

文章编号: 1002- 1124(2005) 06- 0028- 02

分
析
测
试

气相色谱- 质谱法测定卷烟 烟气总粒相物中的三醋酸甘油酯

何爱民

(石家庄卷烟厂 技术中心, 河北 石家庄 050051)

摘 要: 以异丙醇为溶剂, 茴香脑为内标, 采用 HP- 1MS 毛细管柱(30m × 0. 25mm i. d × 0. 25 μ m d. f), 建立了卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯的气相色谱/ 质谱分析方法。该方法的线性范围为 0. 0323~ 0. 776mg • mL⁻¹ ($r = 0. 99997$), 平均回收率为 99. 13%, RSD 为 0. 83%。并应用该法测定了部分卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯的含量。

关键词: 卷烟烟气总粒相物; 三醋酸甘油酯; 气相色谱/ 质谱; 内标法

中图分类号: O657. 63 文献标识码: A

Determination of triacetin in cigarette smoke condensates by GC/ MS

HE Ai- min

(Technical Center of Shijiazhuang Cigarette Factory, Shijiazhuang 050051, China)

Abstract: A method for determining triacetin in cigarette smoke condensates by GC/MS with an HP- 1MS capillary column (30m × 0. 25mm i. d × 0. 25 μ m d. f) and anethole as an internal standard. The linear range of this method was from 0. 0323 to 0. 776mg • mL⁻¹ triacetin ($r = 0. 99997$). The average recovery of triacetin was 99. 13% and the RSD of this method was 0. 83%. The contents of triacetin in some cigarette smoke condensates were determined with this method.

Key words: cigarette smoke condensate; triacetin; GC/ MS; internal standard method

三醋酸甘油酯是醋酸纤维滤棒生产中常用的增塑剂^[1], 目标用量一般为 6% ~ 10%。当三醋酸甘油酯在滤棒中的用量较多时, 会加大向卷烟烟丝的转移量, 从而影响卷烟的抽吸质量^[2]。目前, 滤棒中三醋酸甘油酯含量的测定有大量的文献报道^[3- 6], 而关于卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯含量的测定报道较少。本文建立了卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯的气相色谱/ 质谱分析方法。

1 实验部分

1. 1 仪器与试剂

HP6890N/ 5973N 气相色谱/ 质谱仪(美国惠普公司); ASM500 吸烟机(英国); AP250D 分析天平(0. 1/ 0. 01mg, 瑞士 OHAUS 公司); 5510 超声波提取器(美国 BRANSONIC 公司); HY- 2 调速多用振荡器(常州国华电器有限公司)。

异丙醇(A. R., 天津市百世化工有限公司), 茴

香脑(GC 标样, 含量 99. 9%, Superch 公司), 三醋酸甘油酯(含量 > 99%, Sigma 公司); 卷烟样品购自本地市场。

1. 2 样品制备与分析

随机抽取 10 支卷烟, 分成 2 组, 在 ASM500 吸烟机上抽吸环境温度(22 ± 2) °C, 湿度 60% ± 5%, 每 5 支卷烟的烟气用一个剑桥滤片捕集, 吸完后立即将 2 个剑桥滤片置于含有 20. 0mL 萃取溶液的 100mL 具塞锥形瓶中。用 1/ 4 片干净的剑桥滤片擦拭捕集器内表面, 并放入锥形瓶中, 室温(约 25 °C) 下振荡提取 30min 后进样分析^[7]。采用 NIST、WILEY 谱库串联检索定性, 对比保留时间确认, 选择离子内标标准曲线法定量。

采用的 GC/ MS 条件为: 色谱柱: HP- 1MS(30m × 0. 25mm i. d × 0. 25 μ m d. f) 毛细管柱; 进样口温度 250 °C; 进样量 1. 0 μ L, 快速分流进样, 分流比 100: 1; 载气: He, 流速 0. 9 mL • min⁻¹; 程序升温: 初始温度 100 °C, 以 15 °C • min⁻¹ 升 175 °C, 再以 25 °C • min⁻¹ 升至 300 °C; 传输线温度 220 °C; 离子源温度 230 °C; 电离电压 70V e; 选择离子扫描, 扫描离子: 43amu、148amu。实际样品的选择离子流色谱图见图 1。

收稿日期: 2005- 03- 16

作者简介: 何爱民(1971-), 工程硕士, 石家庄卷烟厂技术中心工程师, 主要从事化学分析和设备电气自动化工作。

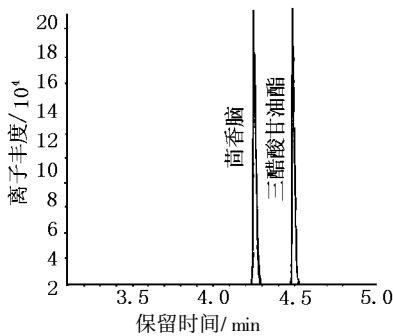


图 1 样品的选择离子流色谱图

2 结果与讨论

2.1 工作曲线

准确称取 161.6mg 三醋酸甘油酯于 100mL 容量瓶中,用萃取溶液定容至刻度,摇匀。准确量取 0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 和 12.0mL 上述溶液于 6 个 25mL 容量瓶中,用萃取溶液定容至刻度,摇匀。分别对这些标准溶液进行 GC/MS 分析,测定三醋酸甘油酯和茴香脑选择离子流(43amu, 148amu)色谱峰峰面积,以三醋酸甘油酯与茴香脑峰面积比(Y)对相应的三醋酸甘油酯浓度(X , mg·mL⁻¹) 进行线性回归分析,求得回归方程为: Y= 5.891X+ 0.000636, 相关系数 r= 0.99997, 说明在 0.0323~ 0.776mg·mL⁻¹ 浓度范围内,三醋酸甘油酯的工作曲线线性良好。按 3 倍信噪比计算得本方法检测限为 0.0081 ng·mL⁻¹。

2.2 精度

在相同条件下对同一卷烟样品进行 6 次抽吸、测试,测得方法的 RSD 为 0.83%。说明本方法的精度较高,符合分析要求。

2.3 回收率

采用标样加入法测定回收率,即在同一样品中分别加入一定量的标样,然后进行萃取处理和测定。并由三醋酸甘油酯的测定量、加标量和原含量计算其回收率,结果见表 1。

表 1 回收率测定结果

样品含量	加入量	测定值	回收率	平均回收率
/mg	/mg	/mg	/ %	/ %
0.998	0.888	1.875	98.76	99.13
	5.328	6.313	99.76	
	8.880	9.779	98.88	

由表 1 可知,在不同浓度下的回收率在 98.76% ~ 99.76% 之间,说明方法比较准确、可靠。

采用本方法测定了部分卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯的含量,结果见表 2。

表 2 样品的测定结果

样品编号	# 1	# 2	# 3	# 4	# 5	# 6	# 7	# 8	# 9	# 10
三醋酸甘油酯含量	0.18	0.33	0.24	0.16	0.27	0.30	0.19	0.34	0.24	0.34
/mg·支 ⁻¹										

3 结论

研究了采用 GC/MS 选择离子模式测定卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯的方法。结果表明方法的平均回收率接近 100%, RSD 小于 1%, 样品前处理简便,测定的精密度和准确度高,可以用于卷烟烟气总粒相物中三醋酸甘油酯的测定。

参 考 文 献

[1] 石万聪,石志博,蒋平平. 增塑剂及其应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.

[2] 杨厚民. 滤嘴的理论与技术[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1994.

[3] 马丽娜,施文庄,李琼芳,等. 气相色谱法测定醋纤滤棒中的三醋酸甘油酯[J]. 烟草科技, 2005, (2): 28- 29.

[4] 彭军仓,何育萍,陈黎,等. 滤棒和增塑剂中三醋酸甘油酯的定量分析[J]. 烟草科技, 2004, (8): 36- 37.

[5] 袁行思. 用固相微萃取法定量分析滤棒内的三醋酸甘油酯[J]. 烟草科技, 2001, (4): 29- 34.

[6] 于世林. 高效液相色谱方法及应用术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000.

新加坡大学开发吸收 CO₂ 薄膜技术

新加坡南洋理工大学正在研发中空纤维薄膜接触器,用来吸收石油燃料燃烧过程中排放的 CO₂。南洋理大研究人员说,他们希望所开发的薄膜接触器能够比现有的接触器多吸收 30 倍的 CO₂,但占地面积只有目前接触器的 65%,成本少 25%。这项研究工作已经进入第 2 年,预计两年后新技术将推向市场。现在发电厂一般使用化学吸收剂来吸收 CO₂。薄膜技术虽能增加 CO₂ 的吸收量,但现有薄膜易遭化学物质损坏,必须不断更新,经济效益不佳。