

电子雾化液 烟碱（尼古丁）的测定

气相色谱法

林露西

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 样品经气相色谱仪分离, FID 检测器检测, 以保留时间定性, 内标法定量。

关键词: 电子雾化液; 尼古丁; 气相色谱法

1 检测方法

参考标准 T/CECC 002-2021《电子烟雾化液安全规范》附录 E(规范性) 电子烟雾化液烟碱(尼古丁)的测定

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 标准溶液: 异丙醇中的烟碱, 1000mg/L

2.1.2 溶剂: 异丙醇, 分析纯

2.1.3 载气: 高纯氮, 纯度 99.999%

2.1.4 燃烧气: 氢气, 纯度 99.999%

2.1.5 助燃气: 空气, 经气体净化器

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/60m*0.25mm*0.25 μ m

2.2.3 一般实验常用仪器。

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

3.1.1 内标储备液的配制

准确称取 0.1354g 正十七烷置于 25mL 容量瓶中, 用异丙醇定容至刻度线, 摇匀, 配制成浓度为 5416 mg/L 的内标储备液。

3.1.2 混合标准工作溶液

3.1.2.1 I级混合标准溶液

准确移取 500 μ L 标准溶液 (3.1.2) 于样品瓶中, 再加入 500 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 500 mg/L 的I级标准溶液。取出 500 μ L I级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.1.2.2 II级混合标准溶液

准确移取 400 μ L I级标准溶液 (3.1.2.1) 于样品瓶中, 再加入 600 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 200 mg/L 的II级标准溶液。取出 500 μ L II级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.1.2.3 III级混合标准溶液

准确移取 500 μ L II级标准溶液 (3.1.2.2) 于样品瓶中, 再加入 500 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 100 mg/L 的III级标准溶液。取出 500 μ L III级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.1.2.4 IV级混合标准溶液

准确移取 500 μ L III级标准溶液 (3.1.2.3) 于样品瓶中, 再加入 500 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 50 mg/L 的IV级标准溶液。取出 500 μ L IV级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.1.2.5 V级混合标准溶液

准确移取 400 μ L IV级标准溶液 (3.1.2.4) 于样品瓶中, 再加入 600 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 20 mg/L 的V级标准溶液。取出 500 μ L V级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.1.2.6 VI级混合标准溶液

准确移取 500 μ L V级标准溶液 (3.1.2.5) 于样品瓶中, 再加入 500 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 10 mg/L 的VI级标准溶液。取出 500 μ L VI级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.1.2.7 VII级混合标准溶液

准确移取 0 μ L VI级标准溶液 (3.1.2.6) 于样品瓶中, 再加入 1000 μ L 异丙醇稀释定容, 配制浓度为 0 mg/L 的VII级标准溶液。取出 500 μ L VII级标准溶液, 加入 5 μ L 内标储备液 (3.1.1), 混合摇匀, 待测。

3.2 试样的制备

称取样品 40 μ L 于样品瓶中, 加入 10 μ L 内标储备液 (3.1.1), 加入 950 μ L 异丙醇稀释定容, 混匀。

4 测定

4.1 色谱条件

4.1.1 进样口温度：280°C；

4.1.2 柱箱：160°C保持 9min，以 10°C/min 升至 240°C，保持 20min。

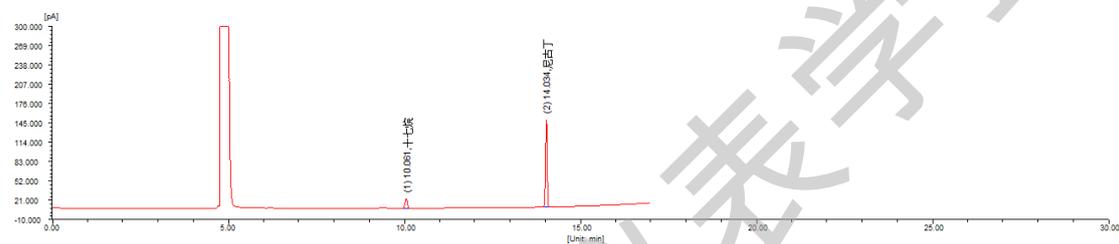
4.1.3 检测器温度：250°C；

4.1.4 柱流量：1mL/min；

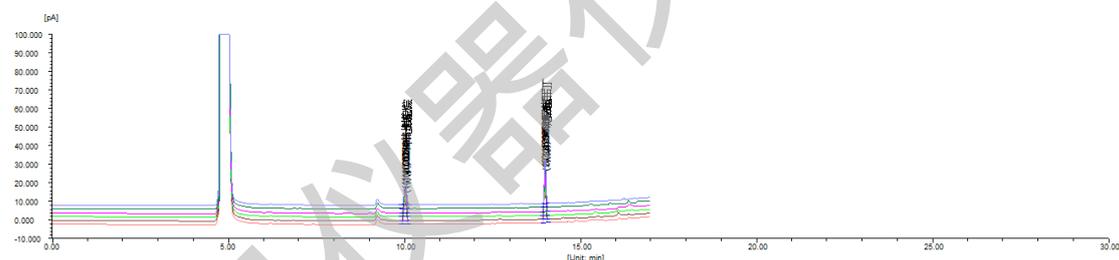
4.1.5 进样方式：分流进样；分流比 10: 1；

4.1.6 进样量：1 μL。

4.2 标准溶液典型谱图（I级混合标准溶液）

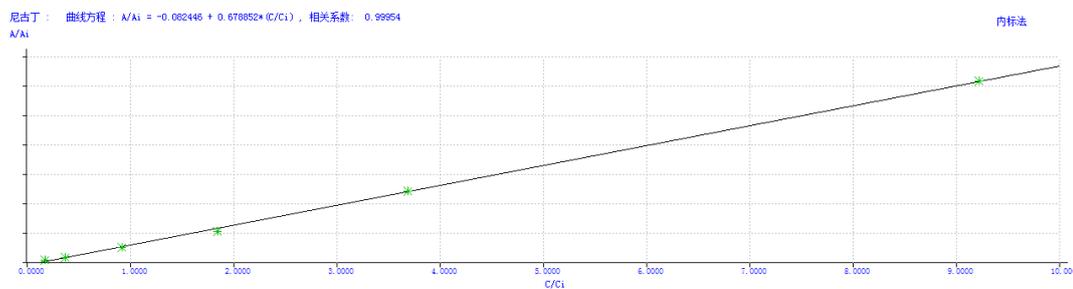


4.3 标准溶液六针重复性谱图及结果（III级混合标准溶液）



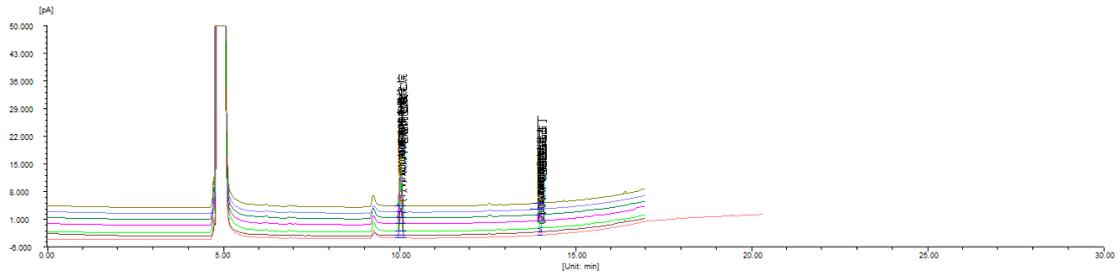
峰序	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD%	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	谱图数
1	尼古丁	13.993	0.036	81950.6	2.0220	24649.5	1.9939	6

4.4 标准曲线



4.5 检出限

4.5.1 标准溶液七针重复性谱图（VI级混合标准溶液）

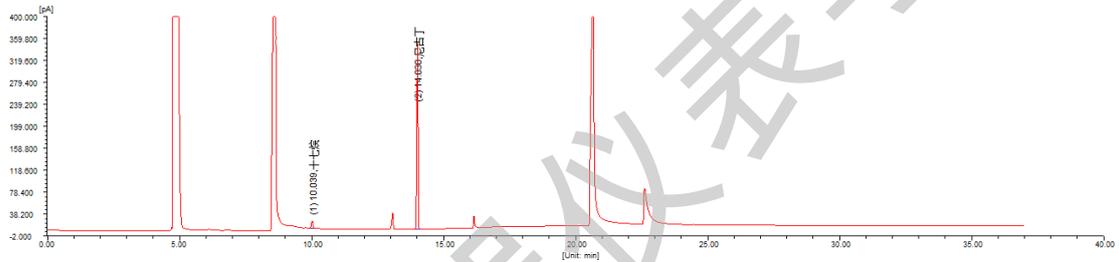


4.5.2 检出限结果

组分名	含量 [mg/mL]	检出限 [mg/mL]	定量限 [mg/mL]						
尼古丁	0.3606	0.3716	0.3522	0.3449	0.3330	0.3252	0.3606	0.0542	0.2169

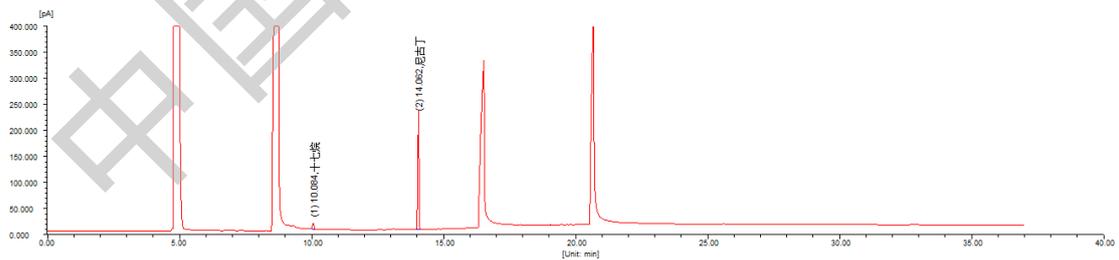
4.6 样品谱图及结果

4.6.1 坚果样品谱图及结果



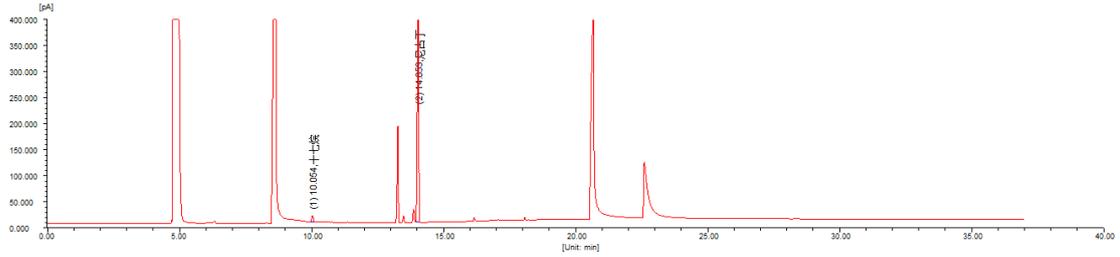
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/mL]	平均含量[mg/mL]
尼古丁	14.032	1005721.0	32.7010	32.8282
	14.030	1031229.2	32.9553	

4.6.2 咖啡样品谱图及结果



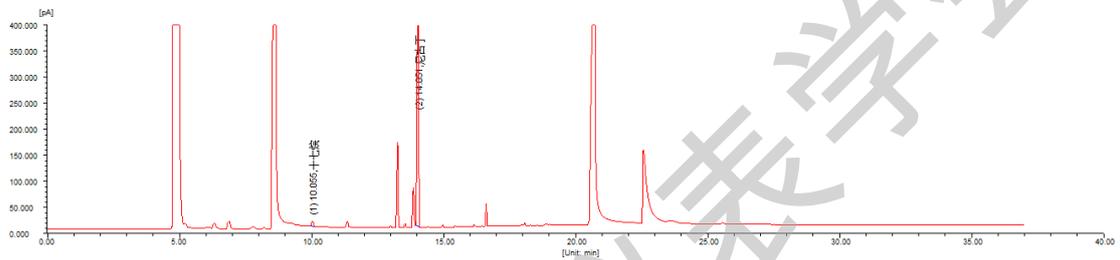
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/mL]	平均含量[mg/mL]
尼古丁	14.062	708415.7	23.3641	23.4082
	14.045	721229.3	23.4522	

4.6.3 樱桃石榴坚果样品谱图及结果



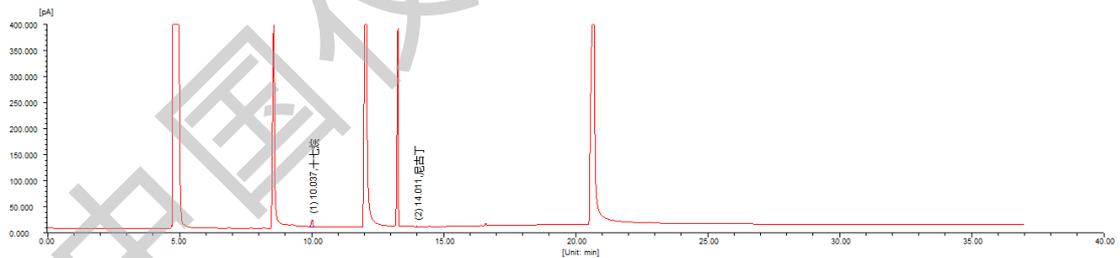
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/mL]	平均含量[mg/mL]
尼古丁	14.056	1705937.6	55.0282	55.0451
	14.057	1711917.7	55.0619	

4.6.4 蓝莓树莓样品谱图及结果



组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/mL]	平均含量[mg/mL]
尼古丁	14.051	2256810.2	68.9825	68.7573
	14.056	2279474.9	68.5320	

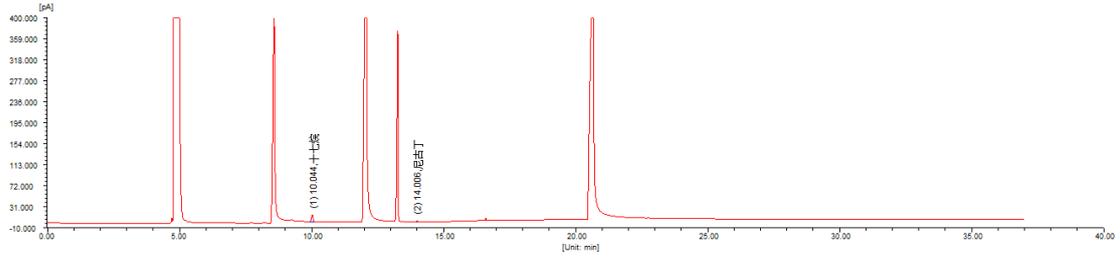
4.6.5 雪梨样品谱图及结果



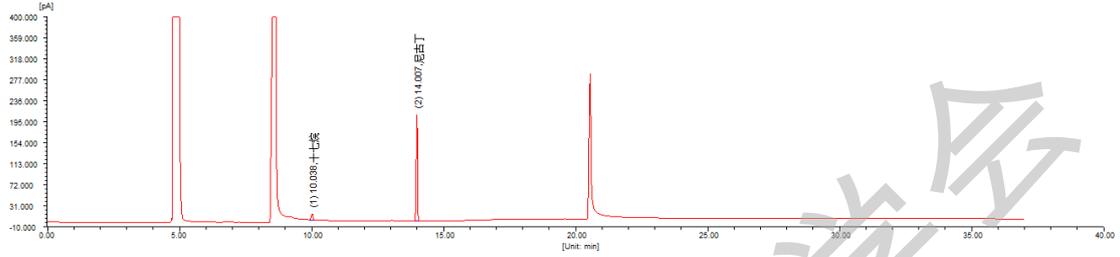
组分名	保留时间[min]	峰面积[fA*s]	含量[mg/mL]	平均含量[mg/mL]
尼古丁	14.011	319.8	0.1744	0.1739
	14.020	286.9	0.1734	

4.7 回收率测定

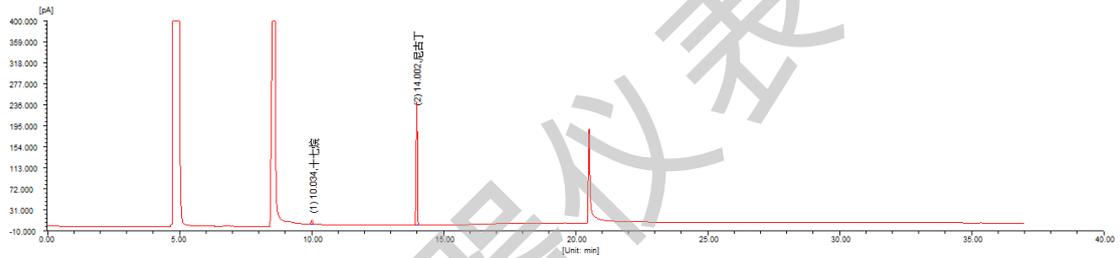
4.7.1 雪梨样品加标典型谱图（尼古丁：0.25 mg/mL）



4.7.2 咖啡样品加标典型谱图（尼古丁：2.5mg/mL）



4.7.3 咖啡样品加标典型谱图（尼古丁：12.5mg/mL）



4.7.4 回收率数据汇总表

样品种类	样品中平均含量 [mg/mL]		加标浓度 [mg/L]	测定值 (mg/L)	加标回收率 (%)	加标回收率范围 (%)
雪梨	尼古丁	0.1739	0.25	0.3949	93.16	93.16-96.65
				0.4097	96.65	
				0.4080	96.25	
咖啡	尼古丁	23.4082	2.5	21.4160	82.66	82.60-83.15
				21.3996	82.60	
				21.5434	83.15	
样品种类	样品中平均含量 [mg/mL]		加标浓度 [mg/L]	测定值 (mg/L)	加标回收率 (%)	加标回收率范围 (%)
咖啡	尼古丁	23.4082	12.5	33.0713	92.10	92.10-92.19
				33.1024	92.19	

				33.0960	92.17	
--	--	--	--	---------	-------	--

4.8 实验结果

方法评价						
组分名	保留时间 (min)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/L)	峰面积 RSD%	线性相关系 数	加标回收率 %
尼古丁	13.993	0.0542	0.2169	2.0220	0.99954	82.60-96.65

中国仪器仪表教学网