

采用 GC-MS 测定侧流卷烟烟气中芳香胺

常 翔, 白若石, 周 骏

北京卷烟厂, 北京朝阳区管庄西里 42 号 100024

摘 要: 芳香胺类化合物是卷烟烟气中的一类重要有害物质, 测定卷烟烟气中, 特别是侧流卷烟烟气中的芳香胺类化合物还没有准确可靠的方法。实验中采用鱼尾罩和装有剑桥滤片的捕集装置捕集侧流卷烟烟气中的芳香胺类化合物, 在酸性条件下用二氯甲烷萃取芳香胺类化合物, 用五氟丙酸酐和三甲胺在强碱性条件下, 对芳香胺进行衍生, 利用四级杆 GC-MS 测定 4 种芳香胺的五氟丙酸酐衍生物。实验证明, 此方法有较好的重复性: 对 4 种芳香胺类化合物测定的相对标准偏差在 6% 以下; 具有较高的灵敏度: 4 种芳香胺类化合物的检出限均低于 0.16 ng/支; 较高的准确性: 4 种芳香胺类化合物的回收率在 94.41% ~ 102.70% 之间, 完全适用于定量检测卷烟侧流烟气中芳香胺类化合物。

关键词: GC-MS; 侧流卷烟烟气; 芳香胺; 测定

中图分类号: TS411.2

文献标识码: A

文章编号: 1004-5708(2008)06-0006-07

Determination of aromatic amines in side-stream cigarette smoke by GC/MS

CHANG Xiang, BAI Ruo-shi, ZHOU Jun

Beijing Cigarette Factory, Beijing 100024, China

Abstract: Aromatic amines is a possible source of carcinogenicity in cigarette smoke. Accurate determination of aromatic amines is of great help to assess the risk of cigarette to public health. A specific and sensitive method to quantitatively analyze aromatic amines in side-stream cigarette smoke was developed and validated. Cigarette smoke was collected using a Cambridge filter connected to a fishtail chimney. The collected aromatic amines were extracted with 5 % hydrochloric acid solution and dichloromethane, derivatized with pentafluoropropionic acid anhydride and trimethylamine and analyzed by GC/MS. The method is highly repeatable. The relative standard deviations were generally below 6%. Limit of detection for every aromatic amine was less than 0.16 ng/cig. The recoveries were in the range of 94.41% to 102.70%. This method was applicable for routine analysis of aromatic amines in side-stream cigarette smoke.

Key words: GC/MS; side-stream cigarette smoke; aromatic amine; determination

卷烟烟气分为 2 部分, 主流烟气和侧流烟气, 主流烟气中有害物质的测定方法形成统一标准较早也较多, 如总粒相物、焦油、烟碱、CO 含量和亚硝胺等, 侧流烟气中定量检测焦油和烟碱标准也于 2005 年实施^[1], 从烟气捕集上看, 已经在设备仪器及实验条件要求方面有了较为统一的方案, 侧流烟气通过带有鱼尾罩的

吸烟机抽吸卷烟, 通过与鱼尾罩直接相连的捕集器, 或者根据检测成分需要在捕集器后再加装含有捕集液的捕集阱来进行烟气捕集。从国内外发表文献提供的数据看, 侧流烟气中的有害物质的含量要明显高于主流烟气中的含量^[2]。

芳香胺在烟叶和烟气中均有生成, 但主要是在燃烧过程中产生^[3], 烟气中芳香胺的形成机理是烟支燃烧时烟叶中的蛋白质和氨基酸发生热解脱羧。能够做到对烟气中芳香胺的定量检测, 对于卷烟减害降焦有着重要意义。

对于卷烟烟气中芳香胺的测定, 主流烟气方面的文献较多, 而侧流烟气方面的相关文献较少, 但主流烟气中芳香胺的定量测定对侧流烟气中芳香胺的定量测

作者简介: 常翔, 男, 大学, 工程师, 主要从事烟气分析研究。

E-mail: weisheng2046@163.com

周骏(通讯作者), 男, 博士, 研究员, 主要从事烟草化学研究。

E-mail: zhoujun100@sohu.com

基金项目: 北京卷烟厂重点科研项目 2005-2

收稿日期: 2008-01-30

定也有一定指导作用。最早的有关主流烟气中芳香胺的研究文献是霍夫曼在 1969 ~ 1979 年发表的^[46],当时使用的样品是无滤嘴的长度为 85 mm 的卷烟,他们研究的结果是,检测到卷烟主流烟气中的芳香胺量的范围从 5.8 ng/支(2-甲基-1-萘胺)到 120 ng/支(苯胺)。关于侧流烟气中的捕集,1992 年意大利佛罗伦萨大学质谱检测中心的研究人员发表了用自制的吸烟装置捕集侧流烟气并用 GC-MS 定量测定卷烟主、侧流烟气中芳香胺含量的论文^[7],其中定量检测了 17 种主、侧流烟气中的芳香胺,并得出侧流烟气中芳香胺含量与主流中含量比值在 50 到 60 之间的结论。除了使用 GC-MS 定量测定芳香胺,也有关于采用柱前衍生的方法用 HPLC 对芳香胺纯品进行分离检测的研究报告^[8]。在卷烟烟气中芳香胺的萃取技术方面,国外有研究人员使用 SDE 装置进行同时蒸馏萃取^[9],2003 年国外还发表了关于使用固相微萃取技术测定芳香胺的论文^[10],介绍了使用两步固相微萃取净化的方法,每一步采取不同的保留原理处理样品,首先使用阳离子交换柱,第二步使用疏水特性的柱子。加拿大健康署的分析方法则较为系统的描述了测定卷烟侧流烟气中 4 种芳香胺类物质的实验方案^[11]。时至今日,对芳香胺的定量测定还没有形成一个广为接受的实验方法,主要原因在于测定步骤繁琐,对于实验中的烟气捕集介质选择、内标的选取、内标加入的先后顺序、衍生试剂的选取、衍生时间的选择、固相微萃取柱的选择以及洗提液的选择,都还有许多问题需要进一步研究。

1 试验部分

1.1 试验仪器与试剂

1.1.1 仪器

Claurs 500 型气相色谱质谱联用仪 (美国, PE 公司) SM-5 五孔道侧流吸烟机 (美国, KC 公司), TURBOVAP II 型浓缩仪 (美国, ZYMARK 公司), TZ-2 型旋转往复振荡器 (北京沃德创新医药科技中心), 1M1000RHD 恒温恒湿箱 (澳大利亚, CLayson 公司, 1M1000RHD), AP 250 型电子分析天平 (美国, OHAUS

公司, 感量 0.01 mg), T700 型超声波发生器 (德国, ELma 公司), 剑桥滤片 (英国, Whatman 公司), 烘箱 (德国, Binder 公司)

1.1.2 试剂和样品

40%TMA (三甲胺 40%水溶液, 德国, Ehrenstorfer 公司), PFPA (五氟丙酸酐, 德国, Ehrenstorfer 公司), D7-2-氨基萘 (德国, Ehrenstorfer 公司, 标准品), 1-氨基萘 (德国, Ehrenstorfer 公司), 2-氨基萘 (德国, Ehrenstorfer 公司), 3-氨基联苯 (德国, Ehrenstorfer 公司), 4-氨基联苯 (德国, Ehrenstorfer 公司), 37% 盐酸 (北京化工厂, 分析纯), 二氯甲烷 (美国 Dikma 公司, 色谱纯), 正己烷 (天津化学试剂六厂, 分析纯), 丙酮 (Dikma 公司色谱纯), 苯 (Aldrich 公司色谱纯), 无水硫酸钠 (北京化工厂, 分析纯), 氢氧化钠 (北京化学试剂公司, 分析纯), 固相微萃取 Florisil 小柱 (美国, Supelco 公司), 样品用烟为参比卷烟 1R5F 和 2R4F (美国, 肯塔基大学)。

1.2 色谱条件

色谱柱: VF-17MS (30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 载气: 氮气; 恒压条件: 82.74 kPa; 进样口温度: 280 °C; 进样量: 1 μL; 进样方式: 不分流进样; 程序升温: 初始温度 80 °C, 保持 2 min, 以 10 °C/min 的速度升温到 220 °C, 再以 20 °C/min 的速度升温到 280 °C, 保持 3 min。

1.3 质谱条件

质谱离子源条件参数见表 1, 分析物质谱测定参数见表 2。

1.4 试剂配制

1.4.1 5% 盐酸溶液的配制

取 37% 盐酸溶液 135 mL, 加入 1000 mL 容量瓶, 用蒸馏水定容至 1000 mL。

1.4.2 TMA 试剂的配制

取 2 mL 40%三甲胺水溶液, 与 2 mL 正己烷混合, 振荡均匀, 静置后将上层正己烷溶液转移至 1.5 mL 色谱瓶中, 不用时低温保存。

表 1 质谱离子源条件参数

Polarity (极性)	ES+ (正离子电喷雾)	Source Temperature (离子源温度) / °C	230
Electron Energy (电子能量) / v	70	Trap Emission (发射电流)	100
Ion Energy (离子能量) / v	0.7	GC Line Temperature (传输线温度) / °C	270
Ion Energy Ramp (离子能量梯度)	2.3	Multiplier (倍增器电压) / v	450

表 2 分析物质谱测定参数

分析物	Mass (质核比)/(m/z)	Dwell (驻留时间)/s	Ionization Mode (离子化模式)	Enter-Channel Delay (扫描间隔时间)/s
1-氨基萘	289	0.2	EI+	0.015
D7-2-氨基萘	296	0.2	EI+	0.015
2-氨基萘	289	0.2	EI+	0.015
3-氨基联苯	315	0.2	EI+	0.015
4-氨基联苯	315	0.2	EI+	0.015

1.4.3 固相微萃取洗提液配制

将 500 mL 正己烷、400 mL 苯、100 mL 丙酮按 5: 4: 1 的比例混合均匀。

1.5 侧流卷烟烟气中芳香胺的捕集及处理

1.5.1 侧流卷烟烟气中芳香胺的捕集

参照 GB/T16447-2004^[2], 在恒温恒湿箱中保持温度 $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $60\% \pm 2\%$ 的条件下, 平衡 48 h。实验环境条件保持温度 $22\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $60\% \pm 5\%$ 。

参照 GB/T19609-2004^[13], 吸烟机调整抽吸参数为主流抽吸容量为 $35.0\text{ mL} \pm 0.3\text{ mL}$, 参照 YC/T185-2004^[1], 侧流抽吸泵抽吸速率为 $3.0\text{ L/min} \pm 0.1\text{ L/min}$, 实验前对所使用实验装置进行密闭性检测。

参照 YC/T185-2004^[1] 对侧流烟气进行捕集, 每个剑桥滤片捕集 1 支卷烟的侧流烟气, 抽吸完成后取出卷烟夹持器中滤片, 放入 250 mL 锥形瓶, 取下鱼尾罩, 用 100 mL 5% HCL 溶液对鱼尾罩进行淋洗, 淋洗液收集到装有滤片的锥形瓶中。

1.5.2 样品处理

以 200 r/min 转速在往复旋转振荡器上振荡 1 h, 振荡完成后将锥形瓶中溶液通过加有棉花的漏斗过滤至分液漏斗, 用 10 mL 5% HCL 溶液清洗锥形瓶, 洗液过滤加入分液漏斗, 重复 3 次, 清洗液体积共计 30 mL。随后加入 100 μL 内标溶液, 振荡, 使其均匀分散在捕集溶液中。向分液漏斗中加入 50 mL 二氯甲烷, 剧烈振荡, 过程中要不断打开分液漏斗塞排气, 直至分液漏斗内部无气体产生, 静置 5 min, 然后将分液漏斗中下层二氯甲烷层排掉, 排液废弃。重复以上操作 3 次, 共计加入二氯甲烷体积为 150 mL。将浓度为 50% 的 NaOH 溶液 20 mL 加入分液漏斗中, 调整 pH 值达到 12 以上, 然后静置分液漏斗中溶液放至室温。随后向分液漏斗加入 50 mL 正己烷, 剧烈振荡, 过程中要不断打开分液漏斗塞排气, 直至分液漏斗中无气体产生, 静置待上下层完全分离, 下层溶液用锥形瓶收集, 上层正己烷溶液通过一个漏斗装置(漏斗加入棉花, 棉花上层加

入无水硫酸钠, 并提前用 50 mL 正己烷润洗, 洗液废弃) 过滤进入圆底烧瓶中, 重复 3 次, 共加入分液漏斗中正己烷体积为 150 mL, 最后再向分液漏斗中加入 50 mL 正己烷溶液, 清洗分液漏斗, 洗液通过漏斗过滤装置加入圆底烧瓶, 圆底烧瓶中收集液体总体积约为 200 mL 左右。依次向圆底烧瓶中加入 TMA 试剂和 PFPA 衍生试剂各 50 μL , 振荡 30 min。振荡后将圆底烧瓶中液体加入 TURBOVAP 浓缩瓶, 圆底烧瓶用 10 mL 正己烷清洗, 重复 3 次, 30 mL 清洗液也加入浓缩瓶中, 浓缩至小于 5 mL(浓缩条件: 水浴温度 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, 压力 20.7 kPa 至 34.5 kPa)。将 Florisil 小柱用固相微萃取洗提液预洗, 洗液废弃。然后加入浓缩液至小柱, 随后加入 5 mL 固相微萃取洗提液清洗液过小柱, 过小柱的液体用洁净的 TURBVAP 浓缩瓶收集, 重复 4 次, 共加入 20 mL 固相微萃取洗提液。将过小柱后收集的液体使用 TURBVAP 浓缩仪浓缩定容至 1 mL。(浓缩条件: 水浴温度 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$, 压力 20.7 kPa 至 34.5 kPa) 定容后使用移液枪将浓缩液转移至色谱样品瓶中, 待 GC-MS 分析。

1.6 标准回归曲线制作及样品的定量方法

一级标准溶液以乙醚为溶剂, 二级和三级溶液以正己烷为溶剂, 配制卷烟侧流烟气中芳香胺类物质标准溶液, 共 7 个点, 浓度为 1.16 ~ 1370.00 ng/mL。将 1 mL 标准溶液加入盛有 200 mL 正己烷的圆底烧瓶中, 然后加入 100 μL 内标溶液(D7-2-氨基萘, 浓度为 200 ng/mL), 并向圆底烧瓶中分别加入 50 μL TMA 和 PFPA 试剂, 振荡 30 min 后浓缩至小于 5 mL, 然后再通过 Florisil 小柱进行萃取, 萃取后浓缩定容至 1 mL, 进样。以标样与内标峰面积比为纵坐标, 其浓度为横坐标, 制作标准回归曲线, 求出线性回归方程, 以此计算被测样品中芳香胺含量。

2 结果与讨论

2.1 卷烟主流烟气中芳香胺类化合物的定性

为了确定 5 种芳香胺类化合物色谱峰位置, 本方

法采用①保留时间对照法：比较标准样品和卷烟样品的谱图中色谱的相对保留时间；②单标加入法：将标准样品加入到卷烟样品中，观察色谱峰是否增高；③为排除有杂质峰干扰的可能性，质谱选择 SIR 扫描方式，将标准样品和测定样品中各目标化合物的分子离子峰与其特征子离子峰同时对应比较，从而对 5 种芳

香胺类化合物进行定性；④比较标准样品和测定样品中各目标化合物的分子离子峰与其特征子离子峰的丰度比是否一致。通过上述 4 种方法的验证确定了每一种目标化合物。图 1 是标准样品、卷烟样品和卷烟样品中加入标准样品后获得的 5 种芳香胺类化合物质谱总离子流图。

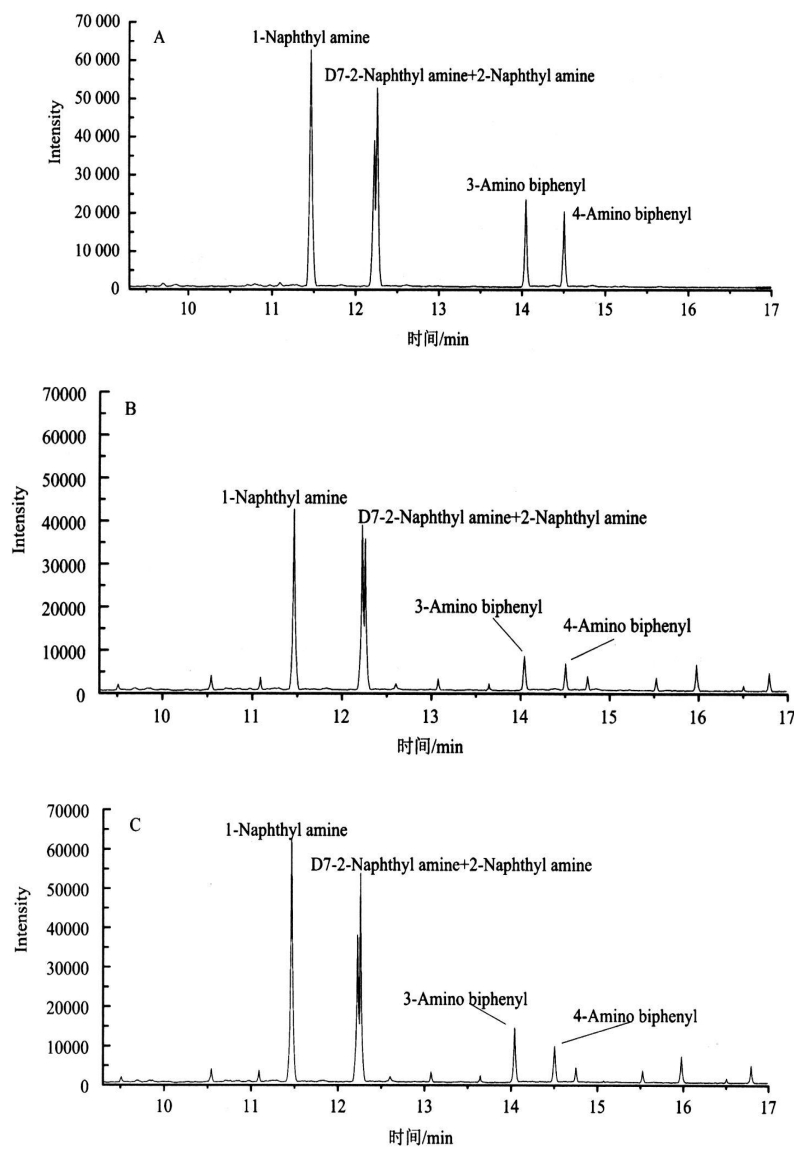


图 1 标准样品(A)、卷烟样品(B)和卷烟样品中加入标准样品(C)后获得的 5 种芳香胺类化合物质谱总离子流图

2.2 侧流烟气中芳香胺的捕集效果

为了验证对一级捕集的实验方法侧流烟气中芳香胺的捕集效果，在与鱼尾罩直接连接的一级捕集器后，通过长度小于 5 cm 的软管再串联 1 个加有 1 张剑桥滤片的二级捕集器。将捕集过侧流烟气的二级捕集器

内滤片放入锥形瓶中，同时将一级捕集器与二级捕集器之间的软管用 5 mL 5% HCl 溶液冲洗 2 次，洗液共计 10 mL，转移至盛有二级捕集器滤片的锥形瓶中，再向锥形瓶中加入 90 mL 5% HCl 溶液，锥形瓶内共计 100 mL 5% HCl 溶液，按照 1.5.2 中所述方法处理，按

照 1.2 和 1.3 所述条件检测, 没有检测到芳香胺类物质, 因此, 采用一级捕集的实验方法可以做到对侧流烟气中芳香胺的完全捕集。

2.3 鱼尾罩上芳香胺定量检测结果

通过对鱼尾罩上吸附的 1R5F 和 2R4F 卷烟侧流烟气中的芳香胺的定量检测发现, 侧流烟气中的 4 种芳香胺类化合物在鱼尾罩清洗液中有检出, 验证了实

验方法中用 5 % HCL 冲洗鱼尾罩的必要性。鱼尾罩上吸附的 1R5F 和 2R4F 卷烟侧流烟气中芳香胺含量与芳香胺总量比例分别见表 3、表 4。从表 3 和表 4 可以看出, 1R5F 和 2R4F 卷烟侧流烟气中 4 种芳香胺在鱼尾罩上被吸附的比例不同, 但总体来看 1-氨基萘、2-氨基萘、3-氨基联苯、4-氨基联苯在鱼尾罩上被吸附的比例依次降低。

表 3 1R5F 卷烟侧流烟气在鱼尾罩上被吸附的比例(n= 10)

1R5F	平均值/ (ng/ 支)	SD/ (ng/ 支)	RSD/ %	总量/ (ng/ 支)	鱼尾罩上芳香胺 占总量比例/ %
1-氨基萘	18.27	1.06	5.80	234.45	7.79
2-氨基萘	16.98	1.14	6.71	219.19	7.75
3-氨基联苯	2.53	0.21	8.30	47.06	5.38
4-氨基联苯	1.48	0.03	2.02	28.5	5.19

表 4 2R4F 卷烟侧流烟气在鱼尾罩上被吸附的比例 (n= 10)

2R4F	平均值/ (ng/ 支)	SD/ (ng/ 支)	RSD/ %	总量/ (ng/ 支)	鱼尾罩上芳香胺 占总量比例/ %
1-氨基萘	14.77	0.52	3.52	236.18	6.25
2-氨基萘	11.84	0.78	6.58	204.98	5.78
3-氨基联苯	1.49	0.04	2.68	38.96	3.82
4-氨基联苯	0.89	0.06	6.74	23.68	3.76

2.4 侧流卷烟烟气中 4 种芳香胺测定方法的灵敏度

测定方法的灵敏度是由测定方法的检出限表示。将最低浓度的标准溶液, 连续 5 次进行定量检测, 以测定结果中 4 种芳香胺类化合物的标准偏差的 3 倍为测定方法的检测限, 由表 5 可以得出, 1-氨基萘、2-氨基

萘、3-氨基联苯、4-氨基联苯的检测限分别为 0.16 ng/支、0.16 ng/支、0.06 ng/支、0.06 ng/支。远远低于侧流卷烟烟气中这些成分的实际含量, 说明本方法能够较好地满足日常定量检测侧流烟气中挥发性胺基化合物的工作需要。

表 5 测定方法检出限(n= 5)

化合物	1	2	3	4	5	检测限/(ng/ 支)
1-氨基萘/ ng	6.25	6.39	6.29	6.32	6.28	0.16
2-氨基萘/ ng	4.99	5.04	5.08	4.95	5.06	0.16
3-氨基联苯/ ng	1.09	1.12	1.08	1.11	1.13	0.06
4-氨基联苯/ ng	1.57	1.60	1.59	1.61	1.56	0.06

2.5 侧流烟气中芳香胺类化合物测定方法的重复性

方法的重复性是以组内测定结果的重复性和组间测定结果的重复性来评价的。组内测定结果重复性是以同一样品每天重复进样 5 次, 连续测定 3 d, 计算相对标准偏差来表示的。组间测定结果重复性是以连续

3 d, 每天测定 5 组样品, 计算相对标准偏差来表示的。4 种芳香胺类化合物组内测定的相对标准偏差在 1.02%~4.63%, 组间测定的相对标准偏差在 2.13%~5.94%(表 6), 说明此方法有很好的重复性。

表 6 测定 1R5F 卷烟侧流烟气中 4 种芳香胺类化合物的方法重复性(n= 15)

化合物	组间重复性(n= 15)		组内重复性(n= 15)	
	平均值/(ng/ 支)	相对标准偏差/ %	平均值/(ng/ 支)	相对标准偏差/ %
1-氨基萘	241. 38	3. 06	234. 45	2. 62
2-氨基萘	224. 12	2. 13	219. 19	1. 02
3-氨基联苯	50. 03	4. 04	47. 06	2. 34
4-氨基联苯	33. 85	5. 94	28. 50	4. 63

2. 6 侧流卷烟烟气中 4 种芳香胺类化合物试验方法回收率的测定

采用标样加入法测定方法的回收率,即在滤片上分别加入对应标准曲线低、中、高 3 个不同浓度的 4 种芳香胺类化合物标准样,按试验方法部分中所述方法进行定量分析。将测定量与加入量的比值作为回收率(表 7)。从表 5 可以看出,4 种芳香胺类化合物的测定方法回收率在 94. 41%~102. 70%,说明方法的准确性较高。

表 7 芳香胺测定方法回收率

芳香胺	加入量/ ng	回收量/ ng	回收率/ %
1-氨基萘	6. 85	6. 72	98. 10
	137. 00	135. 58	98. 96
	685. 00	694. 25	101. 35
2-氨基萘	4. 98	4. 86	97. 59
	99. 50	97. 25	97. 74
	497. 50	490. 33	98. 56
3-氨基联苯	1. 16	1. 12	96. 55
	23. 10	22. 15	95. 89
	115. 5	113. 26	98. 06
4-氨基联苯	1. 61	1. 52	94. 41
	32. 25	33. 12	102. 70
	161. 25	163. 58	101. 44

2. 7 侧流烟气中 4 种芳香胺类物质准确度

按照 1. 5. 1 中所述方法捕集 2R4F 卷烟侧流烟气中的芳香胺化合物后,在捕集溶液分别加入对应 2R4F 卷烟侧流烟气中的芳香胺化合物含量的 0. 5 倍、1 倍、1. 5 倍的芳香胺标样,进行定量分析。测定方法的准确度用根据实际测定量与计算量的比值表示。每个浓度做 5 组平行,计算平均值。如表 8 所示,4 种芳香胺化合物的测定方法的准确度在 90. 30%~100. 40%,说明此方法有很好的准确度。

2. 8 侧流烟气中 4 种芳香胺类化合物的标准回归曲线相关性

在加拿大健康署制定的侧流卷烟烟气中芳香胺类

的分析方法中,制作标准曲线的方法是将三级溶液取出 1 mL,加入 100 μ L 内标溶液,加入 50 μ L TMA 和 50 μ L PFPA 衍生试剂,振荡 30 min 后,进行固相微萃取。实验中发现按照此方法得到的标准样品内标出峰面积总是要小于烟气捕集样品测定时得到的同样加入量的内标的峰面积。而在采取制作标准曲线时模拟烟气捕集样品处理过程,将三级溶液加入 200 mL 正己烷中,再加入 50 μ L TMA 和 50 μ L PFPA 衍生试剂,振荡 30 min 后,先进行一次浓缩,再进行固相微萃取和后处理,则没有这方面的问题。采用后一种方法可以使定量更加准确。经测定,侧流烟气中 4 种芳香胺类化合物的标准回归曲线的相关系数(R^2)都在 0. 9997 以上,如表 9 所示,标准回归曲线的相关性较好。

表 8 侧流烟气中芳香胺类化合物的准确性测定

芳香胺	计算量/ ng	回收量/ ng	准确性/ %
1-氨基萘	354. 18	346. 74	97. 90
	462. 18	436. 76	94. 50
	590. 18	592. 53	100. 40
2-氨基萘	306. 98	277. 20	90. 30
	408. 98	378. 55	92. 56
	510. 98	498. 03	97. 47
3-氨基联苯	57. 96	53. 00	91. 44
	76. 96	74. 37	96. 63
	96. 96	94. 39	97. 35
4-氨基联苯	35. 68	35. 02	98. 15
	47. 68	45. 13	94. 65
	59. 68	56. 51	94. 68

表 9 侧流烟气中 4 种芳香胺类化合物的标准回归曲线相关性

侧流烟气中芳香胺	浓度范围/(ng/ mL)	线性方程	相关系数(R^2)
1-氨基萘	6. 85-1370. 00	$y=0. 04621x$	0. 9997
2-氨基萘	4. 98-995. 00	$y=0. 06084x$	0. 9999
3-氨基联苯	1. 16-231. 00	$y=0. 06695x$	0. 9998
4-氨基联苯	1. 61-322. 50	$y=0. 07498x$	0. 9999

2.9 侧流卷烟烟气中 4 种芳香胺类化合物的试验室空白

取 5 支 1R5F 卷烟, 不点燃烟支, 按试验方法部分进行处理和检测, 4 种芳香胺类物质均未检出, 从而可排除实验环境中的芳香胺类物质对检测结果的影响。

3 结论

本实验研究的采用四级杆 GC-MS 对侧流卷烟烟气中的 4 种芳香胺类化合物测定方法, 灵敏度高, 方法的重复性较好; 准确度完全满足了测定侧流卷烟烟气中芳香胺类化合物的要求, 对卷烟烟气有害成分的控制和降低研究有一定帮助。

参考文献

- [1] 国家烟草专卖局. YC/T 185-2004 侧流烟气中焦油和烟碱的测定[S]. 中华人民共和国烟草行业标准. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [2] 蔡君兰, 杨军, 等. 卷烟侧流烟气研究进展[J]. 烟草科技, 2002(7): 22-25.
- [3] 闫克玉, 王建民, 姚二民, 等. 卷烟烟气气相中的有害物质及其减少措施[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版), 2005, 20(4): 15-18.
- [4] Masuda Y, Hoffmann D. Quantitative determination of 1-naphthylamine and 2-naphthylamine in cigarette smoke [J]. Anal Chem, 1969, 41(4): 650-652.
- [5] Masuda Y, Hoffmann D. A method for the determination of primary amines of polynuclear aromatic hydrocarbons [J]. Chro-

matogr Sci, 1969, 7: 694.

- [6] Patrianakos C, Hoffmann D. Chemical studies on tobacco smoke LXIV. On the analysis of aromatic amines in cigarette smoke [J]. Anal Toxicol, 1979, 3: 150-154.
- [7] Pieraccini G, Luceri F, Moneti G. New Gas-chromatographic/Mass Spectrometric Method for the Quantitative Analysis of Primary Aromatic Amines in Main- and Side-stream Cigarette Smoke [J]. Rapid Communications in Mass Spectrometry, 1992, 6: 406-409.
- [8] 龙梅, 谢孟峡, 刘媛. 应用 RP-HPLC 对芳香胺定量分析方法的研究[J]. 北京师范大学学报(自然科学版), 2000, 36(1): 77-81.
- [9] Forehand J B, Dooly G L, Moldoveanu S C. Analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons, phenols and aromatic amines in particulate phase cigarette smoke using simultaneous distillation and extraction as a sole sample clean-up step [J]. JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY A, 2000, 898: 111-124.
- [10] Smith C J, Dooly G L, Moldoveanu S C. New technique using solid-phase extraction for the analysis of aromatic amines in mainstream cigarette smoke [J]. JOURNAL OF CHROMATOGRAPHY A, 2003, 991: 99-107.
- [11] Health Canada, T-202, Determination of 1- and 2- Aminonaphthalene and 3- and 4- Aminobiphenyl in Sidestream Tobacco Smoke[S]. 1999: 1-11.
- [12] 中国国家标准化管理委员会. GB/T 16447-2004/ISO 3402: 1999 调节和测试的大气环境[S]. 中华人民共和国国家标准. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [13] 中国国家标准化管理委员会. GB/T 19609-2004 卷烟-用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油[S]. 中华人民共和国烟草行业标准, 北京: 中国标准出版社, 2005.

《中国烟草科学》2008 年第 6 期目次

- °工业利用。
 - 烤烟致香成分与香气质量的相关性分析 肖协忠, 王放, 贺英, 等 1
 - 湖北烤烟感官质量状况及与其它质量的关系分析 闫铁军, 蔡冰, 毕庆文, 等 7
- °调制分级。
 - 上部烟叶带茎烘烤中主要化学成分变化 王晓宾, 孙福山, 徐秀红, 等 12
 - 武夷山专业化烘烤模式探讨 徐辰生, 白万明, 朱家亮 17
- °测试分析。
 - 紫外分光光度法测定烤烟中的游离烟碱 殷全玉, 杨铁钊, 郭宝银, 等 20
- °生理生化。
 - 利用酶制剂降解烤烟烟叶中淀粉和蛋白质的研究 谢会雅, 朱列书, 牛艳丽, 等 23
- °生物技术。
 - 烟草突变体库及其在功能基因组研究中的应用 蔡刘体, 郑少清, 胡重怡, 等 27
 - 转基因烟草检测方法研究进展 丁福章, 李继新, 袁有波, 等 32
- °遗传育种。
 - 普通烟草种内主要栽培类型间烟叶香味成分的比较与分析 任民, 王日新, 贾兴华, 等 36
- °栽培技术。
 - 施肥对土壤有效氮动态变化和烟叶品质的影响 杨国洪, 单沛祥, 晋艳, 等 43
 - 均匀设计在烤烟栽培技术中的应用 李章海, 韩忠明, 王能如, 等 49
 - 南阳烟区非根际土壤碳素与生态指标关系的分析 沈笑天, 范艺宽, 刘国顺, 等 54
- °植物保护。
 - 内生拮抗细菌 Itb57 和 Itb295 菌株发酵条件初探 李小松, 邢小军, 马冠华, 等 59
- °烟草经济。
 - 潍坊发展现代烟草农业的实践与思考 孟庆宏, 王兆群, 杜传印 64
- °专论。
 - 中式烟叶是发展中式卷烟的原料基础 李传江, 庞宏 68
- °综述。
 - 烟草酶促棕色化反应及调控技术研究进展 李玉娥, 尹启生, 宋纪真, 等 71