

烟酮的气相色谱分析法

张浩

(东莞市鸿馥生物科技有限公司, 广东东莞 523000)

摘要: 采用气相色谱仪 GC-FID、HP-5 毛细柱对烟酮含量进行分析, 在设定的气相色谱条件下烟酮的检出限为 0.04mg/g, 线性范围为 0.2mg/g-10mg/g, 方法回收率为 96.6%-106.2%, 精密度重复性 RSD 为 0.39%-3.14% (n=6)。该检测方法使用外标法进行定量处理, 方法准确度和检测灵敏度比较高, 测试稳定, 样品用量少, 前处理过程比较简单易操作, 可满足生产企业或实验室测定烟酮含量的要求。

关键词: 烟酮的测定; 气相色谱法; 外标法定量

Gas Chromatographic Analysis of Nicotinone

Zhang Hao

(Dongguan Hongfuli Biotechnology Co., Ltd., Dongguan, Guangdong 523000, China)

Abstract: The content of nicotine was analyzed by GC-FID and HP-5 capillary column. The detection limit of nicotine was 0.04mg/g at the set gas chromatographic conditions, the linear range was 0.2mg/g-10mg/g, the recovery rate was 96.6%-106.2%, and the repeatability (RSD) was 0.39%-3.14% (n=6). The detection method uses the external standard method for quantitative treatment, and the accuracy and sensitivity of the method are high. The test is stable, the sample amount is small, the pretreatment process is simple and easy to operate, and it can meet the requirements of production enterprises or laboratories to determine the content of nicotine.

Keywords: Determination of nicotine; Gas chromatography method; External standard quantitative method.

烟酮, 存在于烟叶中, 具有咖啡香气, 气味芳香, 可用于新型食用和香烟用香料, 在食品、香烟、饮料和糖果生产中, 加入极少量烟酮, 能得到很好的增香效果, 产品味道宜人^[1]。用它做烟用香精和食品香精是不可多得的主香, 低档香精加入它可提高档次, 直接用于烤烟加香, 增香效果明显, 能卓见成效地提高烤烟的质量。此外, 还可用于配制蜜味、桔子、橙子、菠萝等系列食用香精^[2]。虽然烟酮以添加剂的形式存在于我们生活当中, 但是对于烟

酮的摄入量我们也需要适当的控制，因此食品中烟酮含量的检测也必不可少。如规定要达到20mg/g 以上或更高，甚至有些经销商需要烟酮含量的检测报告^[3]。

1 实验部分

以下则是根据烟酮的物理化学性质建立的方法气相色谱法（GC-FID）来测定食品添加剂中烟酮的含量，具体内容则分步骤来介绍食品添加剂中烟酮含量测试方法。

1.1 仪器与试剂

8860 气相色谱仪，配有氢离子火焰检测器（FID）（安捷伦科技有限公司）；AUY120 万分之一天平（岛津公司）；20 μ L-200 μ L、0.1mL-1mL 的可调式移液器（普兰德）。乙醇，色谱纯；烟酮标准品，称取 0.1000g 烟酮标准品，用乙醇配制成 10mg/L 的储备液。

1.2 检测色谱条件

色谱柱：HP-5 弹性石英毛细管柱(30m*0.32mm*0.25 μ m)；载气为氮气，流量 1.2mL/min；进样量 1 μ L；进样口温度 240 $^{\circ}$ C；进样方式：分流进样，分流比：50:1；初始温度 70 $^{\circ}$ C，保持 6min；以 30 $^{\circ}$ C/min，升温至 250 $^{\circ}$ C，保持 3min；检测器温度 250 $^{\circ}$ C，氢气流量 45mL/min，空气流量 400mL/min，尾吹起流量 20mL/min。

1.3 试验方法

称取样品 0.5000g，使用色谱纯级乙醇进行溶解稀释定容 10mL，然后再将样品溶液放置在振荡器上振荡混匀后，取样品溶液于样品瓶中，按照色谱条件，上机进行分析。

1.4 标准曲线溶液的配制

分别移取浓度为 10mg/mL 储备液 0.02mL、0.05mL、0.1mL、0.2mL、0.5mL 至 10mL 的容量瓶中，用乙醇稀释定容至刻度线，得到校正曲线的浓度分别是 0.02mg/mL、0.05mg/mL、0.1mg/mL、0.2mg/mL、0.5mg/mL；然后再移取浓度为 0.5mg/mL 的校正曲线溶液 0.2mL 至 10mL 的容量瓶中，用乙醇定容，得到的浓度为 0.01mg/mL；至此完成浓度为 0.01mg/mL、0.02mg/mL、0.05mg/mL、0.1mg/mL、0.2mg/mL、0.5mg/mL 的曲线校正系列标准溶液。

2 检测方法的研究

2.1 最佳测试条件的确定

根据烟酮的物理化学性质，通过改变色谱柱的初始温度温、升温速率、进样口的温度、检测器温度、以及检测器燃烧、助燃气体的流量等色谱条件，为保证较好分离的前提下，缩短色谱升温程序的时间，确定色谱分析最佳条件，经确定再 9.498min 出峰，如图所示。

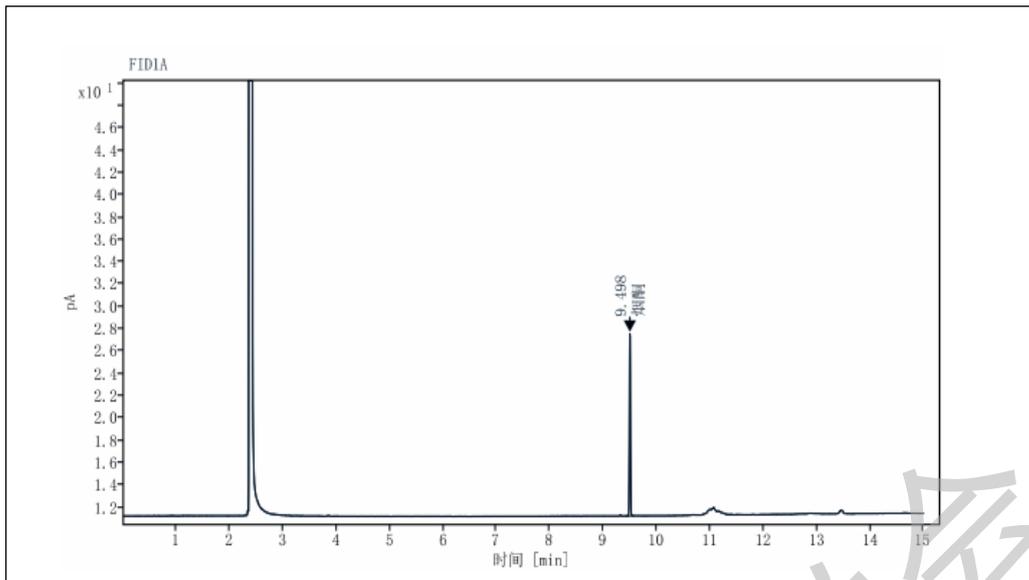


图 1 烟酮出峰色谱图

Figure 1. Chromatogram of nicotinone peak output

2.2 烟酮检测线性范围及检出限

通过以上的色谱条件对检测标准曲线浓度 0.01mg/mL、0.02mg/mL、0.05mg/mL、0.1mg/mL、0.2mg/mL、0.5mg/mL 进行测试, 在这个浓度范围内具有良好的线性, 以样品浓度做为横坐标, 对应浓度的响应值做为纵坐标绘制曲线, 外标法定量, 其线性方程为 $Y=235.1969X-0.5149$, 线性相关系数 $R^2=0.99959$ 。通过对样品进行添加标准测试, 当添加标准的最小浓度为 0.04mg/g 时的信噪比为 $S/N \geq 3$, 得出方法的检出限为 0.04mg/g。

2.3 烟酮检测精密度和回收率的测定

分别对烟酮进行按 3 个不同浓度水平的加标回收试验, 每个浓度水平分别平行测定 6 次, 利用外标法进行定量, 具体测试数据如下表所示。

表 1 精密度和加标回收率实验结果 (n=6)

Table 1 Results of precision test and standard recovery(n=6)

测试次数	低浓度		中浓度		高浓度	
	含量 (mg/kg)	回收率 (%)	含量 (mg/kg)	回收率 (%)	含量 (mg/kg)	回收率 (%)
1	0.042	104.9	1.024	102.4	4.012	100.3
2	0.041	102.8	1.026	102.6	3.994	99.9
3	0.041	102.1	1.050	105.0	3.992	99.8
4	0.039	97.8	0.996	99.6	3.971	99.3

5	0.041	102.3	0.998	99.8	3.980	99.5
6	0.039	96.6	1.062	106.2	3.973	99.3
平均值	0.0404	101.1	1.026	102.6	3.987	99.7
相对标准偏差(%)	3.14		2.59		0.39	

3 结论

通过对烟酮进行不同浓度水平的加标试验, 经过平行重复性的测试, 具有很好的精密度测试结果的相对标准偏差 $\leq 5\%$ 满足标准要求, 验证烟酮加标样, 对其加标回收率进行处理, 其在样品中也具有很好的加标回收率加标回收率在 96.6%-106.2 满足加标回收率的要求, 因此此方法可以用于烟酮含量的检测。

参考文献:

- [1]胡旺云,毛义沅,王乐.一些新型原料在卷烟加香加料配方设计上的应用[J],烟草科技,1997,41(1):32-33.
- [2]新技术新产品,民营科技,1998, 06(02):43-45.
- [3]李素平,高建宏.气相色谱法测定电子烟烟液中烟酮的含量[J],理化检验(化学分册),2014,50(12):1547-1549