



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103698458 A

(43) 申请公布日 2014. 04. 02

(21) 申请号 201310736700. 2

(22) 申请日 2013. 12. 26

(71) 申请人 国家烟草质量监督检验中心

地址 450001 河南省郑州市高新区枫杨街 2 号

(72) 发明人 张洪非 唐纲岭 姜兴益 吴帅宾
李中皓 范子彦 边照阳 刘珊珊
杨飞 王颖 张艳革

(74) 专利代理机构 郑州中民专利代理有限公司
41110

代理人 姜振东

(51) Int. Cl.

G01N 30/88 (2006. 01)

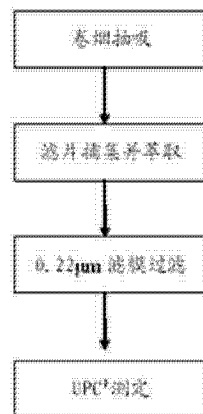
权利要求书2页 说明书8页 附图2页

(54) 发明名称

一种使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法

(57) 摘要

一种使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法,即测定主流烟气中丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛的方法,其特征在于:是利用衍生化试剂处理过的滤片捕集卷烟主流烟气中的主要羰基化合物,通过高效合相色谱法(UPC²)进行分析测定的方法,进而得出主流烟气中八种羰基化合物的含量。采用本发明方法检测卷烟主流烟气中主要羰基化合物的含量,快速有效,前处理简单,平均相对标准偏差小于 7%,各指标的平均回收率在 75%~94% 之间。具有快速准确、灵敏度高及重复性好的优点。



1. 一种使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法,即测定主流烟气中丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛的方法,其特征在于:是利用衍生化试剂处理过的滤片捕集卷烟主流烟气中的主要羰基化合物,通过超高效合相色谱法(UPC²)进行分析测定的方法,进而得出主流烟气中八种羰基化合物的含量,具体步骤如下:

a、衍生化试剂的配制:称取 1.5g 经提纯的 DNPH 固体加入 80mL 乙腈中,加热至 50℃,振荡溶解,加入 200 μL 70% 高氯酸后,冷却至室温后用乙腈定容至 100mL,使用前加热至 50℃,振荡溶解,冷却至室温后使用;

b、滤片的准备:将两张直径为 44mm 玻璃纤维滤片叠放,用移液管或移液枪均匀加入 2mL DNPH 衍生化试剂,放置于真空干燥器内中避光晾干,在卷烟抽吸前,在晾干的滤片上准确加入 1mL DNPH 衍生化试剂,滤片加入衍生化试剂后马上抽吸卷烟;

c、萃取溶液的配制:配置 2% 的吡啶 / 乙腈(v/v) 溶液;

d、样品的准备:按照 GB/T 5606.1 抽取卷烟样品,挑选重量和吸阻合格的烟支(重量:平均值 ± 20mg,吸阻:平均值 ± 50Pa),在温度 22 ± 2℃ 和相对湿度 60 ± 5% 下平衡 48h;按照 GB/T 16450 《常规分析用吸烟机 定义和标准条件》调整检查吸烟机抽吸参数, BORGWALDT-KC 5 孔道吸烟机上抽吸平衡后的卷烟,用经过衍生化试剂处理的剑桥滤片收集主流烟气颗粒物;卷烟抽吸结束后,空吸 2 口,取出捕集器,放置 3 分钟,使烟气中的羰基化合物充分与 DNPH 进行反应,然后马上取出滤片,转移至 150mL 锥形瓶中,用数字可调型瓶口分配器准确加入 100mL 2% 的吡啶 / 乙腈(v/v) 溶液,机械振荡 10min (振荡频率:160-200 转 / 分),静置 2min,取适量萃取液用 0.22 μm 有机相滤膜过滤后,移到 2mL 色谱瓶中,即可进行 UPC² 分析;

e、标准工作溶液制备:分别准确称取 30mg 的丙酮、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 2,4-二硝基苯腈衍生物标准品,40mg 甲醛和 50mg 乙醛的 2,4-二硝基苯腈衍生物标准品至不同的 25mL 的容量瓶中,精确至 0.1mg,分别用乙腈定容作为一级储备液,然后分别移取前述一级储备液中的 1.0mL 的乙醛 DNPH 溶液,0.75 mL 的丙酮 DNPH 溶液,0.5mL 甲醛、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 DNPH 溶液至同一 25mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度,此为二级储备液,然后移取 0.05mL、0.2mL、0.4mL、0.8mL、2.0mL、4.0mL、7.0mL 和 10.0mL 的二级储备液至 10mL 的容量瓶中,用乙腈定容配置 8 级具有一定浓度梯度的标准工作溶液;

f、超高效合相色谱(UPC²)测定:利用超高效合相色谱(配紫外检测器)对标准工作溶液和样品处理液进行检测;

g、卷烟主流烟气主要羰基化合物测定结果的计算

以外标法进行挥发性羰基化合物的定量分析,即以目标羰基化合物的色谱峰面积对其相应浓度进行回归分析,得到标准曲线,对制备好的样品进行检测,测得检出目标羰基化合物的色谱峰面积,代入标准曲线,分别得到样品中的丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛的含量。

2. 根据权利要求 1 所述的使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法,其特征在于:步骤 a 中所述的经提纯的 DNPH 固体是通过重结晶制备而成,具体方法是:取 50g DNPH 加入到 800mL 乙腈中,加热回流至 DNPH 完全溶解,转入到烧杯中密封避光自然冷却,静置过夜, DNPH 结晶经抽滤、乙腈洗涤,真空干燥后转入棕色瓶密封后避光低温

保存。

3. 根据权利要求 1 所述的使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法,其特征在于:超高效合相色谱的分离检测条件如下:

色谱柱:ACQUITY UPC² BEH 2-EP 色谱柱(1.7 μm, 3 mm × 150 mm);

柱温:40℃;

流动相 A:二氧化碳;

流动相 B:甲醇;

柱流量:1.5ml/min;

进样体积:1 μL;

梯度:二元溶剂流动相梯度如表 1 所示:

表 1 梯度表

时间 (min)	A (%)	B (%)	曲线
初始	99.8	0.2	初始
0.10	99.8	0.2	6
1.00	99.7	0.3	6
7.00	99.6	0.4	6
9.00	95.0	5.0	6
10.00	65.0	35.0	6
11.00	99.8	0.2	11
13.00	99.8	0.2	6

检测器:紫外检测器,检测器检测波长为 365nm。

4. 根据权利要求 1 所述的使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法,其特征在于:g 步骤中的卷烟主流烟气中羰基化合物的计算公式为:

$$m = \frac{A \times 100}{4}$$

式中:

m—每支卷烟主流烟气中羰基成分的含量,单位为微克每支(μg/cig);

A—萃取液中羰基化合物的浓度(μg/mL);

100—萃取溶液体积(mL);

4—每次测试抽吸卷烟的支数(cig)。

一种使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法

[0001]

技术领域

[0002] 本发明属于卷烟主流烟气的理化检验技术领域,具体说是一种使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物(丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛)的方法,该方法快速、高效、环保,有利于提高对卷烟主流烟气中羰基化合物检测的效率,同时大大降低有机溶剂的损耗,减少对环境的污染。

背景技术

[0003] 羰基化合物是卷烟主流烟气中的一类重要有害成分,被列入加拿大政府 46 种有害成分名单和 WHO “烟草制品管制研究小组”建议的管制成分清单,因而准确测定卷烟烟气中的挥发羰基化合物对于卷烟危害性评价有重要意义。目前,国内有关卷烟主流烟气中羰基化合物的检测普遍采用《YC/T 254-2008》所规定的高效液相色谱法,此方法的缺点是样品测定时间长,消耗有机溶剂多。超高效合相色谱(Ultra performance convergence chromatography, UPC²)技术是最近提出的一种分离技术,其源于超临界流体色谱技术,由于其以超临界 CO₂ 为主要的流动相,因此具有黏度低、传质性能好、分离效率高、绿色环保的优势;同时,该系统基于 Waters 成熟的 UPLC™ 技术平台,以及亚 2 μm 的色谱柱化学技术,使得仪器的可操控性能、重现性、精密度等方面有一个质的进步。

[0004] 因此,采用 UPC² 建立一种能够快速、高效、环保的测定卷烟主流烟气中羰基化合物的方法很有必要,且目前的公开文献尚未见有此类技术的相关报道。

[0005] 发明内容:

本发明的目的旨在克服现有技术缺陷,提供一种使用 UPC² 测定卷烟主流烟气中羰基化合物的方法。利用本发明提供的测定方法,能快速、高效、环保地检测卷烟主流烟气中羰基化合物的含量。

[0006] 本发明的目的是通过以下技术方案来实现的:

一种使用超高效合相色谱测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物的方法,即测定主流烟气中丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛的方法,是利用衍生化试剂处理过的滤片捕集卷烟主流烟气中的主要羰基化合物,通过高效合相色谱法(UPC²)进行分析测定的方法,进而得出主流烟气中八种羰基化合物的含量,具体步骤如下:

a、衍生化试剂的配制:称取 1.5g 经提纯的 DNPH 固体加入 80mL 乙腈中,加热至 50℃,振荡溶解,加入 200 μL 70% 高氯酸后,冷却至室温后用乙腈定容至 100mL,使用前加热至 50℃,振荡溶解,冷却至室温后使用;所述的经提纯的 DNPH 固体是通过重结晶制备而成,具体方法是:取 50g DNPH 加入到 800mL 乙腈中,加热回流至 DNPH 完全溶解,转入到烧杯中密封避光自然冷却,静置过夜, DNPH 结晶经抽滤、乙腈洗涤,真空干燥后转入棕色瓶密封后避光低温保存。

[0007] b、滤片的准备：将两张直径为 44mm 玻璃纤维滤片叠放，用移液管或移液枪均匀加入 2mLDNPH 衍生化试剂，放置于真空干燥器内中避光晾干，在卷烟抽吸前，在晾干的滤片上准确加入 1mLDNPH 衍生化试剂，滤片加入衍生化试剂后马上抽吸卷烟；

c、萃取溶液的配制：配置 2% 的吡啶 / 乙腈 (v/v) 溶液；

d、样品的准备：按照 GB/T 5606.1 抽取卷烟样品，挑选重量和吸阻合格的烟支 (重量：平均值 $\pm 20\text{mg}$ ，吸阻：平均值 $\pm 50\text{Pa}$)，在温度 $22 \pm 2^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $60 \pm 5\%$ 下平衡 48h；按照 GB/T16450 《常规分析用吸烟机 定义和标准条件》调整检查吸烟机抽吸参数，BORGWALDT-KC 5 孔道吸烟机上抽吸平衡后的卷烟，用经过衍生化试剂处理的剑桥滤片收集主流烟气颗粒物；卷烟抽吸结束后，空吸 2 口，取出捕集器，放置 3 分钟，使烟气中的羰基化合物充分与 DNPH 进行反应，然后马上取出滤片，转移至 150mL 锥形瓶中，用数字可调型瓶口分配器准确加入 100mL 2% 的吡啶 / 乙腈 (v/v) 溶液，机械振荡 10min (振荡频率：160-200 转 / 分)，静置 2min，取适量萃取液用 $0.22 \mu\text{m}$ 有机相滤膜过滤后，移到 2mL 色谱瓶中，即可进行 UPC² 分析；

e、标准工作溶液制备：分别准确称取 30mg 的丙酮、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 2,4-二硝基苯腈衍生物标准品，40mg 甲醛和 50mg 乙醛的 2,4-二硝基苯腈衍生物标准品至不同的 25mL 的容量瓶中，精确至 0.1mg，分别用乙腈定容作为一级储备液，然后分别移取 1.0mL 的乙醛 DNPH 溶液，0.75 mL 的丙酮 DNPH 溶液，0.5mL 甲醛、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 DNPH 溶液至同一 25mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，此为二级储备液，然后移取 0.05mL、0.2mL、0.4mL、0.8mL、2.0mL、4.0mL、7.0mL 和 10.0mL 的二级储备液至 10mL 的容量瓶中，用乙腈定容配置 8 级具有一定浓度梯度的标准工作溶液；

f、超高效合相色谱 (UPC²) 测定：利用超高效合相色谱 (配紫外检测器) 对标准工作溶液和样品处理液进行检测，其超高效合相色谱的分离检测条件如下：

色谱柱：ACQUITY UPC² BEH 2-EP 色谱柱 ($1.7 \mu\text{m}$, $3 \text{mm} \times 150 \text{mm}$)；

柱温： 40°C ；

流动相 A：二氧化碳；

流动相 B：甲醇；

柱流量： 1.5ml/min ；

进样体积： $1 \mu\text{L}$ ；

梯度：二元溶剂流动相梯度如表 1 所示；

表 1 梯度表

时间 (min)	A (%)	B (%)	曲线
初始	99.8	0.2	初始
0.10	99.8	0.2	6
1.00	99.7	0.3	6
7.00	99.6	0.4	6
9.00	95.0	5.0	6
10.00	65.0	35.0	6
11.00	99.8	0.2	11
13.00	99.8	0.2	6

检测器：紫外检测器，检测器检测波长为 365nm。

[0008] g、卷烟主流烟气主要羰基化合物测定结果的计算

以外标法进行挥发性羰基化合物的定量分析,即以目标羰基化合物的色谱峰面积对其相应浓度进行回归分析,得到标准曲线,对制备好的样品进行测定,测得检出目标羰基化合物的色谱峰面积,代入标准曲线,分别得到样品中的丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛的含量。

[0009] 计算公式为:

$$m = \frac{A \times 100}{4}$$

式中:

m—每支卷烟主流烟气中羰基成分的含量,单位为微克每支($\mu\text{g}/\text{cig}$);

A—萃取液中羰基化合物的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$);

100—萃取溶液体积(mL);

4—每次测试抽吸卷烟的支数(cig)。

[0010]

与现有技术相比本发明克服了现有技术样品检测方法的不足,优化了仪器检测条件,本发明具有如下效果:

(1)检测时间短:采用本发明测定卷烟主流烟气中主要羰基化合物周期仅需要 10 分钟左右;

(2)本发明具有操作准确、灵敏度高及重复性好,绿色环保(消耗有机试剂少)的优点。

[0011] ①本发明方法的标准曲线和检出限:

以丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛为检测指标,配制 8 种羰基化合物的工作标准溶液,经超高效合相色谱分析,以目标物色谱峰面积对其相应浓度进行回归分析,得到标准曲线及其回归方程、相关系数,利用最低浓度标液信噪比为 3 时计算出检出限。由表 2 可知,所采用的色谱条件使 8 种羰基有化合物色谱峰都分离较好,并且均具有较好的相关性,检出限在 $0.07 \mu\text{g}/\text{cig}$ - $0.15 \mu\text{g}/\text{cig}$ 之间。

[0012] 表 2 卷烟主流烟气羰基化合物的标准曲线和检出限

序号 No.	羰基化合物	保留时间	线性方程	R^2	检出限① ($\mu\text{g}/\text{cig}$)
1	丁醛	4.699	$Y=1.4E^3X+5.49E^3$	0.9994	0.08
2	2-丁酮	4.993	$Y=1.73E^3X+8.48E^3$	0.9993	0.12
3	丙醛	5.485	$Y=2.76E^3X+2.05E^3$	0.9995	0.09
4	巴豆醛	5.704	$Y=4.02E^3X+1.23E^3$	0.9996	0.08
5	丙烯醛	5.920	$Y=2.31E^3X-4.29E^3$	0.9999	0.07
6	丙酮	6.974	$Y=2.08E^3X+1.07E^3$	0.9991	0.11
7	乙醛	8.409	$Y=2.13E^3X+9.96E^3$	0.9998	0.15
8	甲醛	8.539	$Y=2.57E^3X+8.00E^3$	0.9998	0.08

注：①检出限以 3 倍信噪比 ($S/N = 3$) 计算。

[0013] ②本发明方法的重复性和加标回收率：

表 3 卷烟主流烟气羰基化合物的回收率和重复性 ($n=5$)

名称	样品平均含量 ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	加标含量 ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	回收率 (%)	RSD (%)
丁醛	46.1	10	87	7.1
		30	87	6.6
		100	93	4.4
2-丁酮	67.7	10	91	6.3
		30	86	5.3
		100	93	4.3
丙醛	65.0	10	85	4.7
		50	89	5.8
		100	95	6.5
巴豆醛	24.5	2	86	4.6
		10	87	6.5
		20	93	9.3
丙烯醛	71.3	10	83	7.1
		50	89	5.5
		100	94	6.2
丙酮	259.0	50	83	5.2
		150	92	6.0
		300	96	4.3
乙醛	622.8	100	75	4.5
		500	89	3.6
		1000	94	2.0
甲醛	105.7	50	93	2.3
		150	93	2.5
		300	96	3.0

对样品进行高、中、低不同浓度水平的标准溶液加标回收率试验,每个样品分别测定 5 次,计算本方法各种卷烟主流烟气中主要羰基化合物的回收率及加标后测定值的相对标准偏差,结果见表 3。由表 3 可以看出,在 3 个加标水平上,利用此方法检测卷烟主流烟气中主要羰基化合物的回收率在 75%~94% 之间。样品测试结果的平均相对偏差小于 7%;说明本法的回收率较高,重复性较好。

附图说明

[0014] 图 1 本发明的测定方法流程图;

图 2 混标溶液色谱图;

图 3 卷烟样品色谱图。

[0015] 图 2、3 中:1. 丁醛、2. 2-丁酮、3. 丙醛、4. 巴豆醛、5. 丙烯醛、6. 丙酮、7. 乙醛、8. 甲醛。

具体实施方式

[0016] 本发明结合实例做进一步描述。

[0017] 实例 1：

1. 试剂与仪器：

标准品：甲醛、乙醛、丙酮、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 2,4-二硝基苯腙衍生物标准品(TCI 公司)；

试剂：乙腈、甲醇(色谱纯,韩国 Duksan pure chemicals 公司)。二氧化碳(食品级,河南源正科技发展有限公司)。实验用水为 Milli-Q 纯水系统所制去离子水；2,4-二硝基苯腙(DNPH)为分析纯试剂(使用前重结晶)；高氯酸为分析纯试剂；

仪器：BORGWALDT-KC 5 孔道侧流吸烟机(BORGWALDT-KC, German)；沃特世 ACQUITY UPC² 系统,配 ACQUITY UPC² PDA 检测器(美国 Waters 公司)。ACQUITY UPC² BEH 2-EP 色谱柱(1.7 μm , 3 mm \times 150 mm)(美国 Waters 公司)。GB204 电子天平,感量:0.0001 g(瑞士 Mettler 公司)。昆山 KQ-700DB 台式数控超声仪(昆山市超声仪器有限公司)。有机相针式滤器,13 mm \times 0.22 μm (上海安谱科学仪器有限公司)。

[0018] 2. 样品处理：

按照 GB/T 5606.1 抽取卷烟样品,挑选重量和吸阻合格的烟支(重量:平均值 \pm 20mg,吸阻:平均值 \pm 50Pa),在温度 $22 \pm 2^\circ\text{C}$ 和相对湿度 $60 \pm 5\%$ 下平衡 48h;按照 GB/T16450《常规分析用吸烟机 定义和标准条件》调整检查吸烟机抽吸参数, BORGWALDT-KC 5 孔道吸烟机上抽吸平衡后的卷烟,用经过衍生化试剂处理的剑桥滤片收集主流烟气颗粒物;卷烟抽吸结束后,空吸 2 口,取出捕集器,放置 3 分钟,使烟气中的羰基化合物充分与 DNPH 进行反应,然后马上取出滤片,转移至 150mL 锥形瓶中,用数字可调型瓶口分配器准确加入 100mL 2%的吡啶/乙腈(v/v)溶液,机械振荡 10min(振荡频率:160-200 转/分),静置 2min,取适量萃取液用 0.22 μm 有机相滤膜过滤后,移到 2mL 色谱瓶中,即可进行 UPC² 分析;

3. 标准工作溶液制备：

标准工作溶液制备:分别准确称取 30mg 的丙酮、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 2,4-二硝基苯腙衍生物标准品,40mg 甲醛和 50mg 乙醛的 2,4-二硝基苯腙衍生物标准品至不同的 25mL 的容量瓶中,精确至 0.1mg,分别用乙腈定容作为一级储备液,此溶液密封于 4°C 存放,有效期为一年;然后分别移取 1.0mL 的乙醛 DNPH 溶液,0.75 mL 的丙酮 DNPH 溶液,0.5mL 甲醛、丙烯醛、丙醛、巴豆醛、2-丁酮、丁醛的 DNPH 溶液至 25mL 容量瓶中,用乙腈定容至刻度,此为二级储备液,密封于 4°C 存放,有效期为 20 天;然后移取 0.05mL、0.2mL、0.4mL、0.8mL、2.0mL、4.0mL、7.0mL 和 10.0mL 的二级储备液至 10mL 的容量瓶中,用乙腈定容配置 8 级具有一定浓度梯度的标准工作溶液,有效期为 20 天。标准溶液置于冰箱保存,取用时置于常温下,达到常温后方可使用。各指标浓度如表 4 所示：

表 4 标准溶液浓度

名称	1# $\mu\text{g/mL}$	2# $\mu\text{g/mL}$	3# $\mu\text{g/mL}$	4# $\mu\text{g/mL}$	5# $\mu\text{g/mL}$	6# $\mu\text{g/mL}$	7# $\mu\text{g/mL}$	8# $\mu\text{g/mL}$
丁醛	0.0265	0.1061	0.2122	0.4243	1.0608	2.1216	3.7128	5.3040
2-丁酮	0.0312	0.1250	0.2500	0.5000	1.2499	2.4998	4.3747	6.2495
丙醛	0.0303	0.1211	0.2423	0.4846	1.2115	2.4230	4.2402	6.0574
巴豆醛	0.0305	0.1222	0.2444	0.4888	1.2220	2.4440	4.2769	6.1099
丙烯醛	0.0305	0.1221	0.2441	0.4882	1.2205	2.4411	4.2719	6.1027
丙酮	0.0455	0.1818	0.3637	0.7274	1.8184	3.6368	6.3643	9.0919
乙醛	0.0844	0.3375	0.6749	1.3499	3.3747	6.7494	11.8114	16.8734
甲醛	0.0226	0.0904	0.1807	0.3614	0.9035	1.8070	3.1623	4.5176

4. 测定方法：

以目标羰基化合物的色谱峰面积对其相应浓度进行回归分析，得到标准曲线。对制备好的样品进行测定，测得检出目标羰基化合物的色谱峰面积，代入标准曲线，分别得到样品中的丁醛、2-丁酮、丙醛、巴豆醛、丙烯醛、丙酮、乙醛、甲醛的含量，结果见表 5。

[0019] 表 5 卷烟主流烟气中主要羰基化合物检测结果

化合物	含量(μg/cig)
丁醛	42.2
2-丁酮	62.5
丙醛	58.5
巴豆醛	20.2
丙烯醛	60.5
丙酮	248
乙醛	574.8
甲醛	82.7

超高效合相色谱的分离检测条件：

色谱柱：ACQUITY UPC² BEH 2-EP 色谱柱(1.7 μm, 3 mm × 150 mm)

柱温：40℃；

流动相 A：二氧化碳；

流动相 B：甲醇；

柱流量：1.5ml/min；

进样体积：1 μL；

梯度：二元溶剂流动相梯度如表 1 所示；

检测器：紫外检测器；

选优的，检测器检测波长为 365nm。

[0020] 实例 2：

具体步骤如实施例 1 所述，选择另一牌号卷烟(样品 B)，测得卷烟主流烟气中主要羰基化合物的含量见表 6。

[0021] 表 6 卷烟主流烟气中主要羰基化合物检测结果

化合物	含量(μg/cig)
丁醛	39.6
2-丁酮	57.6
丙醛	61.9
巴豆醛	20.4
丙烯醛	70
丙酮	246.5
乙醛	606.5
甲醛	108.2

实例 3：

具体步骤如实施例 1 所述，选择另一牌号卷烟(样品 C)，测得卷烟主流烟气中主要羰基化合物的含量见表 7。

[0022] 表 7 卷烟主流烟气中主要羰基化合物检测结果

化合物	含量(μg/cig)
丁醛	40.9
2-丁酮	58.5
丙醛	63.2

巴豆醛	22.3
丙烯醛	71.3
丙酮	245.8
乙醛	596.2
甲醛	108.8

实例 4：

具体步骤如实施例 1 所述,选择有害成分参比卷烟(样品 D),测得卷烟主流烟气中主要羰基化合物的含量见表 8。

[0023] 表 8 卷烟主流烟气中主要羰基化合物检测结果

化合物	含量(μg/cig)
丁醛	44.9
2-丁酮	64.7
丙醛	62.1
巴豆醛	21.8
丙烯醛	65.8
丙酮	270.1
乙醛	627.0
甲醛	73.5

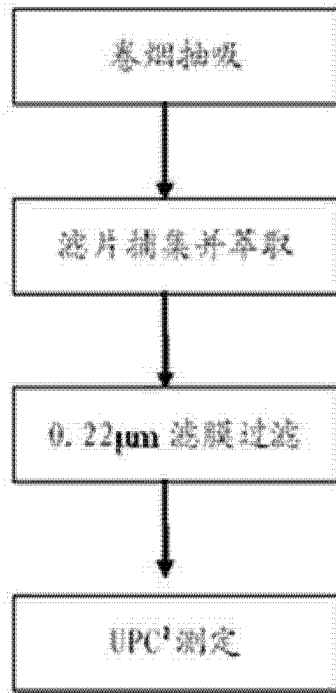


图 1

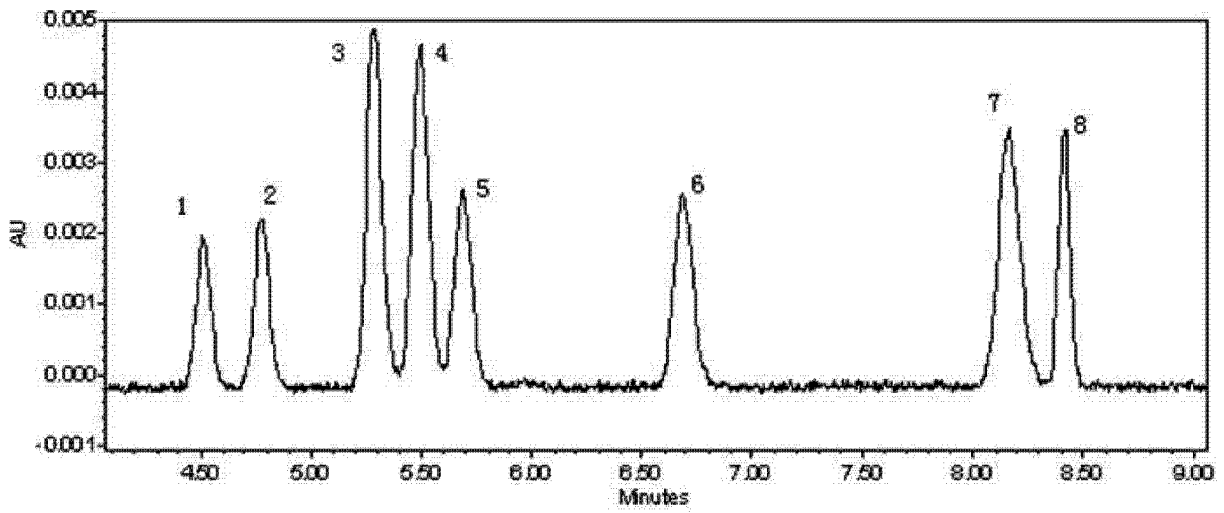


图 2

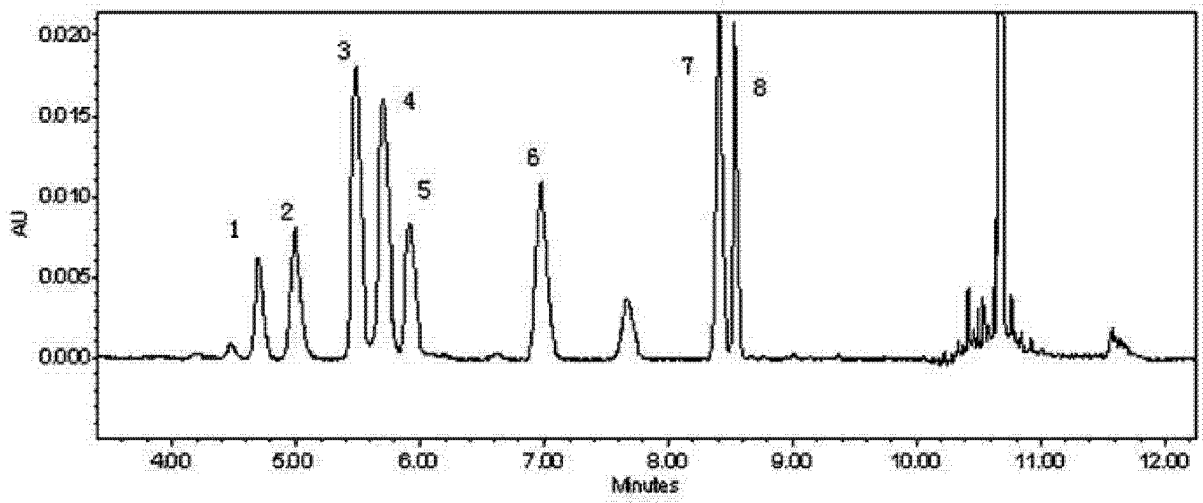


图 3