

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。

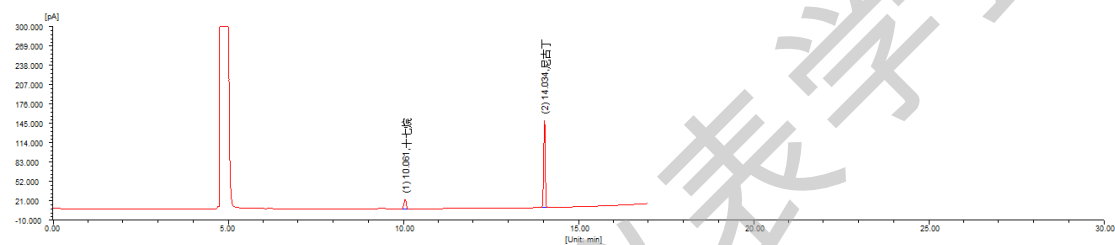
4.1.3 检测器温度：250°C；

4.1.4 柱流量：1mL/min；

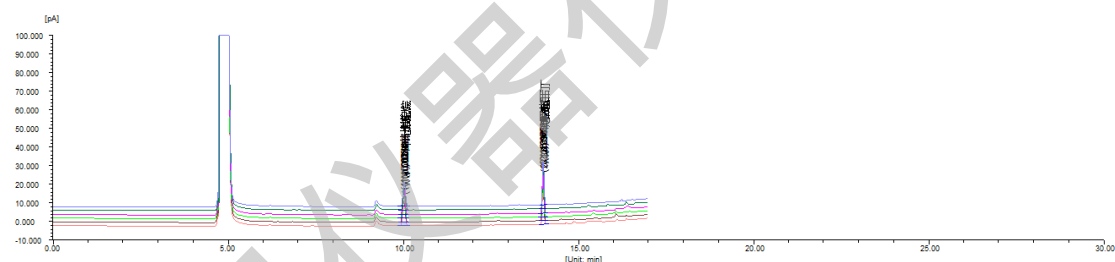
4.1.5 进样方式：分流进样；分流比 10: 1；

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）

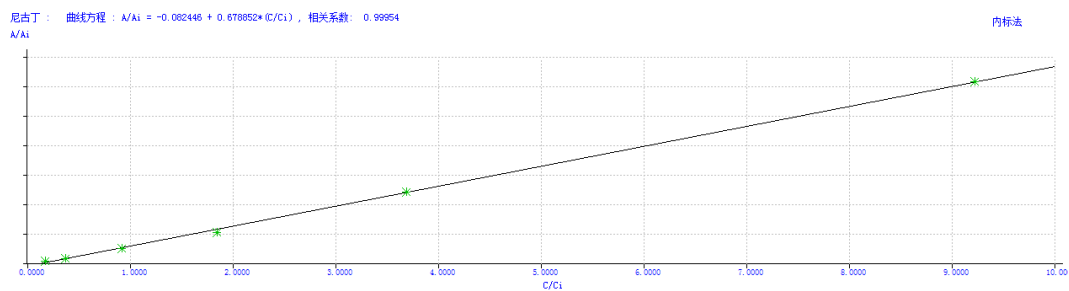


4.3 标准溶液六针重复性谱图及结果（III级混合标准溶液）



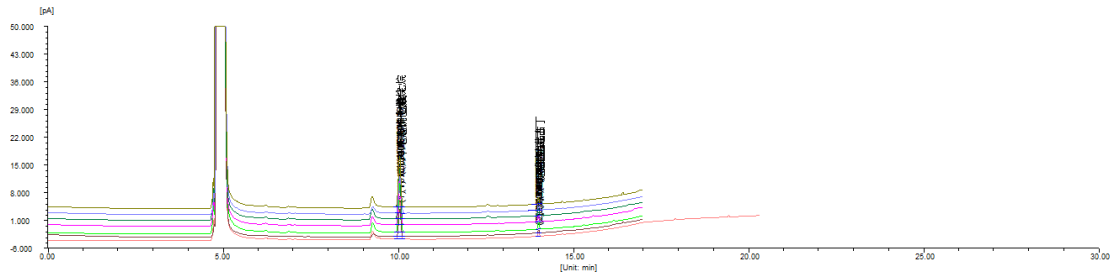
| 峰序 | 组分名 | 平均时间 [min] | 时间 RSD% | 平均面积 [fA*s] | 面积 RSD% | 平均峰高 [fA] | 峰高 RSD% | 谱图数 |
|----|-----|------------|---------|-------------|---------|-----------|---------|-----|
| 1 | 尼古丁 | 13.993 | 0.036 | 81950.6 | 2.0220 | 24649.5 | 1.9939 | 6 |

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）

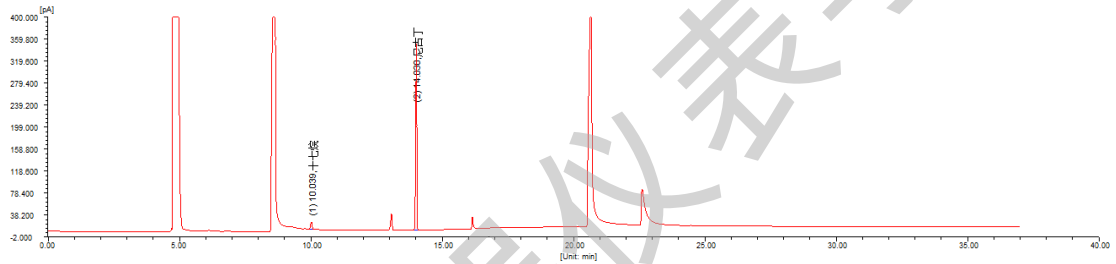


4.5.2 检出限结果

| 组分名 | 含量 [mg/mL] | 含量 [mg/mL] | 含量 [mg/mL] | 含量 [mg/mL] | 含量 [mg/mL] | 含量 [mg/mL] | 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 |

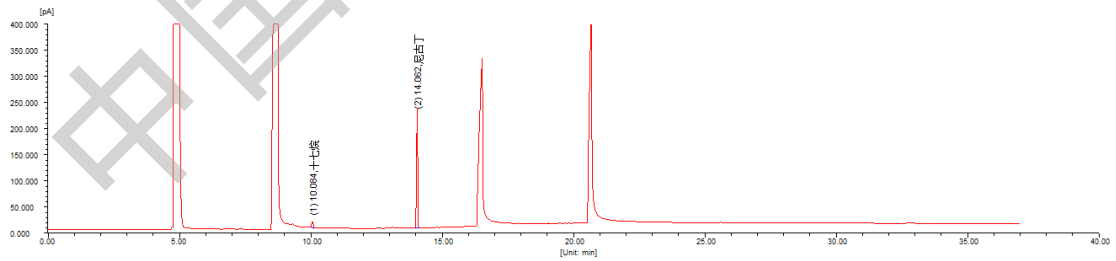
4.6 样品谱图及结果

4.6.1 坚果样品谱图及结果



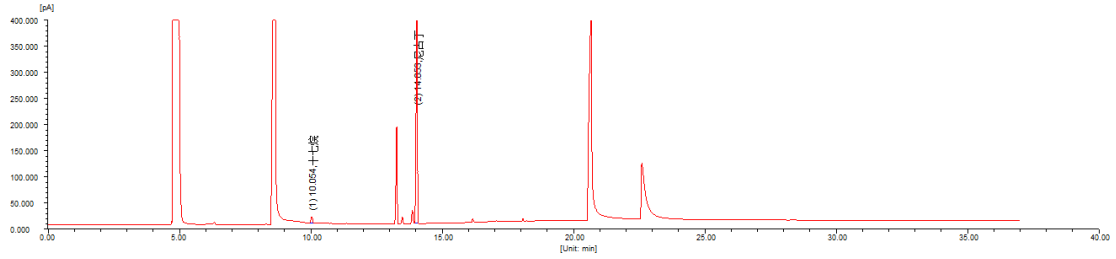
| 组分名 | 保留时间[min] | 峰面积[fA*s] | 含量[mg/mL] | 平均含量[mg/mL] |
|-----|-----------|-----------|-----------|-------------|
| 尼古丁 | 14.032 | 1005721.0 | 32.7010 | 32.8282 |
| | 14.030 | 1031229.2 | 32.9553 | |

4.6.2 咖啡样品谱图及结果



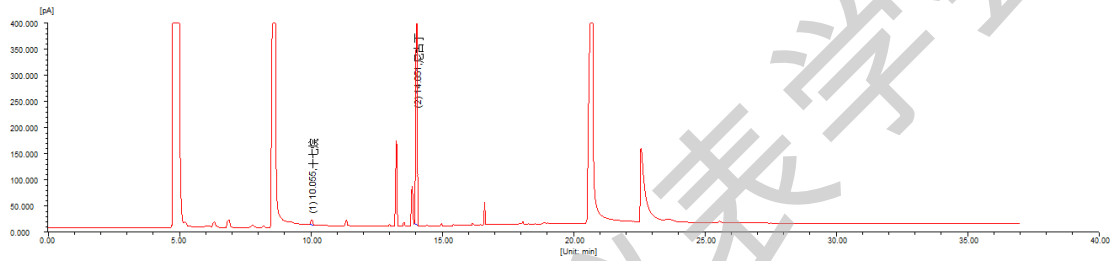
| 组分名 | 保留时间[min] | 峰面积[fA*s] | 含量[mg/mL] | 平均含量[mg/mL] |
|-----|-----------|-----------|-----------|-------------|
| 尼古丁 | 14.062 | 708415.7 | 23.3641 | 23.4082 |
| | 14.045 | 721229.3 | 23.4522 | |

4.6.3 樱桃石榴坚果样品谱图及结果



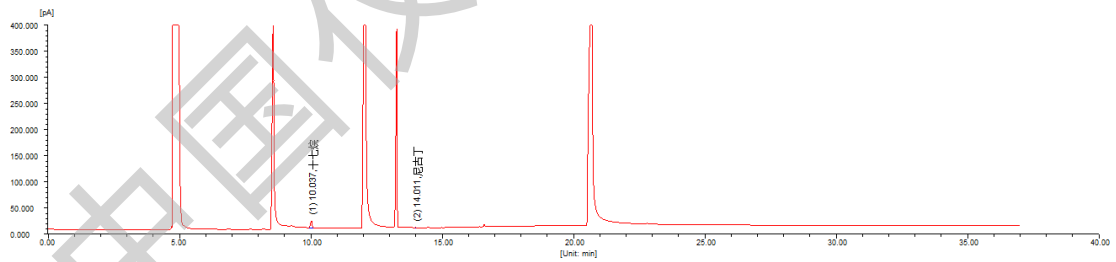
| 组分名 | 保留时间[min] | 峰面积[fA*s] | 含量[mg/mL] | 平均含量[mg/mL] |
|-----|-----------|-----------|-----------|-------------|
| 尼古丁 | 14.056 | 1705937.6 | 55.0282 | 55.0451 |
| | 14.057 | 1711917.7 | 55.0619 | |

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 | |

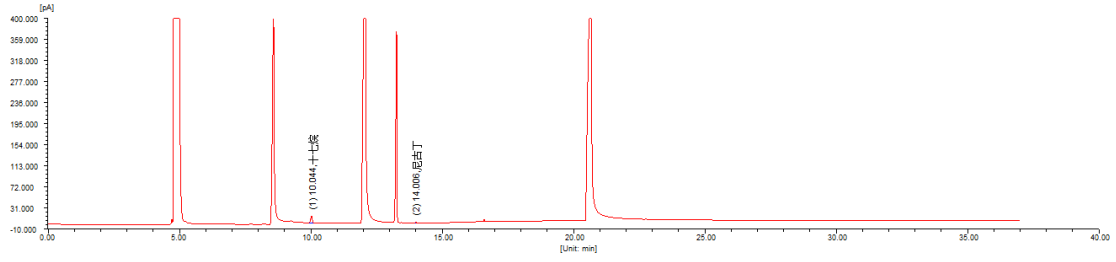
4.6.5 雪梨样品谱图及结果



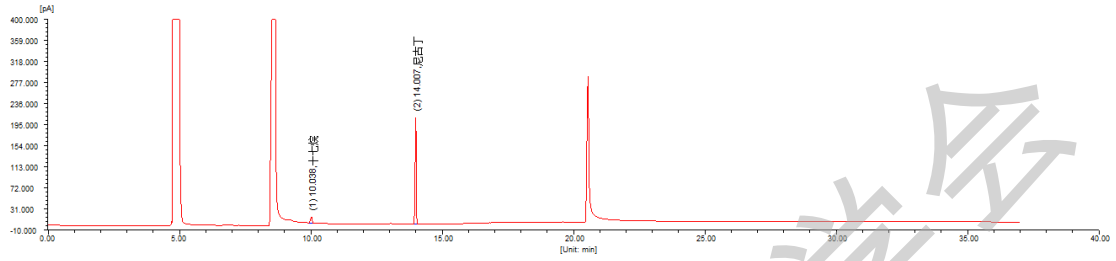
| 组分名 | 保留时间[min] | 峰面积[fA*s] | 含量[mg/mL] | 平均含量[mg/mL] |
|-----|-----------|-----------|-----------|-------------|
| 尼古丁 | 14.011 | 319.8 | 0.1744 | 0.1739 |
| | 14.020 | 286.9 | 0.1734 | |

4.7 回收率测定

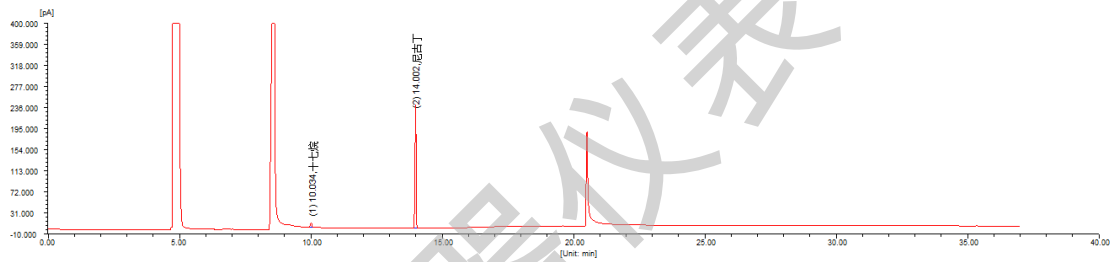
4.7.1 雪梨样品加标典型谱图（尼古丁：0.25 mg/mL）



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