



引用格式:余晶晶,潘立宁,王昇,等. HPLC-DAD 法检测卷烟滤嘴中挥发性羰基化合物及其截留效率研究[J]. 轻工学报,2016,32(1): -.

中图分类号:TS41 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2017.1.006

文章编号:2096-1553(2017)01-0035-08

HPLC-DAD 法检测卷烟滤嘴中挥发性羰基化合物及其截留效率研究

Study on volatile carbonyl compounds in cigarette filter by HPLC-DAD technique and trapping efficiency

余晶晶,潘立宁,王昇,赵晓东,蔡君兰,张晓兵,谢复炜

YU Jing-jing, PAN Li-ning, WANG Sheng, ZHAO Xiao-dong, CAI Jun-lan, ZHANG Xiao-bing, XIE Fu-wei

关键词:

卷烟滤嘴;挥发性羰基化合物;高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD);截留效率

Key words:

cigarette filter; volatile carbonyl compounds; high performance liquid chromatography-diode array detector(HPLC-DAD); trapping efficiency

中国烟草总公司郑州烟草研究院烟草化学重点实验室,河南 郑州 450001

Key Laboratory of Tobacco Chemistry, Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC, Zhengzhou 450001, China

摘要:将高效液相色谱-二极管阵列检测法(HPLC-DAD)用于检测卷烟滤嘴中挥发性羰基化合物(甲醛、乙醛、丙酮、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮和丁醛),采用体积比为1:1的乙腈与水混合溶剂振荡萃取卷烟滤嘴,萃取溶液与2,4-二硝基苯肼衍生化反应后进行HPLC-DAD分析,结果表明:滤嘴中8种羰基物的加标回收率在80.8%~115.7%之间;甲醛、乙醛、巴豆醛的日内及日间精密度较好,RSD均<10%。考察不同类型滤嘴对卷烟主流烟气中羰基化合物的截留效率,结果表明:滤嘴对8种羰基物总量的截留效率较低,对甲醛、巴豆醛截留效率较高(>10%),对其他几种羰基物的截留效率低(<7.0%);不同类型滤嘴对甲醛截留效率为活性炭>醋纤≈纸>丙纤滤嘴;对巴豆醛的截留效率为活性炭>醋纤>纸>丙纤滤嘴。

收稿日期:2016-03-05

基金项目:中国烟草总公司郑州烟草研究院科技项目(312011CZ0590)

作者简介:余晶晶(1982—),女,湖北省黄冈市人,中国烟草总公司郑州烟草研究院副研究员,博士,主要研究方向为烟草化学。

Abstract: A high performance liquid chromatography-diode array detector (HPLC-DAD) method was developed to determine volatile carbonyl compounds in cigarette filter including formaldehyde, acetaldehyde, propionaldehyde, acetone, crotonaldehyde, 2-butanone and butyraldehyde. The cigarette filters were extracted by shaking with the mixed solution of acetonitrile and water (the volume ratio of 1 : 1), then reacted with 2,4-dinitrophenylhydrazine, and analyzed by HPLC-DAD. The recoveries of 8 carbonyl compounds in cigarette filters were in the range of 80.8% and 115.7%. The precisions of intra-day and inter-day for formaldehyde, acetaldehyde and crotonaldehyde were good ($RSD < 10\%$). The trapping efficiency of carbonyl compounds in mainstream smoke for different kinds of cigarette filters was studied. The results showed that trapping efficiency of cigarette filter for total amounts of carbonyl compounds was low. Furthermore, formaldehyde and crotonaldehyde showed higher trapping efficiencies ($> 10\%$) compared with other carbonyl compounds ($< 7.0\%$). The trapping efficiencies of different types of cigarette filter to formaldehyde was activated carbon $>$ acetate filter \approx paper $>$ polypropylene and that to crotonaldehyde was activated carbon $>$ acetate filter $>$ paper $>$ polypropylene.

0 引言

挥发性羰基化合物,包括甲醛、乙醛、丙酮、丙醛、丙烯醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛,是卷烟主流烟气中一类主要有害成分,对人体的呼吸系统黏膜有较强的刺激作用,长期吸入会对人体产生较大危害. 甲醛、乙醛、丙烯醛和巴豆醛分别被国际癌症研究机构 (IARC) 列为 1 类、2B 类、3 类致癌物^[1]. 滤嘴可以有效地滤除烟气中的部分有害成分,滤嘴中有害成分截留效率可用于直接评价滤嘴对卷烟烟气有害成分的滤除作用. 滤嘴中烟碱^[2-3]、亚硝胺^[4]、酚类^[5]、芳香胺^[6]、挥发性羰基化合物^[7-8]等的检测研究已有报道.

目前,滤嘴中挥发性羰基化合物的测定方法主要有气相色谱 (GC) 法^[7-8]和液相色谱-串联质谱 (LC-MS-MS) 法^[9]. GC 法采用含有 2,4-二硝基苯肼的酸性溶液萃取滤嘴,并用 C18 固相萃取小柱净化样品,环己烷洗脱后进仪器分析. 但是,该方法中丙酮、丙醛色谱峰存在杂质干扰,定量不准确. LC-MS-MS 法存在基质效应,且仪器设备昂贵,不易普及. 本课题组在 LC-MS-MS 法的基础上建立了 LC-ESI-MS-MS 法检测卷烟滤嘴中 8 种挥发性羰基化合物^[9],方法灵敏度高,样品前处理简单. 另外,主流

烟气中挥发性羰基化合物释放量的测定标准方法为高效液相色谱-二极管阵列检测法 (HPLC-DAD)^[10]. 若采用 HPLC-DAD 法检测滤嘴中羰基化合物,能节约仪器成本,统一系统误差. 因此,本研究采用 HPLC-DAD 法检测滤嘴中挥发性羰基化合物,并对不同类型滤嘴的截留效率进行考察.

1 材料与方法

1.1 材料、试剂和仪器

样品:25 个卷烟样品,滤嘴类型主要有活性炭、醋纤 (CA)、丙纤 (PF)、纸滤嘴,其中包含复合滤嘴、沟槽滤嘴. 样品信息见表 1.

试剂:甲醛-2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 97\%$),美国 Supelco 公司产;乙醛,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 98\%$),丙醛,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 97\%$),丙酮,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 98\%$),丙烯醛,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 95\%$),丁醛,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 96\%$),2-丁酮,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 98\%$),巴豆醛,2,4-二硝基苯肼 (纯度 $> 98\%$),东京化成工业株式会社产. 除特别说明的以外,均应使用色谱纯级试剂,水为 GB/T 6682—2008 规定的一级水. 甲醇和乙腈 (色谱纯),美国 Dikma 公司产;吡啶 (纯度 99.9%),美国 CNW 公司产;高氯酸 (分析纯),国药集团化学试剂公司产;

表1 卷烟样品信息

Table 1 Cigarette sample information

样品编号	滤嘴圆周/mm	滤嘴吸阻/Pa	滤嘴类型:滤嘴长度/mm	卷烟通风稀释率/%
1 [#]	24.75	1118	活性炭+CA;10+15	37.9
2 [#]	24.36	1088	纸+CA;10+15	17.5
3 [#]	24.18	1259	PF;20	0.2
4 [#]	24.43	1217	PF;20	0.4
5 [#]	24.36	1101	CA;25	9.0
6 [#]	24.74	1308	CA;25	0.3
7 [#]	24.74	1237	CA;24	0.1
8 [#]	24.62	1069	CA;27	34.7
9 [#]	24.19	1171	CA;20	0.2
10 [#]	24.69	1375	CA;20	0.3
11 [#]	24.72	1228	CA;27	0.1
12 [#]	24.74	1242	CA;25	0.2
13 [#]	24.47	1144	CA;25	16.4
14 [#]	24.39	986	CA;24	11.5
15 [#]	24.48	1187	CA;25	14.0
16 [#]	24.53	839	CA+CA;8+21	36.6
17 [#]	24.48	1216	CA;25	0.1
18 [#]	24.58	1002	CA;24	20.8
19 [#]	24.47	1088	CA;30	18.8
20 [#]	24.44	1089	CA;26	0.3
21 [#]	24.52	1226	CA;26	0.3
22 [#]	24.76	1239	CA;23	0.3
23 [#]	24.64	1131	CA;25	0.3
24 [#]	24.62	1072	CA;30	12.7
25 [#]	24.44	1104	CA;27	0.2

2,4-二硝基苯肼(DNPH)(分析纯),美国CNW公司产,使用前经乙腈重结晶。

仪器:Agilent 1200 高效液相色谱仪,配DAD检测器,美国Agilent公司产;Cerulean SM450 直线式吸烟机,英国Cerulean公司产;HY-8 调速数振荡器,常州国华电器有限公司产;Milli-Q50 超纯水仪,美国Millipore公司产;CP2245 电子天平(感量0.000 1 g),德国Sartorius公司产。

1.2 样品前处理

衍生化试剂的配制:称取0.2 g 经提纯的DNPH 固体加入到约400 mL 乙腈中,加热至50 ℃,振荡溶解,加入3 mL 70% 高氯酸后,冷

却至室温后用乙腈定容至500 mL。其中,DNPH 浓度为 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$,高氯酸浓度为0.56% (质量分数)。

按GB/T 5606.1 抽吸卷烟样品。根据GB/T 16450—2004,样品卷烟在温度 $(22 \pm 1)^\circ\text{C}$,相对湿度 $(60 \pm 2)\%$ 的环境中平衡48 h,然后选其质量在(平均值 ± 0.02)g 范围和吸阻在(平均值 ± 49)Pa/支范围内的烟支作为测试烟支。

卷烟抽吸完后,收集4支滤嘴,使用刀片纵向切开,立即加入到40 mL 萃取溶液(乙腈和水体积比为1:1)中,室温下振荡萃取45 min。取5 mL 上清液至10 mL 容量瓶中,加入4 mL 衍生化试剂,混匀,放置40 min。加入200 μL 吡啶后乙腈定容到10 mL。溶液过0.45 μm 有机相滤膜,进行HPLC-DAD分析。

空白实验:取同样卷烟、空白滤嘴按照上述条件进行分析处理。

实验结果需剔除空白实验结果。

1.3 液相色谱条件

参照行业标准方法YC/T 254—2008^[9] HPLC分析条件:HPLC 所用色谱柱为Acclaim[®] Explosive E2(250 mm \times 4.6 mm,120 \AA ,5 μm),预柱为Acclaim[®] Explosive E2(10 mm \times 4.3 mm,120 \AA ,5 μm),均为美国Dionex公司产。流动相A为水,流动相B为乙腈,梯度洗脱条件见表2。流速为1 mL/min,进样体积10 μL ,检测器为DAD,检测波长365 nm,分析时间45 min。

表2 梯度洗脱条件

Table 2 Gradient elution condition

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	50	50
20	50	50
25	40	60
30	40	60
35	20	80
40	10	90
41	50	50
45	50	50

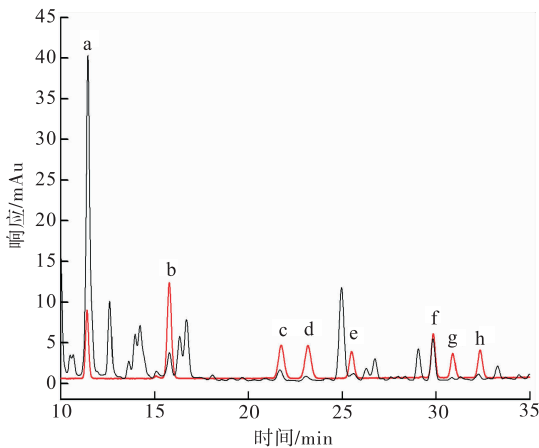
2 结果与讨论

2.1 标样及样品液相色谱图

为了节约仪器成本,统一系统误差,滤嘴中挥发性羰基化合物的测定方法与主流烟气中挥发性羰基化合物释放量的测定方法保持一致.图1所示为8种挥发性羰基化合物标样及卷烟滤嘴样品中的液相色谱图.从图1可知,滤嘴中8种羰基化合物均能被检测出来,其中甲醛、乙醛、巴豆醛色谱峰较高,其他几种羰基化合物色谱峰均较小.另外,据文献报道^[7-8],其他几种羰基化合物在滤嘴中的截留效率较低.以甲醛、乙醛、巴豆醛为研究对象进行实验条件优化,选取活性炭(样品1[#])、醋纤(样品5[#])、纸(样品2[#])、丙纤(样品3[#])滤嘴典型样品各一种进行条件优化实验和方法表征.

2.2 萃取溶剂的选择

为选择合适的萃取溶剂,对常用溶剂(甲醇、乙腈、水、四氢呋喃)进行空白实验.方法为



a. 甲醛 b. 乙醛 c. 丙酮 d. 丙烯醛 e. 丙醛
f. 巴豆醛 g. 2-丁酮 h. 丁醛,4-二硝基苯腙

图1 8种挥发性羰基化合物标样(红色)及卷烟滤嘴中(黑色)液相色谱图

Fig. 1 HPLC chromatogram of 8 volatile carbonyl compounds in standard solution (red) and cigarette filter (black)

取溶剂5 mL,按照1.2中衍生化方法处理并采用HPLC-DAD分析.甲醇与DNPH反应后会产生5种羰基化合物(甲醛、乙醛、丙酮、丙醛、2-丁酮)-2,4-二硝基苯腙的色谱峰.这可能是由甲醇在工业合成的过程中会产生少量低分子量羰基化合物所致.水和乙腈与DNPH反应后产生很小的甲醛-2,4-二硝基苯腙、乙醛-2,4-二硝基苯腙、丙酮-2,4-二硝基苯腙的峰;而四氢呋喃与DNPH反应后产生一个很大的未知峰.可见,甲醇不能作为滤嘴中羰基化合物的萃取溶剂,否则会影响测定结果的准确性.另外,对不同萃取溶剂的萃取效果进行了考察.由于乙腈、四氢呋喃均能溶解滤嘴丝束,实验中选用乙腈和水(体积比为1:1,下同)、四氢呋喃和水(体积比为1:1,下同)、水3种萃取溶剂,考察了4种不同类型滤嘴的萃取效果(见图2).结果表明,采用乙腈与水体积比为1:1的混合液作萃取溶剂时,甲醛、乙醛、巴豆醛的萃取效果最佳.

2.3 萃取溶剂体积对萃取效果的影响

考察了4种不同类型滤嘴萃取溶剂体积(20 mL,40 mL,60 mL)对萃取效果的影响.采用20 mL萃取溶剂萃取时,所测得的羰基物含量较低,表明萃取不完全;而采用40 mL和60 mL萃取溶剂萃取时,所测得的羰基物含量接近,表明萃取效果相当.考虑到增加萃取溶剂体积会稀释目标物浓度,采用40 mL萃取溶剂萃取.

2.4 萃取方式和时间对萃取效果的影响

考察了不同类型滤嘴萃取方式和时间对萃取效果的影响,结果如图3所示.从图3可知,超声萃取45 min的效果不及振荡萃取45 min的效果,这可能是因为羰基化合物挥发性较强,超声萃取能量较高会造成一定的损失.再看振荡萃取时间,由图3可知,45 min为最佳振荡萃取时间.

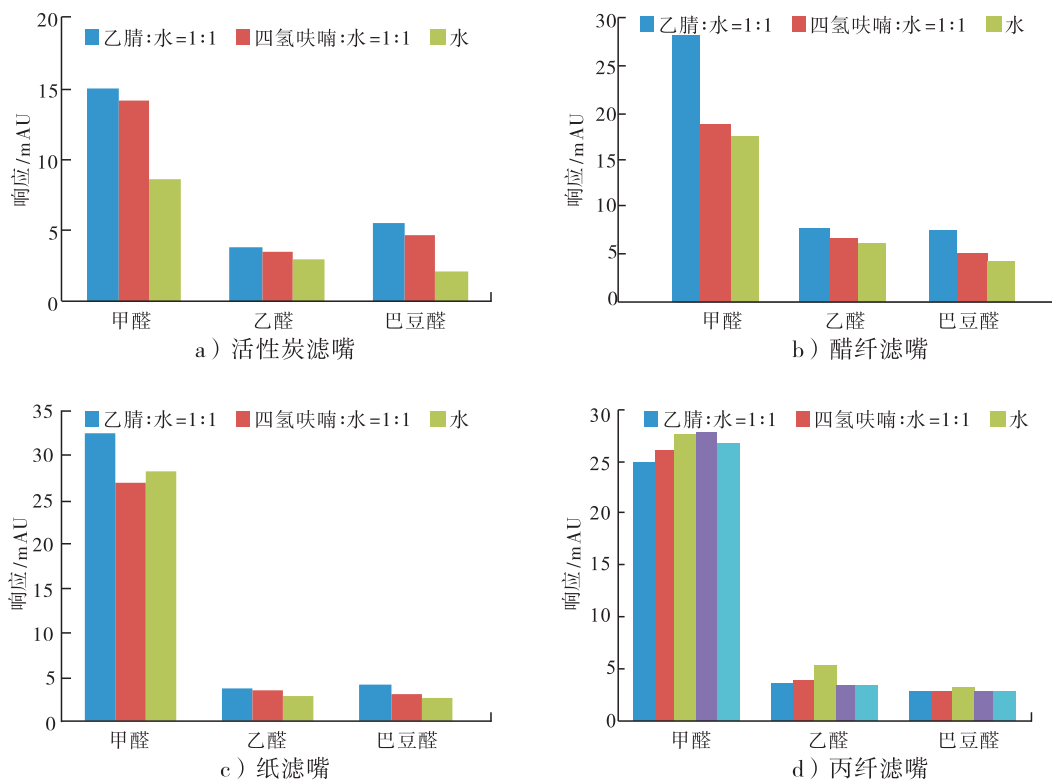


图 2 不同类型滤嘴萃取溶剂对萃取效果的影响

Fig. 2 Influence of extraction solution on extraction efficiency for different cigarette filters

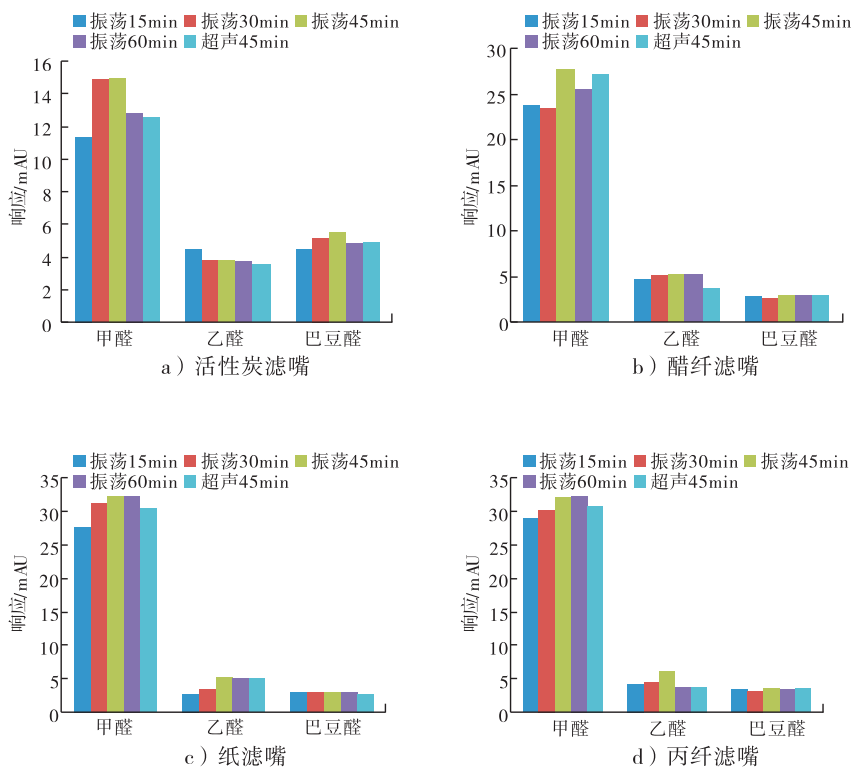


图 3 不同类型滤嘴萃取方式和时间对萃取效果的影响

Fig. 3 Influence of extraction method and time on extraction efficiency for different cigarette filters

2.5 DNP和 高氯酸浓度对萃取效果的影响

为保证溶剂萃取后羰基化合物与衍生化试剂完全反应,考察 DNP 和高氯酸浓度对萃取效果的影响. 随着 DNP 浓度增加 ($0.1 \sim 0.5 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$), 衍生化反应生成的甲醛、乙醛、巴豆醛-2,4-二硝基苯腙逐渐增加. 但当其浓度高于 $0.3 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 时, 产物含量增加缓慢; 而当 DNP 浓度为 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 和 $0.5 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$ 时, 产物含量相当. 因此, 选用 DNP 浓度为 $0.4 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$. 另外, 对高氯酸浓度 (质量分数 $0.04\% \sim 0.69\%$) 进行了考察, 随高氯酸浓度增加, 产物含量增加. 当其浓度高于 0.28% 时, 产物含量增加缓慢; 而当其浓度高于 0.56% 时, 产物含量保持不变. 因此, 选择高氯酸浓度为 0.56% .

2.6 衍生化反应时间

考察了衍生化反应时间对萃取效果的影响 (见图 4). 对于甲醛、乙醛, 衍生化反应时间为 20 min 时, 反应完全. 但对于巴豆醛, 随着衍生化反应时间增加, 产物逐渐增加; 但反应 30 min 之后, 产物增加趋势较小. 综合考虑, 选择衍生化反应时间为 40 min .

2.7 样品稳定性

根据文献[11-12]报道, 为阻止巴豆醛-2,4-二硝基苯腙在酸性条件下继续发生聚合反应, 需在反应结束后在溶液中加入一定量的吡啶. 考察了加吡啶和不加吡啶时样品的稳定

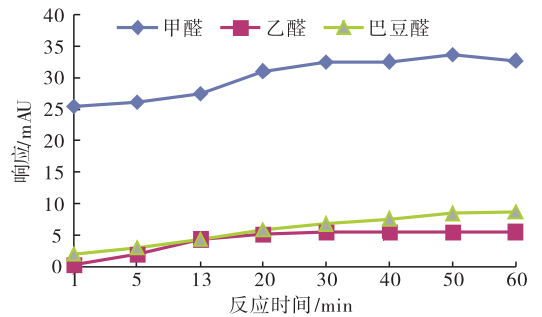


图 4 衍生化反应时间对萃取效果的影响

Fig. 4 Influence of derivatization reaction time to extraction effect

性. 样品于 $4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 保存, 每天进样 1 次, 连续 10 天进样. 当样品中加入吡啶时, 甲醛、乙醛、巴豆醛 10 次测试结果均 $RSD < 10\%$. 当样品中不加吡啶时, 测试结果甲醛、乙醛的 $RSD < 10\%$, 但巴豆醛的 $RSD = 18\%$. 另外, 不加吡啶时, 随放置时间增加, 测得巴豆醛含量逐渐降低. 因此, 衍生化反应结束后需加入吡啶, 以增强样品的稳定性.

2.8 线性方程、检测限与定量限

采用乙腈配制 8 种挥发性羰基化合物 2,4-二硝基苯腙的混合母液和标准工作溶液. 采用羰基化合物 2,4-二硝基苯腙的峰面积对浓度进行线性回归, 得到各目标化合物的标准工作曲线. 取最低浓度标准工作溶液, 10 次平行测定, 计算标准偏差, 3 倍标准偏差为检测限, 10 倍标准偏差为定量限. 结果见表 3.

表 3 挥发性羰基化合物的线性方程、相关系数、检测限及定量限

Table 3 Linear equation, correlation coefficient, limit of detection, limit of quantitation for volatile carbonyl compounds

化合物	线性范围/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	线性方程	相关系数	检出限/ $(\mu\text{g} \cdot \text{支}^{-1})$	定量限/ $(\mu\text{g} \cdot \text{支}^{-1})$
甲醛	0.01 ~ 3.00	$y = 329x - 0.77$	0.999 3	0.04	0.13
乙醛	0.03 ~ 8.00	$y = 261x + 0.89$	0.999 8	0.07	0.22
丙酮	0.02 ~ 5.00	$y = 195x + 0.37$	0.999 7	0.06	0.20
丙烯醛	0.02 ~ 4.00	$y = 247x + 1.00$	0.999 9	0.04	0.15
丙醛	0.01 ~ 3.00	$y = 201x + 0.37$	0.999 9	0.04	0.13
巴豆醛	0.02 ~ 5.00	$y = 181x + 0.82$	0.999 8	0.05	0.16
2-丁酮	0.01 ~ 3.00	$y = 154x + 0.51$	0.999 6	0.04	0.13
丁醛	0.02 ~ 4.00	$y = 166x + 0.89$	0.999 7	0.04	0.13

2.9 回收率及精密度

选取活性炭、醋纤、纸滤嘴和丙纤滤嘴样品各一种,在低、中、高 3 个浓度水平进行加标回收率试验,平行测定 3 次,结果取平均值. 4 种类型滤嘴样品甲醛、乙醛、丙醛、丙酮、丙烯醛、2-丁酮、丁醛和巴豆醛的加标回收率在 80.8% ~ 115.7% 之间(见表 4).

另外,考察了这 4 种类型滤嘴样品中 8 种羰基化合物的日内及日间精密度. 日内精密度为同一天测试,平行测定 6 次. 日间精密度分为不同天测试,平行测定 5 次. 由于丙酮、丙醛、丙烯醛、2-丁酮、丁醛等色谱峰较小,定量不准确,日内及日间精密度较差. 因此,本研究仅考察甲醛、乙醛、巴豆醛的日内和日间精密度,如表 5 所示,这 3 种羰基化合物的日内精密度 $\leq 9.9\%$, 日间精密度 $\leq 10\%$.

2.10 截留效率

对不同类型滤嘴 25 个卷烟样品进行了考察. 主流烟气中 8 种羰基化合物的测定采用 YC/T 254—2008^[10] 方法,截留效率根据公式①计算. 8 种羰基化合物的截留效率结果如表 6 所示. 研究表明: 1) 滤嘴对 8 种羰基化合物总量的截留效率均较低($< 10\%$),这一结果与文献[7-8]报道结果一致,主要是由于 8 种挥发性羰基化合物沸点较低. 2) 卷烟滤嘴对甲醛、巴豆醛截留效率较高($> 10\%$),而对其他 6 种羰基物的截留效率较低($< 7.0\%$). 3) 滤嘴对甲醛的截留效率依次为活性炭(1[#]样品, 41.1%) > 醋纤(5[#]—25[#]样品,平均值 30.9%) \approx 纸(2[#]样品, 31.5%) > 丙纤(3[#], 4[#]样品,平均值 24.4%); 对巴豆醛的截留效率依次为活性炭(48.0%) > 醋纤(平均值 32.4%) > 纸(25.4%) > 丙纤(平均值 10.2%). 活性炭滤嘴较高的截留效率是因为活性炭具有较大的比表面积,吸附能力较强.

$$\text{截留效率} = \frac{\text{滤嘴截留量}}{\text{滤嘴截留量} + \text{主流烟气释放量}} \quad \text{①}$$

表 4 不同类型滤嘴样品 8 种羰基化合物的加标回收率

Table 4 Recovery of 8 volatile carbonyl compounds for different cigarette filters %

化合物	加标浓度 /($\mu\text{g} \cdot \text{支}^{-1}$)	活性炭 滤嘴	醋纤 滤嘴	纸滤 嘴	丙纤 滤嘴
甲醛	10.00	111.0	113.7	108.2	113.0
	20.00	109.8	103.4	105.7	103.7
	40.00	106.4	108.8	105.8	101.4
乙醛	2.00	110.0	115.7	102.6	109.1
	4.00	111.5	105.0	108.0	100.9
	8.00	105.8	110.0	107.1	99.5
丙酮	0.50	97.1	107.9	87.6	84.2
	1.00	96.7	99.3	88.2	80.8
	2.00	90.5	100.8	84.8	86.0
丙醛	0.20	105.0	114.0	102.1	105.6
	0.40	106.8	103.5	104.0	98.2
	0.80	101.1	106.3	102.5	95.8
丙烯醛	0.20	89.9	108.8	94.9	90.4
	0.40	98.6	83.5	91.2	92.0
	0.80	98.2	96.0	95.1	91.0
巴豆醛	3.00	105.5	109.0	98.8	104.1
	6.00	107.0	99.1	102.8	99.1
	12.00	101.7	104.7	101.7	97.2
2-丁酮	0.25	92.9	102.9	87.4	85.0
	0.50	94.7	94.8	87.1	81.0
	1.00	87.5	100.3	84.3	87.0
丁醛	0.70	97.8	109.6	97.7	100.1
	1.40	99.0	95.5	98.6	93.8
	2.80	93.7	100.0	95.2	91.4

表 5 不同类型滤嘴样品 8 种羰基化合物的日内及日间精密度

Table 5 Inter-day and intra-day precision of 8 volatile carbonyl compounds for different cigarette filters %

化合物	日内精密度				日间精密度			
	活性炭	醋纤	纸	丙纤	活性炭	醋纤	纸	丙纤
甲醛	3.6	6.9	5.6	4.2	7.7	9.6	8.7	9.0
乙醛	5.4	7.9	6.3	8.2	6.1	9.9	9.6	10
巴豆醛	3.1	4.2	9.9	7.7	8.1	5.9	10	8.1

3 结论

采用 HPLC-DAD 法检测滤嘴中 8 种挥发性羰基化合物甲醛、乙醛、丙酮、丙烯醛、丙醛、

表6 滤嘴对8种羰基化合物的截留效率

Table 6 Trapping efficiency of 8 volatile carbonyl compounds on different cigarette filters %

样品编号	甲醛	乙醛	丙酮	丙烯醛	丙醛	巴豆醛	2-丁酮	丁醛	总量
1 [#]	41.1	2.5	3.5	7.0	5.2	48.0	1.3	6.0	6.8
2 [#]	31.5	1.3	0.8	1.6	1.2	25.4	1.1	4.7	5.2
3 [#]	26.1	0.9	0.3	0.0	0.6	10.4	0.0	2.4	3.8
4 [#]	22.6	0.5	0.0	0.0	0.9	10.0	0.0	1.2	2.6
5 [#]	21.7	0.6	1.2	1.4	4.5	31.7	1.5	5.1	3.8
6 [#]	40.9	1.0	1.0	2.3	4.1	31.0	0.7	6.4	5.0
7 [#]	26.6	0.7	0.9	1.8	3.6	31.1	1.0	3.9	4.5
8 [#]	34.3	0.9	1.1	2.1	4.7	41.1	1.1	4.7	5.4
9 [#]	25.7	0.7	0.9	1.0	3.3	25.7	1.1	4.6	3.4
10 [#]	28.9	0.8	1.2	1.2	3.1	25.0	1.1	4.3	3.3
11 [#]	35.9	1.4	1.5	2.6	5.0	34.9	1.0	5.3	9.0
12 [#]	31.8	0.9	1.2	1.9	3.6	31.0	0.9	4.8	4.9
13 [#]	28.0	0.9	0.8	2.3	3.8	33.2	1.1	4.4	4.9
14 [#]	27.8	1.1	0.7	1.7	3.6	33.2	0.0	4.8	4.7
15 [#]	34.8	1.0	0.5	1.8	3.4	36.3	0.8	4.7	5.3
16 [#]	36.2	1.6	1.0	3.2	4.7	42.6	1.5	4.6	7.1
17 [#]	27.5	1.8	1.0	2.1	3.7	32.2	0.8	5.6	5.8
18 [#]	31.1	1.5	1.1	2.8	4.6	38.3	1.1	5.2	6.1
19 [#]	33.4	1.4	1.4	3.2	4.1	37.6	1.3	5.1	6.0
20 [#]	30.5	1.6	1.1	2.8	4.4	35.7	1.4	5.2	5.9
21 [#]	27.4	1.1	0.6	1.7	3.6	19.6	1.4	5.3	4.6
22 [#]	30.0	1.1	0.6	1.5	2.8	29.1	1.0	4.6	5.4
23 [#]	27.9	1.2	0.3	1.1	3.5	26.0	0.9	6.2	5.2
24 [#]	31.9	1.3	0.7	2.0	4.1	35.6	1.2	5.3	6.5
25 [#]	37.1	1.7	0.8	2.0	3.6	29.7	0.7	4.1	7.1
平均值	30.9	1.1	0.9	2.0	3.9	32.4	1.0	4.9	5.2

巴豆醛、2-丁酮和丁醛,并用于滤嘴截留效率的研究.滤嘴中8种羰基物的加标回收率在80.8%~115.7%之间;甲醛、乙醛、巴豆醛的日内及日间精密度较好,*RSD*均<10%.滤嘴样品中甲醛、乙醛、巴豆醛含量较高,其他几种羰基物含量很低.滤嘴对甲醛、巴豆醛的截留效率较高(>10%),对其他6种羰基物截留效率均较低(<7.0%).不同类型滤嘴对甲醛截留效率为活性炭>醋纤≈纸>丙纤滤嘴;对巴豆醛的截留效率为活性炭>醋纤>纸>丙纤滤嘴.本方法仪器条件与主流烟气中羰基物的检测方法

一致,适合滤嘴截留效率的研究.

参考文献:

- [1] International Agency for Research on Cancer. IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans [EB/OL]. (2010-04-10) [2016-01-08]. <http://monographs.iarc.fr/ENG/Classification/index.php>.
- [2] 李艳平,文建辉,彭斌,等.不同结构滤嘴的烟碱截留效率和空间分布模式[J].烟草科技,2013(2):57.

(下转第64页)

- 染水体应用研究初探[C]//中国环境科学学会. 中国环境科学学会学术年会论文集. 北京:中国农业大学出版社,2012:1462-1469.
- [8] WU N M, LI Z K. Synthesis and characterization of poly (HEA/MALA) hydrogel and its application in removal of heavy metal ions from water[J]. *Chemical Engineering Journal*, 2013, 215/216:894.
- [9] HUA R, LI Z K. Sulfhydryl functionalized hydrogel with magnetism: synthesis, characterization, and adsorption behavior study for heavy metal [J]. *Chemical Engineering Journal*, 2014, 249: 189.
- [10] 马丽娜, 纪卿, 张伟. 壳聚糖水凝胶的制备及其对 Zn^{2+} 的吸附性能[J]. *光谱实验室*, 2012, 29(6):3628.
- [11] 吴宁梅, 李正魁. 改性水凝胶的制备及其对 Pb^{2+} 、 Cd^{2+} 吸附性能研究[J]. *环境科学*, 2013, 34(6):2263.
- [12] 郭逗逗, 庞浩, 刘海露, 等. 壳聚糖复合水凝胶对水溶液中铜离子(II)的高效吸附[J]. *林产化学与工业*, 2014, 34(1):8.
- [13] 杨金艳, 蒲生彦, 周艳, 等. 壳聚糖水凝胶制备及其对 Pb^{2+} 吸附性能研究[J]. *环境工程*, 2016, 34(1):16.
- [14] 任占军, 郝贵奇, 尹长田, 等. 微波消解-氢化物发生原子荧光光谱法测定污泥中汞和砷[J]. *冶金分析*, 2014, 34(3):52.
- [15] VALDERRUTENA N E, VALVERDEA J D, RUIZ-DURÁNTEZA E, et al. Synthesis and characterization of chitosan hydrogels cross-linked with dicarboxylic acids [J]. *Reactive and Functional Polymers*, 2014, 84:21.
- (上接第42页)
- [3] 中国国家标准化管理委员会. 卷烟滤嘴中烟碱的测定 气相色谱法:YC/T 154—2001[S]. 北京:中国标准出版社,2001.
- [4] 虞苏行, 胡念念, 戴云辉. LC-MS/MS 法检测卷烟滤嘴截留的烟气 TSNA_s [J]. *烟草科技*, 2008(12):42.
- [5] 于涛, 张杰, 曹建华, 等. 醋酸纤维滤嘴对卷烟主流烟气中主要酚类物质的选择性过滤研究[J]. *中国烟草学报*, 2009, 15(3):25.
- [6] 吴银菊, 吴名剑, 蒋腊梅, 等. 固相萃取-气相色谱/质谱同时测定卷烟滤嘴中的四种芳香胺[J]. *分析科学学报*, 2008, 24(5):557.
- [7] 王丽苹, 任凤莲, 吴名剑, 等. 固相萃取毛细管气相色谱法测定卷烟滤嘴中7种挥发性羰基化合物[J]. *分析实验室*, 2009, 28(2):116.
- [8] 王丽苹, 任凤莲, 吴名剑, 等. 不同材料滤嘴对卷烟主流烟气中挥发性羰基化合物截滤性能的研究[J]. *化学研究与应用*, 2008, 20(6):796.
- [9] 余晶晶, 王昇, 王冰, 等. LC-ESI-MS-MS 法检测卷烟滤嘴中8种挥发性羰基化合物[J]. *烟草科技*, 2013(9):36.
- [10] 中国国家标准化管理委员会. 卷烟主流烟气中主要羰基化合物的测定 高效液相色谱法:YC/T 254-2008[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [11] DONG J, MOLDOVEANU S C. Gas chromatography-mass spectrometry of carbonyl compounds in cigarette mainstream smoke after derivatization with 2,4-dinitrophenylhydrazine[J]. *J Chromatogr A*, 2004, 1027(1/2):25.
- [12] 谢复炜, 吴鸣, 王昇, 等. 卷烟主流烟气中羰基化合物的改进分析方法[J]. *中国烟草学报*, 2006, 12(5):15.