

GC 法测定卷烟中乳酸含量

GC-076

摘要：本文利用岛津 GC-2014C 气相色谱仪，建立了卷烟烟丝中乳酸含量的内标测定方法。该方法在 0.01~0.2 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性关系良好，相关系数 r 为 0.9999，平均价标回收率为 94.95%，浓度为 0.01 mg/mL 乳酸标准溶液平行进样 6 针，峰面积比值的 RSD 为 4.28%。

关键词：气相色谱仪 卷烟 乳酸

乳酸，分子结构中含有一个不对称碳原子，具有“旋光性”，按其构型及旋光性可分为 L-乳酸和 D-乳酸，L-乳酸因可被人体及多数生物所降解，被广泛应用于食品、医药及化工领域。乳酸能有效降低卷烟烟气的 PH，提高凝聚性，改善吸味，是一种优良的烟味添加剂，乳酸及乳酸盐还是很好的卷烟保润剂。目前，关于烟草中乳

酸的定量方法主要有高效液相色谱法、气相色谱质谱联用方法。

本文应用岛津气相色谱仪 GC-2014C，以三甲基氢氧化硫为甲酯化试剂进行了乳酸定量实验，建立了卷烟中乳酸含量测定的气相色谱方法，此方法操作简单，定量准确，可用于卷烟中乳酸含量的定量测定。

实验部分

1.1 仪器配置

GC-2014C 气相色谱仪

1.2 实验条件

GC 参数：

进样口温度：200°C

进样量：1 μ L

进样方式：分流进样

分流比：5:1

载气：氦气

载气流量：1.10 mL/min

色谱柱：Stabilwax-DA，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

柱温程序：60°C (1 min)_10°C/min_150°C_30°C/min_220°C (2 min)

检测器：FID

检测器温度：240°C

氢气：40 mL/min

空气：400 mL/min

尾吹气：30 mL/min

1.3 样品制备

1.3.1 乳酸标准溶液配制

称取 0.1 g 乳酸置于 100 mL 容量瓶中，加入异丙醇萃取溶液（0.3 mL/L 正戊醇，内标，下同），配置成浓度为 1 mg/mL 标准溶液，并依次用异丙醇萃取溶剂稀释到 0.05、0.1、0.25、0.5 mg/mL 的系列浓度。

1.3.2 乳酸标准溶液衍生

取各个浓度标准样品 100 μ L 到 1.5 mL 样品瓶中，加入 400 μ L 衍生剂（2.5 mol/L 三甲基氢氧化硫甲醇溶液），在室温下反应 60 min，进 GCMS 分析。

1.3.3 样品处理方法

取 5 支烟的烟丝放入到 50 mL 具塞三角瓶中，加入 30 mL 异丙醇萃取溶剂，超声提取 60 min，取上清液 100 μ L 到 1.5 mL 样品瓶中，加入 400 μ L 衍生剂（2.5 mol/L 三甲基氢氧化硫甲醇溶液），在室温下反应 60 min，进 GCMS 分析。

结果讨论

2.1 标准谱图

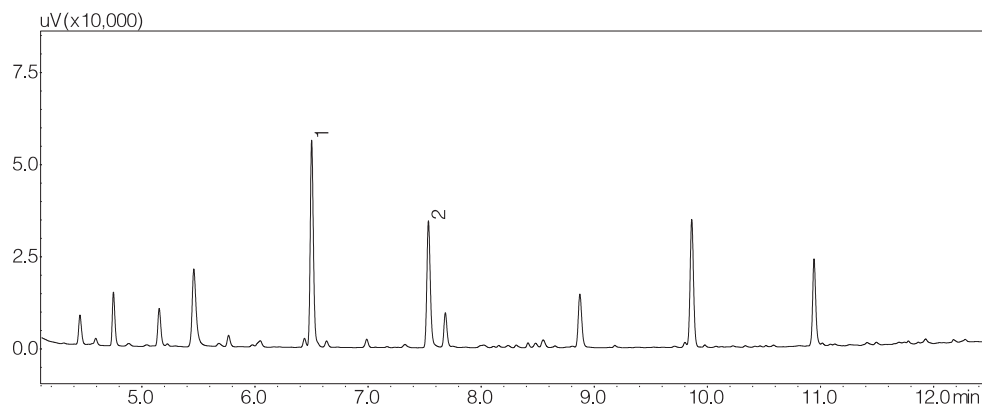


图1 乳酸标液衍生后色谱图(乳酸:0.2 mg/mL; 内标: 正戊醇)

表1 组分保留时间、中英文名称、CAS号

No.	名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)
1	正戊醇	1-Pentanol	71-41-0	6.502
2	乳酸	Lactic acid	50-21-5	7.534

2.2 标准曲线

分析经过衍生处理的浓度为 0.01、0.02、0.05、0.1、0.2 mg/mL 的乳酸标准标液，以面积比为横坐标，浓度比为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以 0.01 mg/mL 标准溶液响应值，按照 3 倍信噪比计算仪器检出限，结果如表 2 所示。

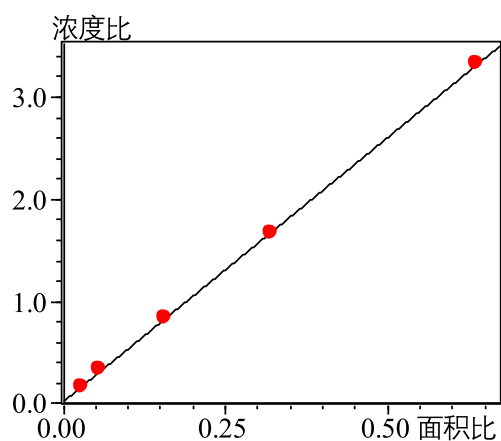


图2 乳酸标准曲线

表2 线性相关系数及检出限

No.	组分名称	相关系数	检出限($\mu\text{g/mL}$)
1	乳酸	0.9999	0.5

2.3 重复性实验

以浓度为 0.01 mg/mL 的乳酸标准样品，重复进样 6 针，结果如表 3 所示。

表 3 乳酸正戊醇面积比重复性结果 (n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	乳酸	0.030	0.031	0.029	0.028	0.028	0.028	0.029	4.28

2.4 样品及回收率实验

选取某种品牌卷烟进行测定及回收率实验，样品加标浓度为 1.5 mg/支，按照样品前处理方法平行处理 3 份，进样分析，卷烟样品测定结果（图 3）和加标回收率见表 4。

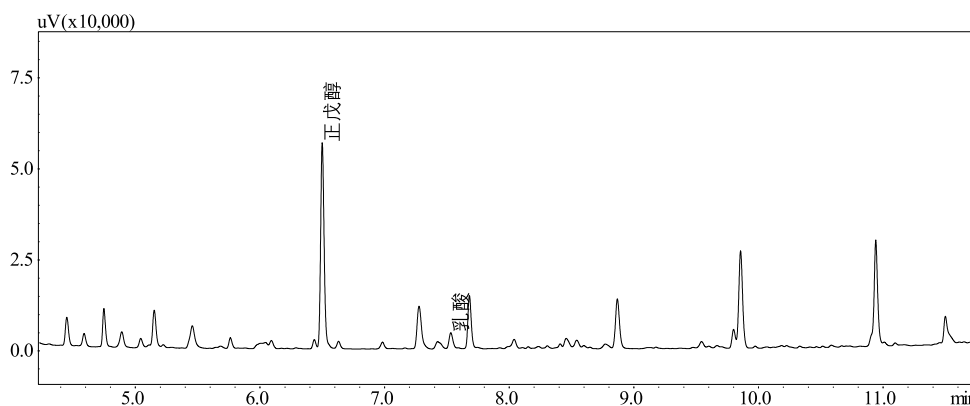


图3 卷烟样品色谱图

表 4 样品检测结果及加标回收率

No.	组分名称	卷烟	样品加标浓度		
		检测结果 mg/支	回收率%	平均回收率%	RSD%(n=3)
1	乳酸	0.914	97 97.76 90.1	94.95	2.68

结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014C 分析卷烟中乳酸含量，在 0.01~0.2 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好，以 0.01 mg/mL 烟碱标准溶液平行进样 6 针，乳酸与内标物质正戊醇峰面积比值的 RSD 分别为 4.28%，该方法可用于卷烟中乳酸含量的测定。