瓶捕集气溶胶中的茄尼醇:用甲醇提取剑桥滤片中的茄尼醇,滤片后接2级串联吸收瓶,并分别加入10 mL甲醇捕集待测物,抽吸完毕后直接利用高效液相色谱仪分析测定。结果发现:剑桥滤片对茄尼醇的捕集效率约为100%,2级串联吸收瓶都没有捕集到茄尼醇,如表1所示。

[0025] 表1 剑桥滤片及2级吸收瓶对茄尼醇捕集效率

		样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6
[0026]	捕集量 ( $\mu\text{g}$ )	ND	2.020	0.051	0.502	ND	ND
	吸收瓶 1	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	吸收瓶 2	ND	ND	ND	ND	ND	ND
剑桥滤片捕集效率(%)		$\approx 100$	$\approx 100$	$\approx 100$	$\approx 100$	$\approx 100$	$\approx 100$

[0027] 注:N.D.意为未检出。

[0028] 对于电子烟气溶胶中茄尼醇的捕集,由于ISO:3308或其他抽吸模式相对于Canada Health Intense只是在捕集量上存在差别,而不会在捕集效率上存在本质区别。所以,仅用

剑桥滤片就能够达到对电子烟气溶胶中茄尼醇较高的捕集效率。

[0029] 3) 剑桥滤片中茄尼醇的提取

[0030] 用剑桥滤片捕集电子烟气溶胶中的茄尼醇,将滤片取出,加入10 mL甲醇,采用振荡提取方式,并考察提取时间对提取量的影响,如图2所示,由图可知,30分钟后茄尼醇能提取量接近最大值,所以选择提取时间为30分钟。

[0031] 4、紫外检测器检测波长的确定

[0032] 考察了茄尼醇标准样品最高吸光度与紫外检测器检测波长之间的关系,如图3所示,由图可知,检测波长选择在200 nm时吸光度最大,所以最终选择就检测波长为200 nm。

[0033] 5、高效液相色谱分析

[0034] 色谱柱为Accucore XL C18 (150 mm × 2.1 mm i.d. × 4 μm d.f.);柱温:30 °C;流动相:100%甲醇;柱流速:0.4 mL/min;时间:10 min;检测波长:200 nm;进样量:5 μL。

[0035] 6、标准曲线绘制及结果计算

[0036] 本发明提供了一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,前处理简单,效率高,易于操作。且检出限(LOD)低(0.012 μg/mL),3个加标水平的平均回收率为101.0%,相对标准偏差(RSD)为0.40%,这表明该方法灵敏度高,重复性及回收率好。

## 附图说明

[0037] 图1为方法流程图

[0038] 图2为提取时间对剑桥滤片中茄尼醇提取效率的影响。

[0039] 图3为茄尼醇样品溶液吸光度与紫外检测器检测波长之间的关系。

[0040] 图4为标准曲线图。

[0041] 图5为标准工作溶液色谱图。

[0042] 图6为典型样品色谱图。

[0043] 图7为适用于吸烟机上抽吸电子烟的转换连接装置的示意图,

[0044] 图中:1.吸烟机;2.卷烟夹持器;3.套环;4.两段式转接管;5.胶套;6.电子烟;7.烟杆支撑托,8.悬臂式支撑架。

## 具体实施方式

[0045] 本发明通过以下具体实施例作进一步描述,但不限制本发明。

[0046] 1. 仪器、试剂及仪器工作条件

[0047] 1) 仪器

[0048] Thermo Fisher U-3000 高效液相色谱仪,配紫外检测器;AE163电子天平(感量:0.0001 g,瑞士Mettler公司);直线型吸烟机(英国Cerulin公司),HY-8调速振荡器(常州国华电器有限公司)。

[0049] 2) 试剂

[0050] 茄尼醇,Damas-beta公司,99%;甲醇(色谱纯,美国TEDIA公司)。

[0051] 3) 仪器工作条件。

[0052] 色谱柱为Accucore XL C18 (150 mm × 2.1 mm i.d. × 4 μm d.f.);柱温:30 °C;流动相:100%甲醇;柱流速:0.4 mL/min;时间:10 min;检测波长:200 nm;进样量:5 μL。

[0053] 2. 茄尼醇标准工作溶液的配制

[0054] 准确称取10~100 mg茄尼醇于100 mL棕色容量瓶中,以甲醇溶解定容,制得茄尼醇标准储备溶液,再分别准确量取0.02,0.05,0.1,0.2,0.5,1.0 mL标准储备溶液于10 mL棕色容量瓶中,以甲醇定容,即得6级浓度梯度的茄尼醇标准工作溶液。

[0055] 3. 样品前处理I-烟液

[0056] 准确量取约0.5~1.5 g电子烟烟液于5 mL容量瓶中,加入2~3 mL的甲醇后,手持振荡使之混匀,以甲醇定容,再进行高效液相色谱分析。

[0057] 4. 样品前处理II-气溶胶

[0058] 利用安装有转换连接装置(其结构如图7所示)的吸烟机对电子烟进行抽吸,采用ISO:3308,Canada Health Intense或其他抽吸模式对电子烟进行抽吸,并用剑桥滤片捕集电子烟气溶胶中的茄尼醇,将滤片取出,加入10 mL甲醇,振荡萃取30 min,直接进行液相色谱分析。

[0059] 5. 数据处理

[0060] 按照仪器测试条件测定样品,每个样品重复测定2次。

[0061] 样品中目标物含量以如下公式所示:

$$[0062] X_i = (C_i - C_0) \times V$$

[0063] 式中:

[0064]  $X_i$ ——电子烟气溶胶中目标化合物质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

[0065]  $C_i$ ——萃取液中目标化合物浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

[0066]  $C_0$ ——空白实验萃取液中目标化合物浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

[0067]  $V$ ——萃取液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

[0068] 以2次平行测定的平均值为最终测定结果,精确至0.001  $\mu\text{g}$ 。

[0069] 实施例1

[0070] 根据上述一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,选择一种电子烟产品,测得其烟液中茄尼醇含量为1.205 $\mu\text{g}/\text{g}$ ,在ISO:3308抽吸模式下抽吸250口,测得气溶胶中茄尼醇含量为0.506  $\mu\text{g}$ 。

[0071] 实施例2

[0072] 根据上述一种用于测定电子烟烟液及气溶胶中茄尼醇含量的方法,选择一种电子烟产品,测得其烟液中茄尼醇未检出,在ISO:3308抽吸模式下抽吸250口,测得气溶胶中茄尼醇亦未检出。

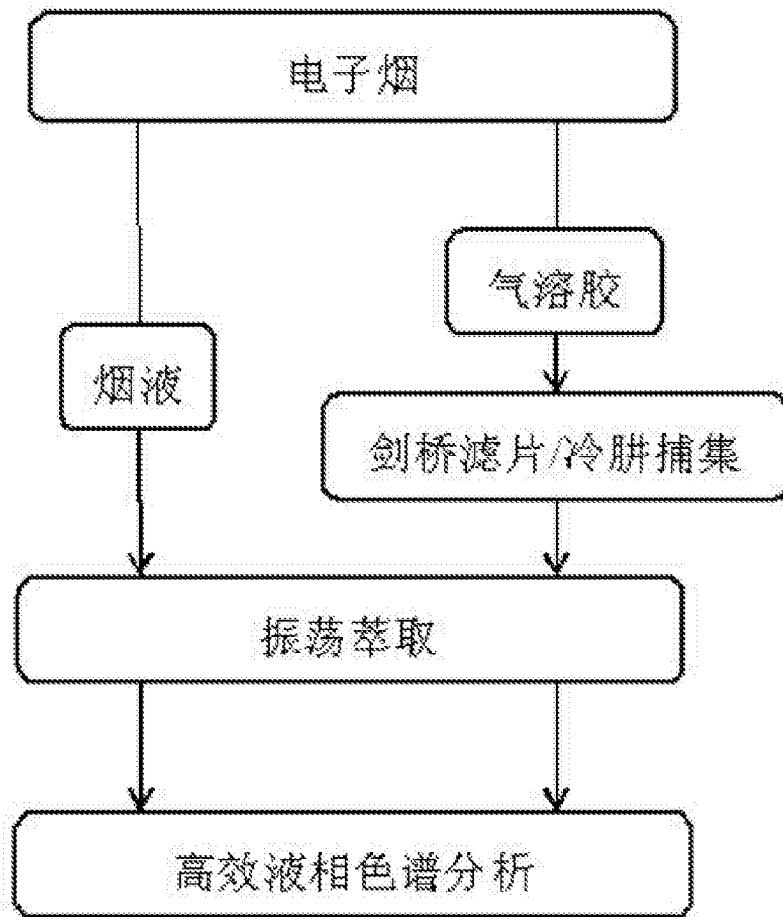


图1

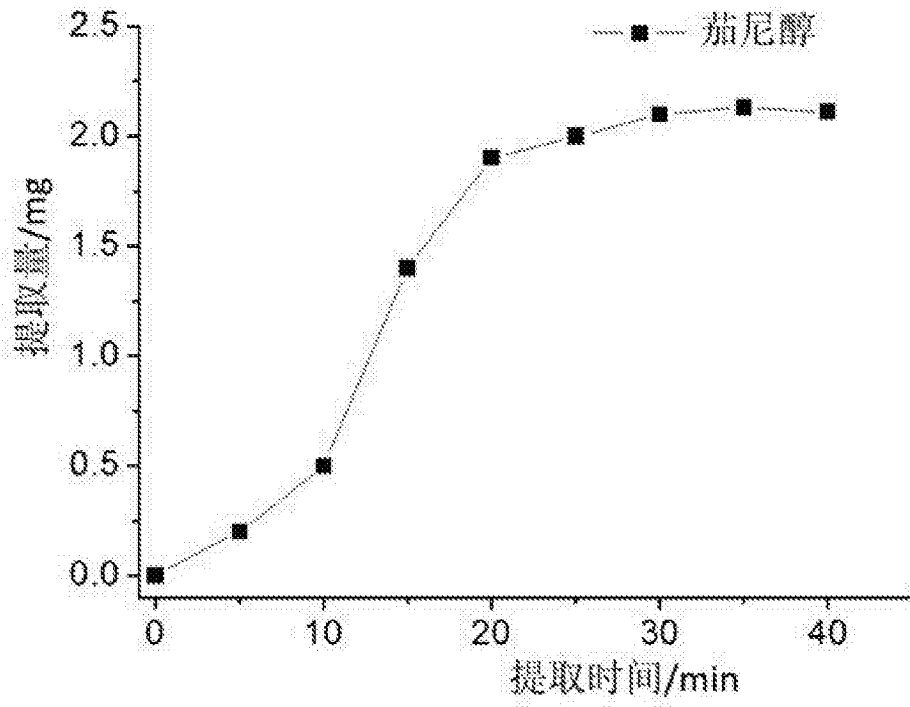


图2

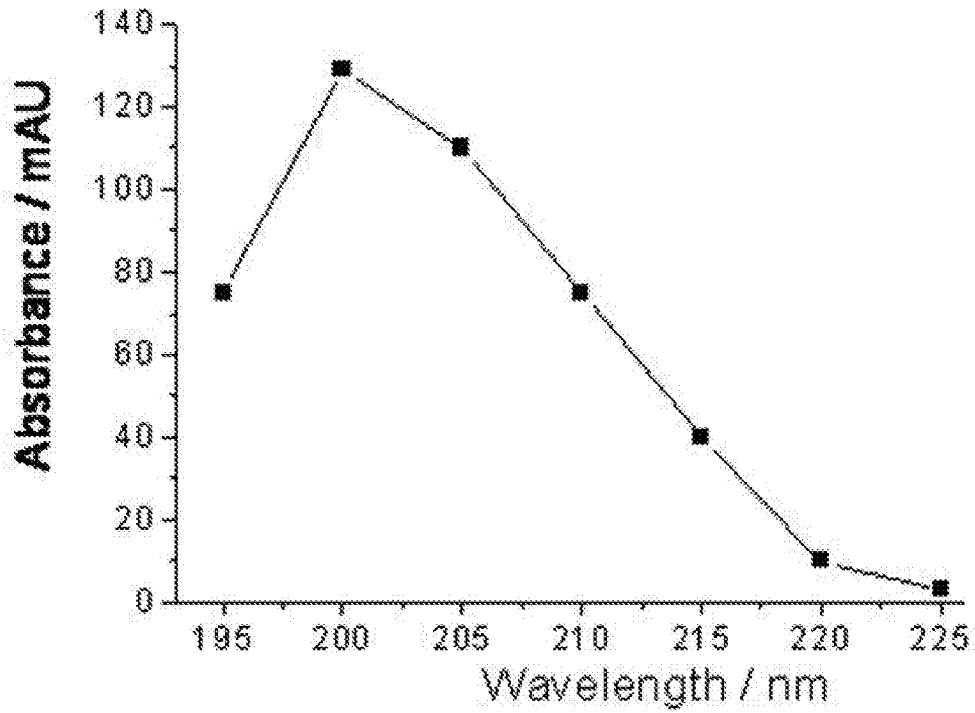


图3



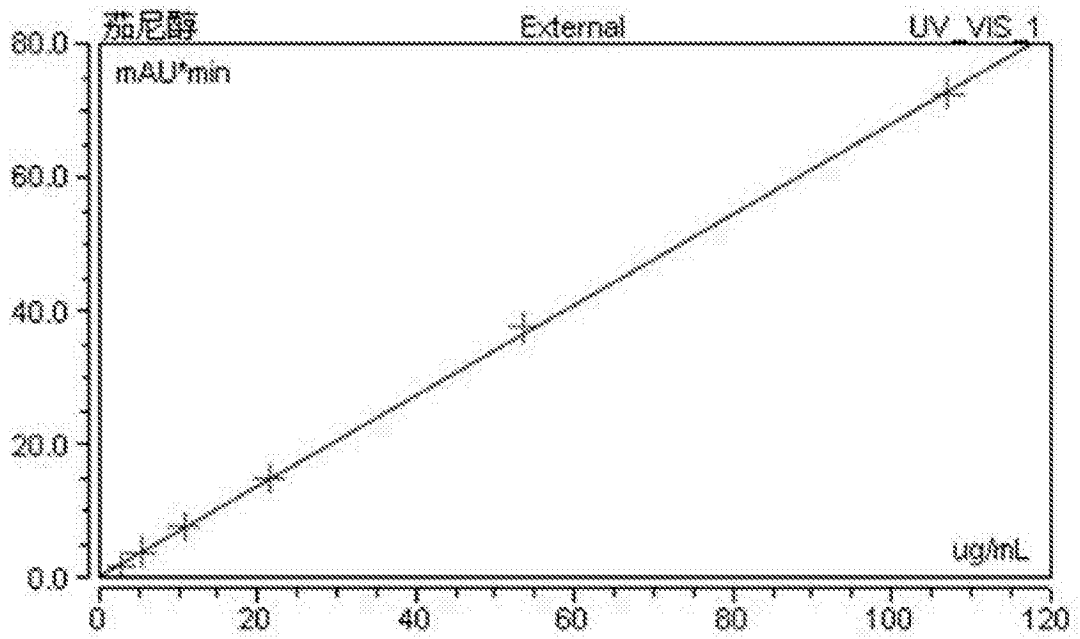


图4

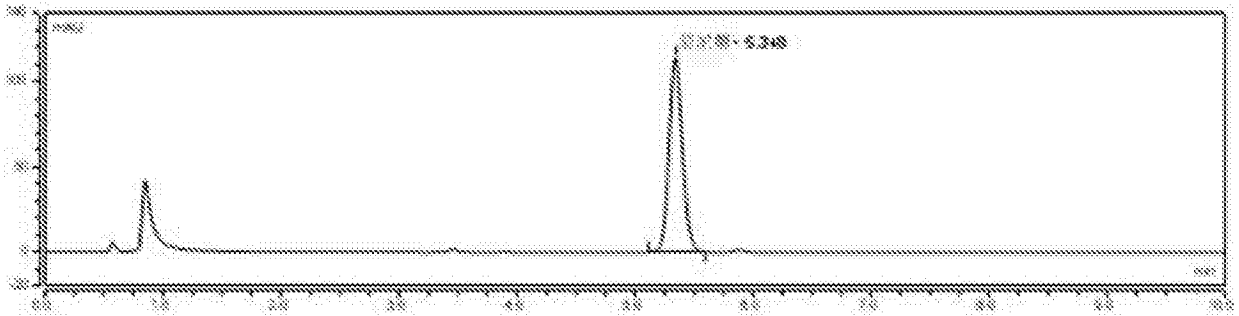


图5

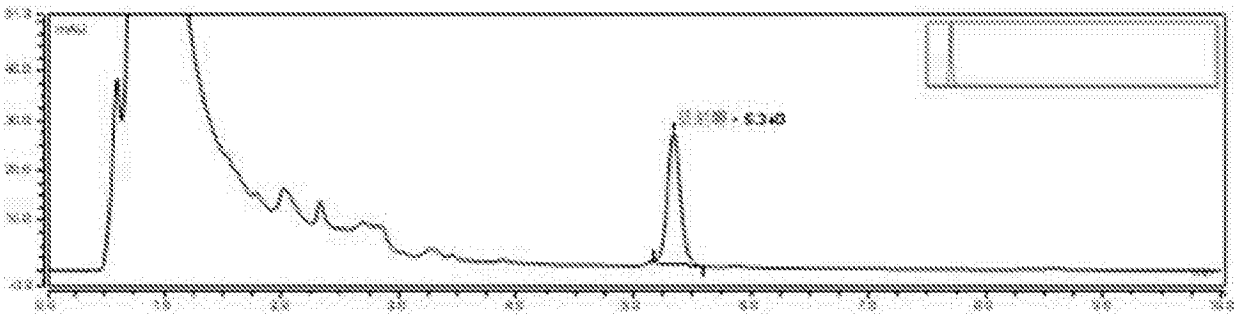


图6

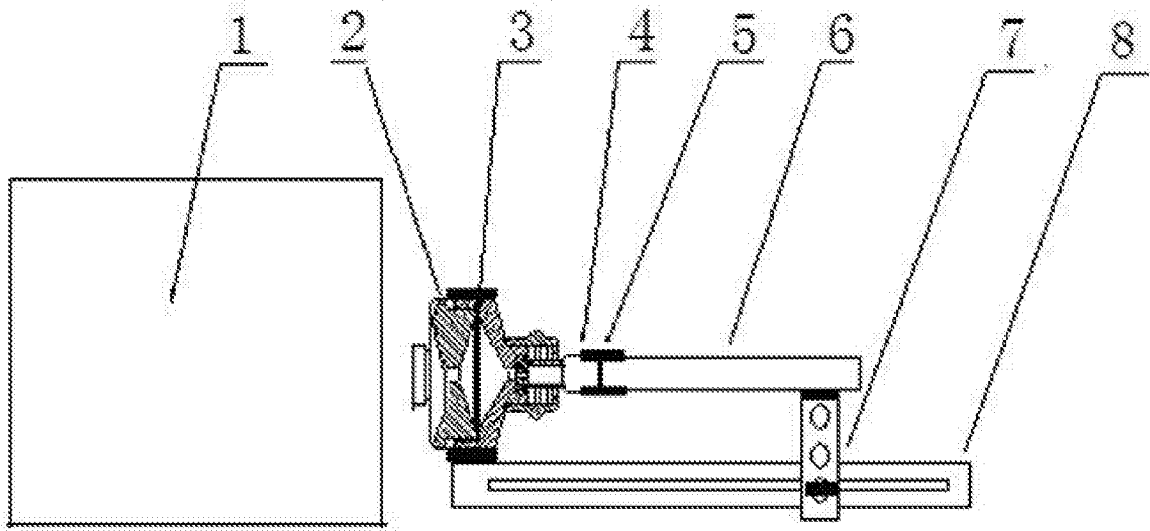


图7