

# GC 法测定卷烟滤嘴中烟碱含量

GC-075

**摘要:** 本文利用岛津 GC-2014C 气相色谱仪, 参考烟草行业标准 YC/T 154-2001《卷烟 滤嘴中烟碱的测定气相色谱法》及国家标准 GB/T 23355-2009《卷烟 总粒相物中烟碱的测定 气相色谱法》, 建立了卷烟滤嘴中烟碱含量的内标测定方法。该方法在 0.005~0.5 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性关系良好, 线性相关系数  $r$  为 0.9999。以 0.005 mg/mL 烟碱标准溶液平行进样 6 针, 峰面积比值的 RSD 为 0.14%, 该方法满足滤嘴中烟碱检测的技术要求。

**关键词:** 气相色谱仪 卷烟 滤嘴 烟碱

烟碱, 又名尼古丁, 是一种无色至淡黄色透明油状液体, 是烟草中含氮生物碱的主要成分, 在烟叶中含量约为 1%~3%。在烟草中, 烟碱大部分是以有机酸结合成盐的状态存在。烟碱具有剧毒, 并且是引起烟草使用的主要药理因素, 即具有成瘾性。

卷烟滤嘴可以有效地截留烟气中部分有害成分, 其中包括尼古丁、多环芳烃、芳香胺、烟草特有的亚硝胺

等等。滤嘴的烟碱过滤效率是滤嘴的重要指标之一。目前, 我国国家标准 GB/T 23355-2009《卷烟 总粒相物中烟碱的测定 气相色谱法》及烟草行业标准 YC/T 154-2001《卷烟 滤嘴中烟碱的测定 气相色谱法》采用气相色谱法对卷烟总粒相物及滤嘴中的烟碱含量进行测定。

本文参考以上标准, 采用岛津 GC-2014C 气相色谱仪, 建立了卷烟滤嘴中烟碱含量的测定方法。

## 实验部分

### 1.1 仪器配置

GC-2014C 气相色谱仪

### 1.2 实验条件

进样口温度: 250°C

进样量: 1 $\mu$ L

分流进样, 分流比: 10:1

载气: 氦气

载气流量: 1.05 mL/min

色谱柱: Rtx-wax, 30m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m

柱温: 170°C

检测器: FID

检测器温度: 250°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 萃取试剂配制

萃取剂 (a): 称取正十七烷 0.5 g, 氢氧化钠 1 g, 放入 500 mL 容量瓶中, 加入异丙醇, 并定容至刻度。

萃取剂 (b): 量取 50 mL 萃取剂 (a), 50 mL 异丙醇, 混合均匀。

取上层液 3 mL 于预先加少许无水硫酸钠的带螺纹盖离心管中, 振荡后以不低于 4000 转 / 分钟离心, 此为试样测定液。

#### 1.3.2 烟碱标准溶液配制

量取浓度为 1 mg/mL 烟碱标准溶液 1 mL, 萃取剂 (a) 1 mL 混合均匀, 配置成 0.5 mg/mL 标准溶液, 并依次用萃取剂 (b) 稀释到 0.005、0.025、0.05、0.1、0.2 mg/mL 浓度。

#### 1.3.3 样品处理方法

按照 YC/T 29 规定抽取卷烟。取下烟蒂, 去除烟蒂上的烟草柱体, 切开滤嘴, 每 5 支放入 100mL 具塞锥形瓶中, 超声提取 60 min, 取滤液过膜后 GC 分析。

## 结果讨论

### 2.1 标准谱图

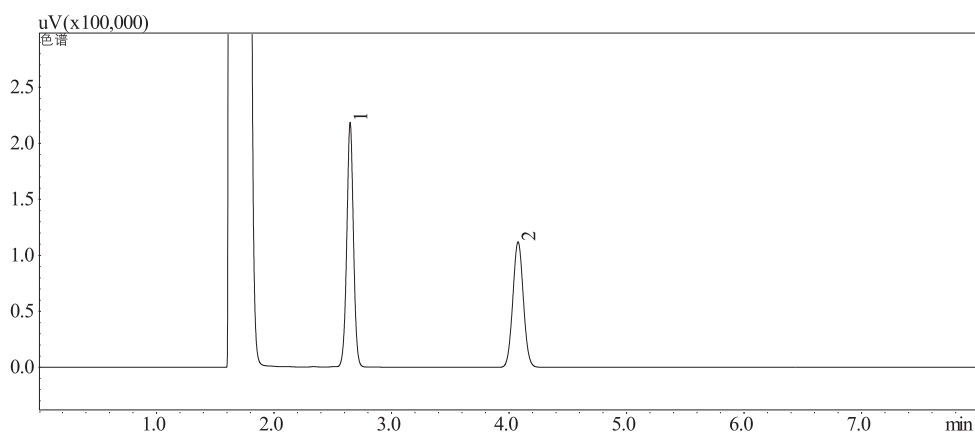


图1 烟碱标准谱图(烟碱: 0.5 mg/mL; 内标: 正十七烷)

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	正十七烷	n-Heptadecane	629-78-7	2.661
2	烟碱	Nicotine	54-11-5	4.086

### 2.2 标准曲线

分析浓度为 0.005、0.025、0.05、0.1、0.2 和 0.5 mg/mL 的烟碱标准溶液，以面积比为横坐标，浓度比为纵坐标，制作标准曲线，见图 2。以浓度为 0.005 mg/mL 标准溶液响应值，按照 3 倍的信噪比计算仪器检出限，结果如表 2 所示。

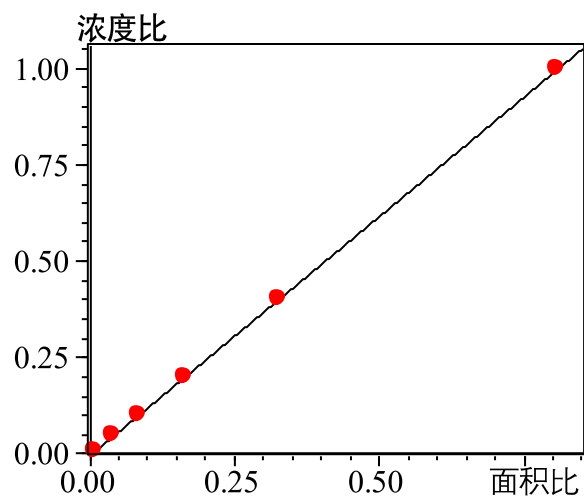


图2 烟碱标准曲线

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	烟碱	0.9999	0.5

### 2.3 重复性

以浓度为 0.005 mg/mL 的烟碱标准溶液，重复进样 6 针，结果如表 3 所示。

表 3 烟碱内标物面积比重复性结果 (n=6)

No.	组分名	1	2	3	4	5	6	平均值	RSD%
1	烟碱	0.0081	0.0080	0.0079	0.0079	0.0077	0.0078	0.0079	1.85

### 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 2 mg/支，按照样品前处理方法平行处理 3 份，进样分析，卷烟滤嘴样品测定结果（图 3）和加标回收率见表 4。

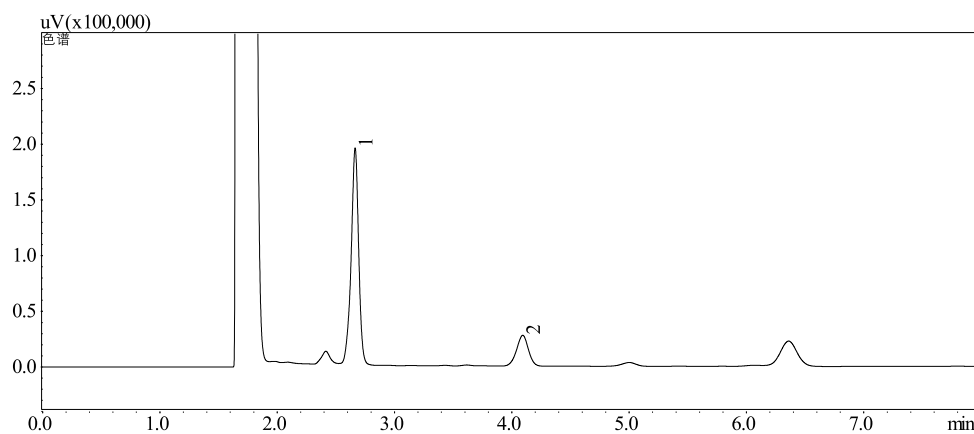


图 3 卷烟滤嘴样品色谱图

表 4 样品检测结果及加标回收率

组分名称	滤嘴	样品加标浓度		
	检测结果 (mg/支)	回收率%	平均回收率%	RSD%(n=3)
烟碱	1.1	97.28	96.54	0.56
		95.60		
		96.74		

## 结论

采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014C 分析卷烟滤嘴中烟碱含量，在 0.005~0.5 mg/mL 浓度范围内标准曲线线性良好，以浓度为 0.005 mg/mL 烟碱标准溶液平行进样 6 针，烟碱与内标物质正十七烷峰面积比值的 RSD 分别为 1.85%，该方法可用于卷烟滤嘴中烟碱含量的测定。