

## 解决方案 | 气相色谱法测定烟用精油中烟碱含量

烟碱，俗称尼古丁，一种吡啶型生物碱，存在于烟草属经济植物中，是烟草和卷烟烟气的重要成分及卷烟的质量控制指标。烟用精油由于其配方不同，其中的烟碱含量存在较大的差异。测定烟碱的方法主要有气相色谱法、液相色谱法、气相色谱-质谱法及分光光度法等。气相色谱在化学分析中具有高选择性、高效能、高灵敏度、分析速度快并且成本低等特点，成为分析实验室必配仪器之一，受到广泛的应用。本文建立了气相色谱法测定烟用精油香料中烟碱含量的方法，旨在快速准确测定烟用精油香料中的烟碱含量，为其生产和配方研究等提供数据参考，并可对烟碱含量进行有效监控。

### 实验部分

#### 仪器与试剂

GC-4000A 气相色谱仪（FID 检测器）

异丙醇；

正十七烷内标液。

#### 分析条件

柱箱 温度	160°C (9min) 10°C/min to 250°C (6min)	检测器	氢焰(FID)
进样口 温度	250°C	检测器温度	280°C
柱流量 mL/min	2	尾吹类型	氮气
分流流量 mL/min	30.0	尾吹流量 mL/min	30.0
色谱柱	AB-InoWax	衰减	2
色谱柱 规格	60.0m*0.32mm*0.5µm	灵敏度	高
进样量	1µL	进样方式	分流

### 样品处理

将客户提供精油 2，称重 0.0831g 用异丙醇定容至 50mL，摇匀。从中取 2.5 mL，并加入适量内标，用异丙醇定容至 50mL，摇匀、取 1 µL 直接进样分析。

### 实验结果

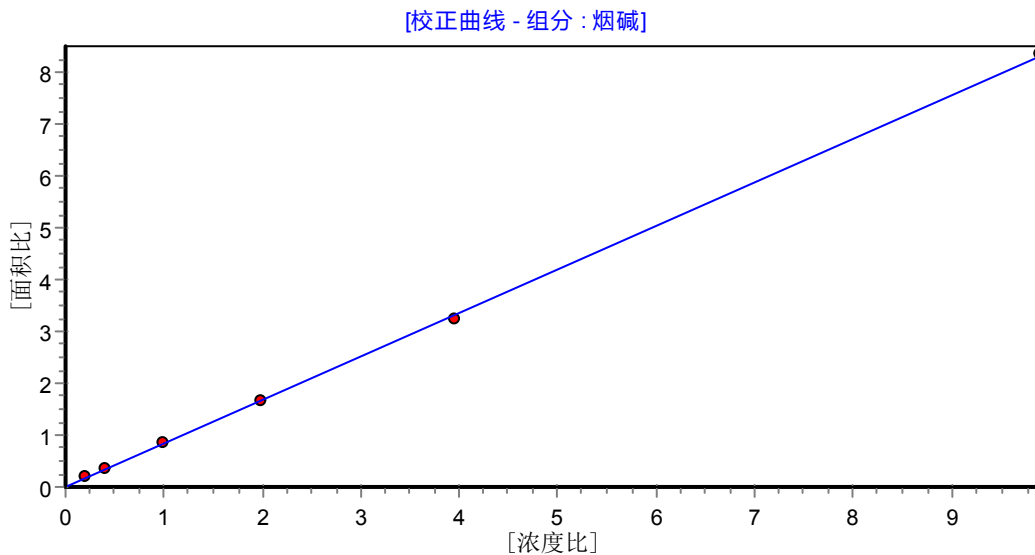
#### 标准溶液配制

称取客户提供的精油 1 样品 0.4952g，用异丙醇定容至 50mL，摇匀，作为烟碱标准储备液使用。再依次配制烟碱标准工作溶液，浓度分别为 9.9 µg/ml、

19.8 μg/ml、49.5 μg/ml、99 μg/ml、198 μg/ml、495 μg/m。正十七烷  
内标溶液浓度为 50 μg/ml。

### 标准曲线

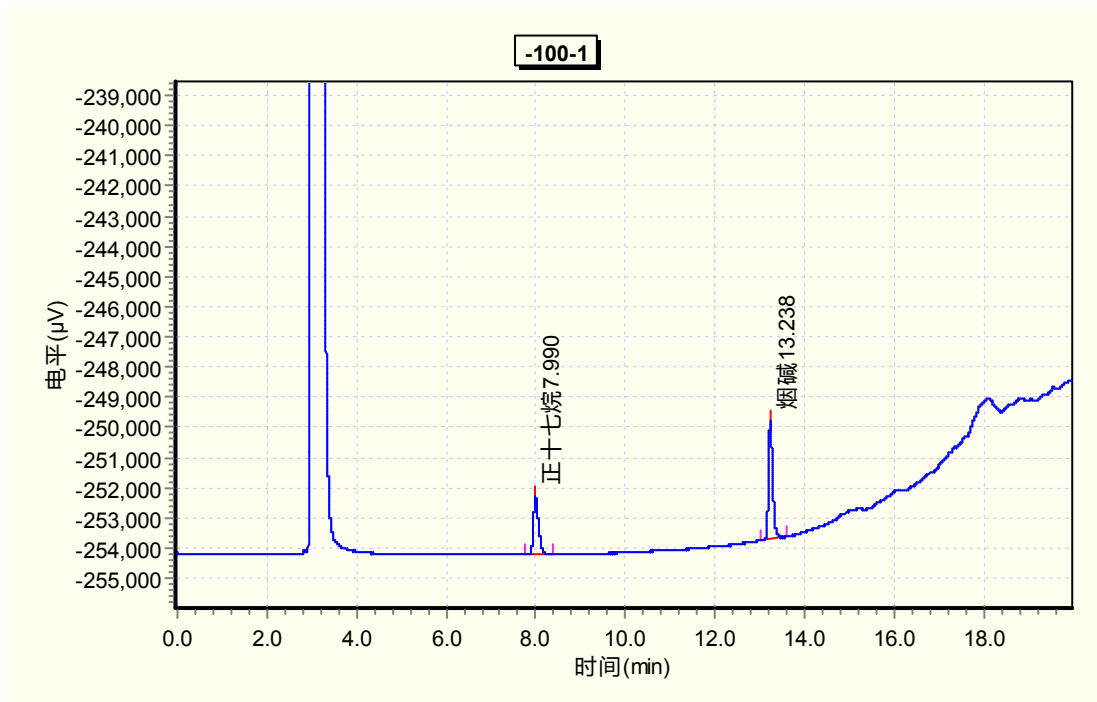
按工作条件设置仪器参数，待仪器稳定后，将配制好的标准溶液依次上机进  
样，以标准溶液浓度与内标物浓度比值为 X 轴，面积比为 Y 轴，绘制标准曲线，  
如下图：



浓度比	0.1980	0.3960	0.9900	1.9800	3.9600	9.9000
面积比	0.1809	0.3549	0.8589	1.6482	3.2377	8.3407

曲线方程:  $Y = 0.8392015 X - 0.00015$

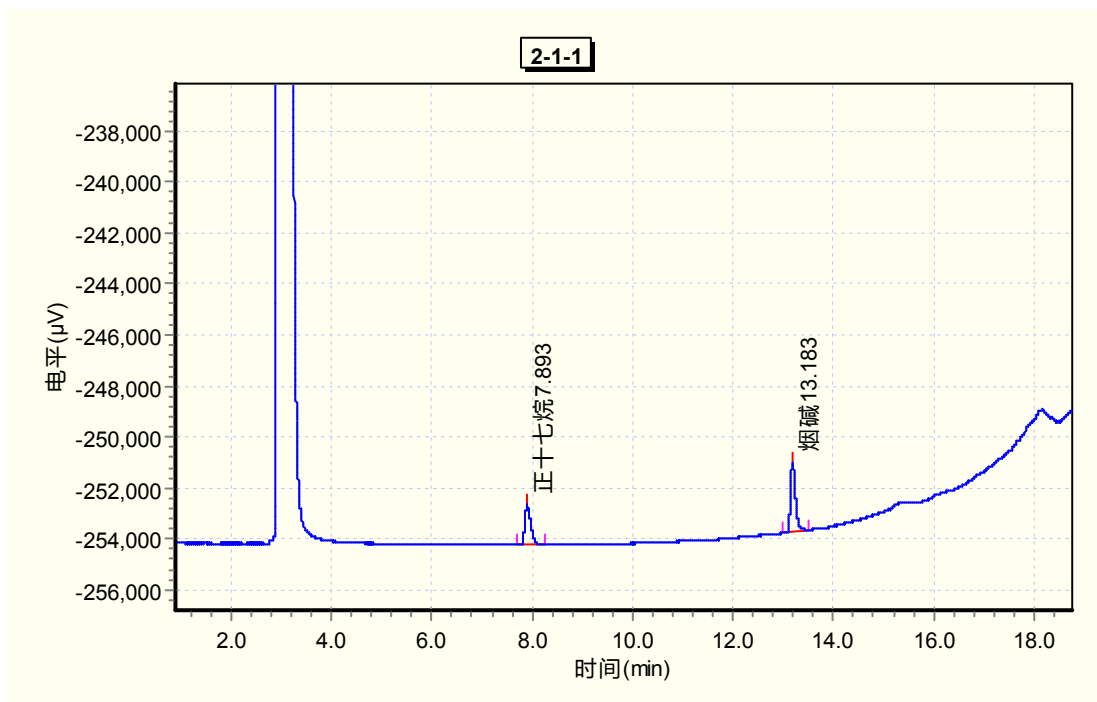
相关系数: 0.9999



9.9 μg/ml 标液色谱图

### 样品分析

将处理好的样品上机检测，并计算样品中烟碱含量。



样品色谱图

定量方法： 内标法

组分名	保留时间	峰面积	峰高	样品含量 (ug/ml)
烟碱	13.183	18404	2734	85.17

按下式计算烟碱的百分含量为 102.5%。

烟碱的含量 (%) =  $C * V * 20 / W$  (样品) \* 100%

C: 烟碱检测浓度, 单位 ug/ml;

V: 样品体积, 单位: mL;

20: 样品稀释倍数

W: 样品重量, 单位: g

### 实验总结

本文采用 GC-4000A 气相色谱仪配置氢火焰光度检测器对精油香料中的烟碱含量进行了测定, 并内标法定量, 实验结果表明, 该方法烟碱响应值高、线性范围宽、谱图纯净, 操作简便, 适用于烟用香精香料中烟碱含量的定量分析, 值得推广应用。

内标法 (internal standard method) 是色谱分析中一种比较准确的定量方法, 尤其在无标准物对照时, 此方法更显其优越性。内标法是将一定重量的纯物质作为内标物加到一定量的被分析样品混合物中, 然后对含有内标物的样品进行色谱分析, 分别测定内标物和待测组分的峰面积 (或峰高) 及相对校正因子,

本法是通过测量内标物及欲测组分的峰面积的相对值来进行比较的, 因而由于操作条件变化而引起的误差, 将同时反映在内标物及欲测组分上而得到抵消, 所以可得到较准确的结果。这是内标法的主要优点。

内标物的选择是重要的。它应该是试样中不存在的纯物质; 加入的量应该是接近与被测组分; 同时要求内标物的色谱峰位于被测组分色谱峰附近, 或几个被测组分色谱峰中间, 并且与这些组分完全分离, 还应注意内标物与被测组分的物理及物理化学性质 (如挥发度、化学结构、极性以及溶解度等) 相近, 这样, 当操作条件变化时, 更有利于内标物与被测组分做匀称的变化。