

LC-30A 测定烟用添加剂中水杨酸的含量

LC-142

摘要：本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 测定烟用添加剂中水杨酸的方法。实验结果表明：在浓度范围 0.001 $\mu\text{g/mL}$ ~ 6 $\mu\text{g/mL}$ 内，校准曲线相关系数为 0.9999；进样量 10 μL 时，仪器检出限为 0.15 $\mu\text{g/L}$ ，定量限为 0.5 $\mu\text{g/L}$ 。标准品的保留时间和峰面积相对标准偏差分别为 0.026 % 和 0.172 %；样品平均加标回收率为 98.0%~103.2%。该方法简便快速，且易操作。

关键词：水杨酸烟用添加剂超高效液相色谱

水杨酸 (Salicylic acid) 是一种广泛存在于植物体内的酚酸类物质，具有提高抗病能力、调节生理进程、抗菌防腐等作用，在植物产品的加工、存储过程中，可能会被大量加入。人体摄入一定剂量后会引起呕吐、腹泻、腹痛等症状。所以水杨酸的使用在烟草行业受到密

切的监控。

本文参照烟草行业标准 YC/T 407-2011，采用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A，分析了烟用添加剂中的水杨酸，得到了令人满意的分析结果。

实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 二元高压梯度系统。具体配置为：LC-30AD 输液泵，DGU-20A5R 在线脱气机，SIL-30AC 自动进样器，CTO-30A 柱温箱，RF-20AXS 荧光检测器，CBM-20A 系统控制器，LabSolutions Ver. 5.60SP2 色谱工作站。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack XR-ODS II 2.0 mm I.D. \times 75 mm L., 2.2 μm

流动相：A：0.1 % 甲酸水溶液

B：0.1 % 甲酸乙腈溶液

流速：0.5 mL/min

进样体积：10 μL

柱温：35 $^{\circ}\text{C}$

检测波长：Ex=290 nm, Em = 400 nm

洗脱方式：梯度洗脱，洗脱程序如下：

时间	单元	操作	值
0.01	Pumps	B.Conc	15
1.50	Pumps	B.Conc	15
4.00	Pumps	B.Conc	30
4.50	Pumps	B.Conc	90
6.00	Pumps	B.Conc	90
6.50	Pumps	B.Conc	15
9.00	Controlle	Stop	

1.3 样品制备

1.3.1 标准溶液配制：

①标准储备溶液：准确称取 10.0 mg 的水杨酸标准品，用甲醇 + 水 (9+1) 的溶液定容于 250 mL 容量瓶，配成浓度为 40 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液，4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存。

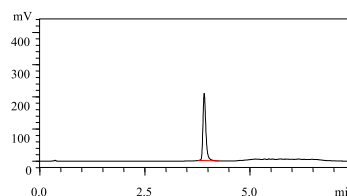
②标准工作溶液：准确移取适量的水杨酸标准储备溶液，用初始流动相稀释成标准工作溶液，浓度分别为 0.001 $\mu\text{g/mL}$ 、0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、6.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

1.3.2 样品前处理方法：参照 YC/T 407-2011

结果讨论

2.1 标准样品的色谱图

0.5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准样品色谱图如图 1 所示。保留时间为 3.911 min。



2.2 线性关系

将 8 个不同浓度的水杨酸标准工作溶液，按前述的分析条件进行测定。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，外标法制作校准曲线，结果如图 2 所示。标准曲线方程和相关系数结果见表 1。

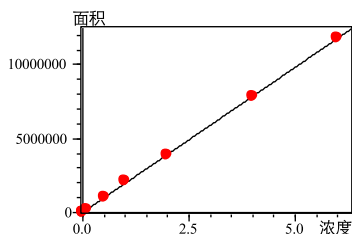


图2 水杨酸的标准工作曲线

表1 标准曲线方程

Y= aX+b	R
Y=1959910+23055	0.9999

2.3 检出限和定量限

根据标准曲线中的最低点 (0.001 μg/mL) 计算仪器的灵敏度，仪器检测限 (3 倍噪声计算)、定量限 (10 倍噪声计算) 分别为 0.15 μg/L 和 0.5 μg/L，色谱图如图 3 所示。

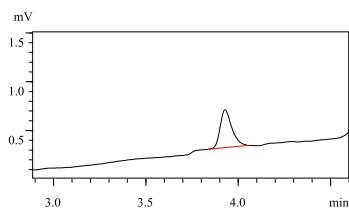


图3 标准溶液的色谱图 (0.001μg/mL)

2.4 精密度实验

取 2 μg/mL 的标准溶液，重复进样 6 次，目标化合物的保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.026 % 和 0.172 %，仪器精密度良好。

表2 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

样品编号	R.T.(min)	Area
1	3.907	3904536
2	3.910	3917439
3	3.908	3917965
4	3.908	3924783
5	3.907	3916376
6	3.906	3920162
平均	3.908	3916877
RSD%	0.026	0.172

2.5 精密度实验

按照上述方法处理烟草添加剂，上机测试，未检出水杨酸。在样品中添加标样，平行 5 次。样品色谱图如图 4 所示。样品加标色谱图如图 5 所示。基质加标回收结果如表 3 所示。

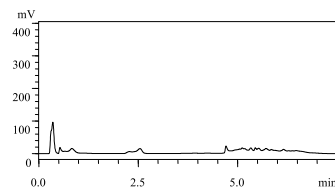


图4 空白样品的色谱图

表3 基质加标回收结果

添加浓度级别	加标量 (mg/kg)	平均回收率 (%)
1	2.5	98.0
2	12;5	98.2
3	50	103.2

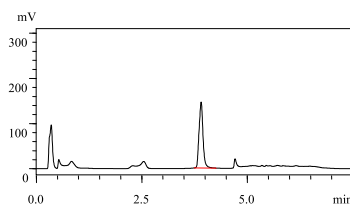


图5 加标样品的色谱图添加浓度为(12.5 mg/kg)

表4 水杨酸化合物信息表

中文名称	英文名称	CAS号
水杨酸	Salicylic acid	69-72-7

结论

本文建立了一种使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 测定烟用添加剂中水杨酸的方法。实验结果表明：方法的灵敏度、重复性及线性均良好，可以满足对此种物质的分析要求。