

# 气相色谱-串联质谱法测定卷烟主流烟气中 7种酚类化合物

吴永良, 李燕垣, 彭云铁

(广东省质量监督烟草检验站, 广东 广州 510610)

**摘要:**建立了气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)法检测卷烟主流烟气中苯酚、邻甲酚、间甲酚、对甲酚、邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚7种酚类化合物。在标准抽吸条件下,用剑桥滤片收集5支卷烟主流烟气粒相物,经异丙醇超声提取后,利用GC-MS/MS的多反应监测模式(MRM)测定,内标法定量。在优化的前处理及仪器条件下,7种酚类化合物呈现良好的线性关系( $R^2 \geq 0.9986$ ),定量限为0.012~0.021  $\mu\text{g}/\text{cig}$ ,加标回收率为91.1%~107.7%,相对标准偏差(RSD)为2.5%~6.6%。该方法操作简单、分析时间短、准确可靠、灵敏度高,适用于卷烟主流烟气中酚类化合物的检测分析。

**关键词:**卷烟;主流烟气;酚类;气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)

中图分类号:O657.63 文献标志码:A 文章编号:1004-2997(2018)03-0376-09

doi:10.7538/zpzb.2017.0089

## Determination of Seven Phenolic Compounds in Mainstream Cigarette Smoke by Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

WU Yong-liang, LI Yan-yuan, PENG Yun-tie

(Guangdong Tobacco Quality Supervision and Test Station, Guangzhou 510610, China)

**Abstract:** A method for simultaneous determination of 7 phenolic compounds (phenol, *o*-cresol, *m*-cresol, *p*-cresol, catechol, resorcinol, hydroquinone) in mainstream cigarette smoke was developed using gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS). The total particulate matter (TPM) of 5 cigarettes in mainstream cigarette was trapped by a 44 mm Cambridge filter pad with a Cerulean SM450 smoking machine under standard smoking condition. The filter pad which collected TPM was extracted on an ultrasonic generator for 20 min with 50 mL isopropanol and 100  $\mu\text{L}$  ISTD solution containing 1 mg/L of 1-phenylethyl propionate. The solution extract was filtered through 0.45  $\mu\text{m}$  pore size nylon filters, and then was analyzed by GC-MS/MS under multiple reaction monitoring (MRM) mode and was determined by ISTD method under the optimized conditions. In order to get good extraction efficiencies of phenolic

收稿日期:2017-05-06;修回日期:2017-07-17

作者简介:吴永良(1983—),男(汉族),湖北大冶人,工程师,从事烟草、烟用香精和烟用辅助材料化学成分分析检验工作。

E-mail: wuyl@gd.tobacco.gov.cn

网络出版时间:2018-02-11;网络出版地址: <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2979.TH.20180210.1355.014.html>

compounds during a short time, 4 different extraction solvents (cyclohexane, dichloromethane, isopropanol, methanol), 3 different extraction solvent volumes (20, 50, 100 mL) and 6 different ultrasonic extraction times (5, 10, 20, 30, 40, 60 min) were tested. The optimum condition was that 50 mL isopropanol extracted for 20 min. 4 compounds (propyl benzoate, 1-phenylethyl propionate, *n*-heptadecane, benzyl benzoate) were tested for choosing the suitable ISTD compounds. The results indicate that propyl benzoate and 1-phenylethyl propionate are suitable for ISTD compounds. 3 different polarity capillary columns (HP-5MS UI, DB-35MS, HP-INNOWAX) with the same column dimensions (30 m×0.25 mm×0.25 μm) were inspected. Both the best separation and peak shapes of seven phenolic compounds are achieved on the HP-5MS UI capillary column. The results showed that the linearity of phenols were above 0.998 6. The limits of quantification (LOQs) were 0.012-0.021 μg/cig. The recoveries were 91.1%-107.7% with the relative standard deviations (RSDs) lower than 6.6%. It was clearly advantageous for assays of phenolic compounds present in complicated matrices of mainstream cigarette smoke. As a part of the validation procedure, 12 brands of cigarettes were tested by the designed method. This method is suitable for the rapid determination of seven phenolic compounds in mainstream cigarette smoke with easy operation, high sensitivity, excellent precision and high throughput.

**Key words:** cigarette; mainstream smoke; phenolic compounds (phenols); gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS)

卷烟主流烟气中的酚类化合物主要由多酚类化合物(绿原酸和芸香苷)、木质素和纤维素在卷烟燃烧过程中热裂解生成<sup>[1]</sup>。目前,已报道的卷烟烟气中酚类物质有50多种,其中含量最高的为苯酚、邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚、邻甲酚、间甲酚、对甲酚7种酚类化合物<sup>[2]</sup>。酚类化合物对人体健康的影响常表现为两面性,既具有基因毒性和致癌作用,又具有抗基因毒性和抗癌作用<sup>[3-4]</sup>。因此,对卷烟主流烟气中酚类化合物的分析检测具有重要意义。

卷烟烟气是一个非常复杂的混合物体系,其中含有超过5000种化合物,且酚类化合物含量很低,实现其准确定量难度较大。目前,卷烟主流烟气中酚类化合物的检测方法主要有:气相色谱法(GC)<sup>[5-6]</sup>、气相色谱-质谱法(GC/MS)<sup>[7-10]</sup>、液相色谱法(HPLC)<sup>[11-17]</sup>、液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS)<sup>[18-20]</sup>等。传统的GC法灵敏度低,需要对样品衍生化,前处理复杂;GC/MS法得到的色谱杂峰较多,一般需要固相萃取净化样品;最常用的是HPLC法,但分析时间长,对低含量的间苯二酚定量准确性较差;HPLC-MS/MS仪器昂贵,不易普及。气相

色谱-串联质谱法(GC-MS/MS)检出限低、抗干扰能力强、定性准确,适合复杂基质样品中痕量化合物的测定,目前,尚未见该方法应用于检测卷烟主流烟气中酚类化合物的报道。

本研究拟采用GC-MS/MS法检测卷烟主流烟气中的酚类化合物,希望为卷烟有害物质的分析研究提供方法参考。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器、材料与试剂

7890B-7000C气相色谱-串联质谱仪:美国Agilent公司产品;SM450直线型吸烟机:英国Cerulean公司产品;AG245电子分析天平(感量0.01 mg):瑞士Mettler Toledo公司产品;KH-500DE超声波发生器:昆山禾创公司产品;HY-5振荡器:常州澳华公司产品。

卷烟样品:均来源于市售卷烟样品;44 mm剑桥滤片:英国Whatman公司产品;0.45 μm有机相滤膜:上海安谱公司产品。

苯酚、邻甲酚、间甲酚、对甲酚、邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚:纯度99.0%,美国Supelco公司产品;苯甲酸丙酯、十七烷、苯甲酸苄酯:纯度

99.0%,美国 Sigma-Aldrich 产品;丙酸苯乙酯:纯度 99.0%,Acros 公司产品;环己烷、二氯甲烷、异丙醇、甲醇:HPLC 级,德国 CNW 公司产品。

### 1.2 溶液配制

内标溶液:称取约 0.1 mg 丙酸苯乙酯,用异丙醇溶解,定容于 100 mL 棕色容量瓶。

一级混合标准溶液:分别称取约 150 mg 邻苯二酚、对苯二酚,约 50 mg 苯酚,约 25 mg 邻甲酚、间甲酚、对甲酚,约 10 mg 间苯二酚(精确至 0.01 mg),用异丙醇溶解,定容于 100 mL 棕色容量瓶。

二级混合标准溶液:准确移取 10 mL 一级混合标准溶液于 100 mL 容量瓶中,并用异丙醇定容。

标准工作溶液:分别准确移取 0.1、0.2、0.5 mL 二级标准溶液,0.1、0.2、0.5 mL 一级标准溶液至 50 mL 棕色容量瓶中,再加入 100  $\mu$ L 内标溶液,用异丙醇定容。

### 1.3 样品前处理

按照 GB/T 16450 和 GB/T 19609 规定的

方法捕集 5 支卷烟的总颗粒物<sup>[21-22]</sup>。将捕集有总颗粒物的剑桥滤片置于 100 mL 锥形瓶中,加入 100  $\mu$ L 内标溶液和 50 mL 异丙醇萃取剂,超声提取 20 min。静置,冷却至室温后,将萃取液过 0.45  $\mu$ m 有机滤膜,然后将滤液转移至色谱分析瓶中,用于 GC-MS/MS 分析测定。

### 1.4 实验条件

**1.4.1 色谱条件** 色谱柱:HP-5MS UI 毛细管柱(30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu$ m);载气:氦气,恒流模式,流速 1.2 mL/min;进样口温度:250  $^{\circ}$ C;进样量:1.0  $\mu$ L;分流比:20:1;升温程序:从 80  $^{\circ}$ C 以 6  $^{\circ}$ C/min 升至 140  $^{\circ}$ C,再以 20  $^{\circ}$ C/min 升至 280  $^{\circ}$ C,保持 5 min。

**1.4.2 质谱条件** EI 离子源电离能量:70 eV;离子源温度:230  $^{\circ}$ C;传输线温度:280  $^{\circ}$ C;四极杆温度:150  $^{\circ}$ C;扫描模式:多反应监测模式(MRM);溶剂延迟:2 min;碰撞气流速:氮气 1.5 mL/min,氦气 2.25 mL/min。优化后的保留时间、定量和定性离子对及碰撞能量列于表 1。

表 1 7 种酚类化合物和内标的保留时间和 MRM 参数

Table 1 Retention time and MRM parameters of 7 phenolic compounds and ISTD

化合物 Compounds	保留时间 $t_R$ /min	定量离子对(碰撞电压/eV) Quantitative ion pairs (Collision voltage/eV)	定性离子对(碰撞电压/eV) Qualitative ion pairs (Collision voltage/eV)
苯酚	3.243	94.0 > 66.0(15)	94.0 > 40.1(20)
邻甲酚	4.197	107.0 > 77.0(18)	108.0 > 79.0(20)
间甲酚、对甲酚	4.484	107.0 > 77.0(18)	108.0 > 79.0(15)
邻苯二酚	6.531	110.0 > 64.0(20)	110.0 > 92.0(20)
对苯二酚	7.916	110.0 > 81.0(20)	110.0 > 39.1(20)
间苯二酚	8.124	110.0 > 82.0(14)	110.0 > 39.1(20)
丙酸苯乙酯(内标)	8.284	105.0 > 77.0(20)	105.0 > 79.0(20)

### 1.5 结果计算

卷烟主流烟气中酚类化合物的释放量由式(1)计算得出:

$$m = \frac{A \times V}{n} \quad (1)$$

式中: $m$  为每支卷烟酚类化合物的释放量( $\mu$ g/cig); $A$  为萃取溶液中酚类化合物的浓度(mg/L); $V$  为萃取溶液的体积(mL); $n$  为每次测试抽吸卷烟的支数(cig)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品前处理条件的优化

**2.1.1 提取剂及用量的选择** 提取剂是影响提取效率的关键因素,提取剂与目标物的极性越接近,目标物在溶剂中的溶解度就越大,越易被提取。实验比较了环己烷、二氯甲烷、异丙醇和甲醇 4 种不同极性溶剂的萃取效率,结果列于表 2。结果表明:环己烷提取邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚的效率较低;二氯甲

烷提取苯酚、邻甲酚、间甲酚、对甲酚的效率较低;异丙醇和甲醇对各化合物的提取效率相似,但异丙醇的毒性小于甲醇,因此选择异丙醇为提取剂。

提取剂的用量至少应可浸没捕集滤片。本

实验考察了20、50、100 mL 异丙醇提取剂对提取效率的影响,结果列于表3。可见,当提取剂为20 mL时,7种酚类化合物的测定结果均略低于50 mL和100 mL。综合考虑,选择提取剂用量为50 mL。

表2 不同提取剂的提取效率比较

Table 2 Comparison of extraction efficiency of different extraction solvents

提取剂 Extraction solvents	测定值 Measured values/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )					
	苯酚	邻甲酚	间甲酚+对甲酚	邻苯二酚	对苯二酚	间苯二酚
环己烷	16.5	4.5	13.8	26.9	14.1	1.7
二氯甲烷	15.1	4.2	12.8	33.3	29.1	2.5
异丙醇	16.3	4.4	13.2	35.2	32.3	2.5
甲醇	16.5	4.4	13.4	35.6	32.5	2.6

表3 不同提取溶剂量的比较

Table 3 Comparison of extraction efficiency of different extraction solvent volumes

提取剂体积 Extraction solvents volumes/mL	测定值 Measured values/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )					
	苯酚	邻甲酚	间甲酚+对甲酚	邻苯二酚	对苯二酚	间苯二酚
20	16.0	4.3	13.0	34.6	31.5	2.6
50	16.5	4.5	13.1	35.2	32.5	2.8
100	16.4	4.5	13.3	35.3	32.4	2.7

**2.1.2 提取方式与时间的优化** 本实验考察了振荡和超声2种提取方式,提取时间分别为5、10、20、30、40、60 min,提取效率示于图1。超声提取的提取效率略优于振荡提取,当提取时间达到20 min后,继续延长提取时间,提取效率没有明显变化。因此选择

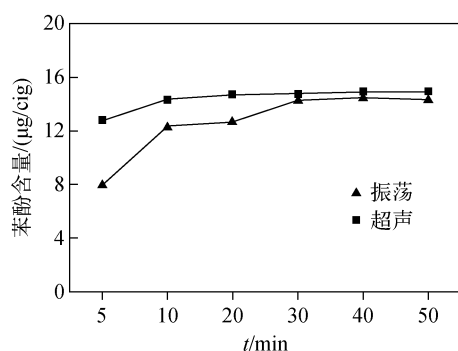


图1 不同提取方式和提取时间的比较

Fig. 1 Comparison of different extraction methods and extraction time

超声提取20 min。

## 2.2 色谱-质谱条件优化

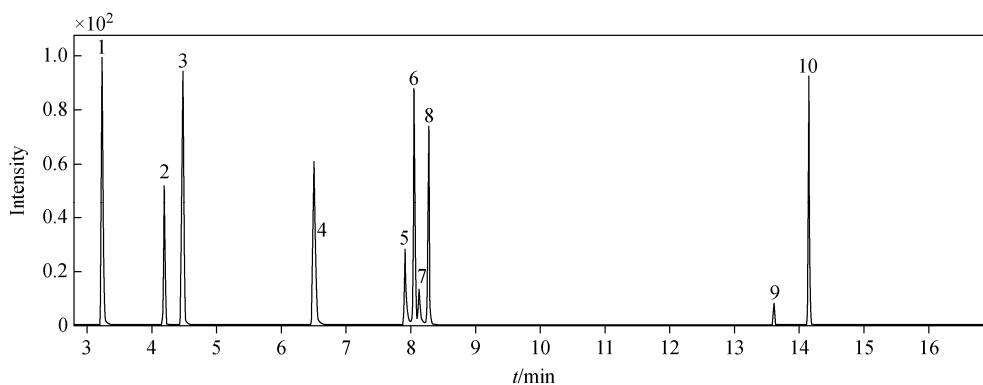
**2.2.1 内标的选择** 实验选取了烟草检测中常用的苯甲酸丙酯、丙酸苯乙酯、十七烷、苯甲酸苄酯为研究对象,考察各化合物作为内标物对检测结果的影响,结果示于图2。可见,十七烷和苯甲酸苄酯与目标物保留时间差别较大,不适合作为内标物;苯甲酸丙酯和丙酸苯乙酯与目标物保留时间较接近,且相对响应较高,可作为内标物。本实验选用丙酸苯乙酯为内标物。

**2.2.2 色谱柱与程序升温条件的确定** 实验分别考察了弱极性的 HP-5MS UI、中极性的 DB-35MS 和强极性的 HP-INNOWAX(规格均为  $30\text{ m}\times 0.25\text{ mm}\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$ )3种毛细管柱对7种酚类化合物的分离效果。结果表明,HP-INNOWAX 色谱柱能够实现间甲酚和对甲酚的完全分离,但邻、间、对苯二酚的相对响应较弱;HP-5MS UI 和 DB-35MS 色

谱柱均不能实现间甲酚和对甲酚的完全分离,但各酚类化合物的峰形较好、相对响应较强, DB-35MS 色谱柱目标物保留时间比 HP-5MS UI 更长。因此,选取 HP-5MS UI 色谱柱为分析柱。

实验中优化后的升温程序为:从 80 °C 以

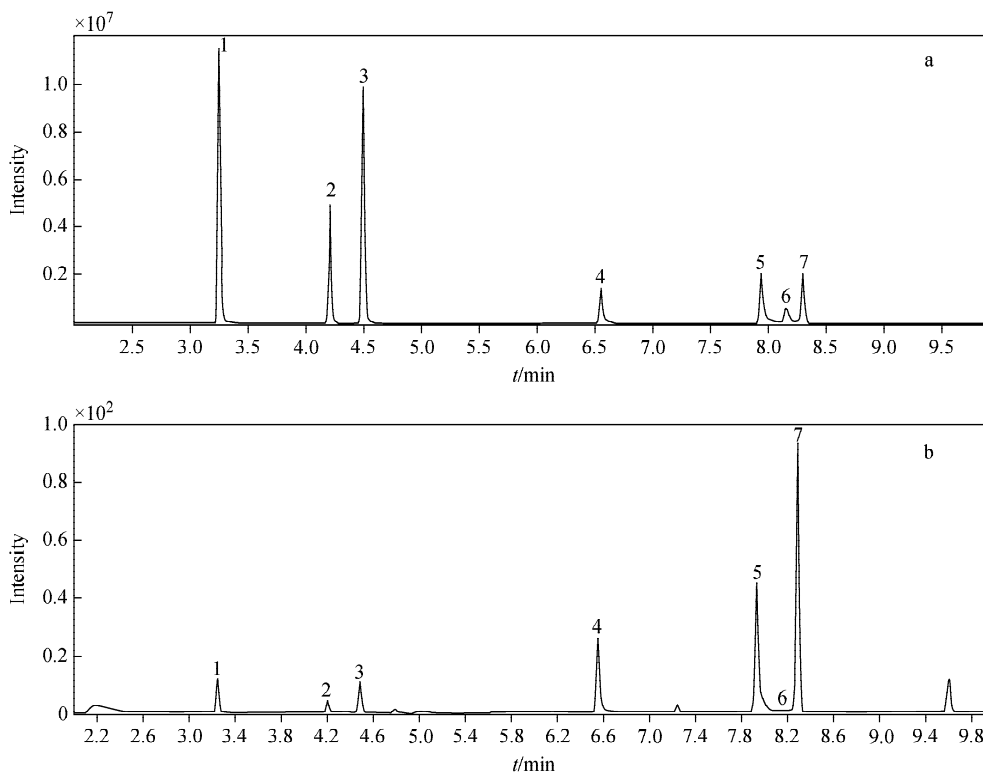
6 °C/min 升温至 140 °C,再以 20 °C/min 升温至 280 °C,保持 5 min。在该条件下,仅间甲酚和对甲酚不能得到有效地分离,其余各物质均能较好地分离,且出峰较快,结果示于图 3。由于间甲酚和对甲酚不能完全分离,本实验将二者的释放量合并计算。



1. 苯酚; 2. 邻甲酚; 3. 间甲酚+对甲酚; 4. 邻苯二酚; 5. 对苯二酚;  
6. 苯甲酸丙酯; 7. 间苯二酚; 8. 丙酸苯乙酯; 9. 十七烷; 10. 苯甲酸苄酯

图 2 备选内标物和目标物的色谱图

Fig. 2 Chromatograms of alternative internal standard compounds and target compounds



1. 苯酚; 2. 邻甲酚; 3. 间甲酚+对甲酚; 4. 邻苯二酚; 5. 对苯二酚; 6. 间苯二酚; 7. 丙酸苯乙酯

图 3 MRM 模式下,标准溶液(a)和样品溶液(b)的总离子流图

Fig. 3 Total ion chromatograms of standard solutions (a) and samples (b) in MRM mode

**2.2.3 质谱条件的确定** 首先采用全扫描(Scan)模式确定内标物和目标物的母离子,然后采用产物离子扫描(Product ion analysis)模式优化碰撞能量及产物离子,对每组母离子/子离子分别选择碰撞能量为5、10、15、20、25、30、35、40 V进行扫描,选择子离子响应最强的碰撞能量,在此基础上进行微调,得到最优碰撞能量。最后采用MRM模式对内标物和目标物进行定性、定量分析。优化后的质谱条件列于表1。

### 2.3 分析方法评价

**2.3.1 工作曲线、检出限与定量限** 在优化条件下,对酚类化合物标准溶液进行GC-MS/MS

测定,得到线性回归方程和相关系数,分别以3倍和10倍信噪比确定检出限(LODs)和定量限(LOQs),结果列于表4。结果表明,化合物的相关系数均在0.9986以上,线性关系良好;定量限为0.012~0.021  $\mu\text{g}/\text{cig}$ 。

**2.3.2 回收率和精密度** 选择烤烟型和混合型卷烟样品各1个,将7种酚类化合物的3种浓度标准溶液加入样品捕集后的滤片中,进行加标回收率实验,每个添加水平重复5次,并进行6次日内和5次日间的平行测定,结果列于表5。该方法的回收率为91.1%~107.7%,平行测定的相对标准偏差(RSD)为2.5%~6.6%,表明该方法具有良好的精密度。

表4 7种酚类化合物的线性范围、线性回归方程、相关系数、检出限和定量限  
Table 4 Linear ranges, regression equations, correlation coefficients ( $R^2$ ), limits of detection (LODs) and limits of quantitation (LOQs) of 7 phenols

化合物 Compounds	线性范围 Linear ranges/ (mg/L)	回归方程 Regression equations	相关系数 Correlation coefficients ( $R^2$ )	检出限 LODs/ ( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	定量限 LOQs/ ( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )
苯酚	0.1~5	$y=0.966792x-0.031997$	0.9996	0.006	0.020
邻甲酚	0.05~2.5	$y=1.105205x-0.019926$	0.9997	0.004	0.012
间甲酚+对甲酚	0.1~5	$y=1.373990x-0.075705$	0.9986	0.006	0.021
邻苯二酚	0.3~15	$y=0.204401x-0.008906$	0.9991	0.005	0.016
对苯二酚	0.3~15	$y=0.179457x-0.010031$	0.9994	0.005	0.015
间苯二酚	0.02~1	$y=0.202866x-0.002717$	0.9992	0.006	0.020

表5 方法的加标回收率和精密度

Table 5 Spiked recoveries, intra-day and inter-day precisions of the method

样品 Samples	化合物 Compounds	加标浓度 Spiked concentration/ (mg/L)	回收率 Recoveries/% ( $n=5$ )	标准偏差 RSD/% ( $n=5$ )	日内重复性 Intra-day/% ( $n=6$ )	日间重复性 Inter-day/% ( $n=5$ )
A(烤烟型)	苯酚	0.6	93.8	3.1		
		1.2	94.7	2.7	2.5	5.0
		2.4	100.4	4.1		
	邻甲酚	0.15	98.7	5.0		
		0.3	97.6	5.3	2.6	6.6
		0.6	100.9	4.6		
	间甲酚+对甲酚	0.5	96.6	4.7		
		1.0	102.9	4.3	4.5	4.8
		2.0	93.7	3.9		
	邻苯二酚	2.0	91.7	5.4		
		4.0	100.1	2.3	3.6	5.7
		8.0	102.5	3.6		
对苯二酚	2.0	91.1	3.9			

续表 5

样品 Samples	化合物 Compounds	加标浓度 Spiked concentration/ (mg/L)	回收率 Recoveries/% (n=5)	标准偏差 RSD/% (n=5)	日内重复性 Intra-day/% (n=6)	日间重复性 Inter-day/% (n=5)
	对苯二酚	4.0	100.7	5.5	3.5	6.2
		8.0	93.6	6.5		
	间苯二酚	0.1	107.7	6.3		
		0.2	101.4	2.2	5.0	5.2
		0.4	97.2	3.0		
B(混合型)	苯酚	0.5	97.3	2.6		
		1.0	95.1	4.2	3.6	4.3
		2.0	106.9	5.3		
	邻甲酚	0.15	96.7	2.3		
		0.3	91.4	5.1	5.6	6.4
		0.6	92.4	4.0		
	间甲酚+对甲酚	0.4	90.6	3.3		
		0.8	99.5	3.5	3.9	5.2
		2.0	106.6	3.6		
	邻苯二酚	2.0	102.3	5.5		
		4.0	99.8	6.6	6.3	5.5
		8.0	93.7	5.5		
	对苯二酚	1.5	97.6	5.3		
		3.0	105.5	4.5	4.4	4.6
		6.0	102.1	4.6		
	间苯二酚	0.2	93.2	4.5		
		0.4	102.9	2.7	3.2	4.8
		0.8	94.7	3.6		

## 2.4 实际样品测定

按照本方法与标准方法<sup>[23]</sup>分别测定了1R5F、3R4F和CM7等3个参比卷烟主流烟气中7种酚类化合物的释放量,结果列于表6。通过比较发现,2种方法的测定结果一致,但相比标准方法,本方法具有分析时间短、检测限低等优点。

应用本方法检测12个不同品牌规格卷烟

样品主流烟气中7种酚类化合物,结果列于表7。可见,不同品牌卷烟烟气中酚类化合物的释放量存在较大差异,酚类化合物同焦油释放量成正相关;混合型卷烟的苯酚释放量一般低于烤烟型卷烟;相同焦油量卷烟的酚类化合物释放量差异也较大,主要是由不同的叶组配方、卷烟辅材、加工工艺等造成的。

表6 2种方法检测参比卷烟主流烟气中7种酚类化合物的释放量

Table 6 Comparison of 7 phenols content of 3 cigarette samples under different methods

卷烟样品 Cigarette samples	方法 Methods	测定值 Measured values/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )					
		苯酚	邻甲酚	间甲酚+对甲酚	邻苯二酚	对苯二酚	间苯二酚
1R5F	本方法	1.4	0.7	1.3	9.0	8.4	0.3
	标准方法	1.3	0.6	1.4	8.5	7.9	0.2
3R4F	本方法	7.9	2.4	7.6	33.2	32.3	1.1
	标准方法	8.6	2.2	8.0	31.1	31.6	0.8
CM7	本方法	29.5	6.5	22.3	84.3	85.4	1.4
	标准方法	30.1	6.7	20.4	82.3	82.5	1.3

表7 部分市售卷烟主流烟气中7种酚类化合物的释放量

Table 7 Contents of 7 phenols in the mainstream smoke of the cigarette samples sold in the market

卷烟样品 Cigarette samples	卷烟类型 Cigarette types	盒标焦油量 Tar contents/ (mg/cig)	测定值 Measured values/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )					
			苯酚	邻甲酚	间甲酚+对甲酚	邻苯二酚	对苯二酚	间苯二酚
1	混合型	1	1.1	0.6	1.3	9.1	8.4	0.3
2		5	4.6	1.1	3.4	22.8	18.1	0.5
3		6	10.1	3.1	8.8	37.3	29.6	0.4
4		8	9.2	3.0	7.8	42.6	32.4	1.3
5	烤烟型	8	9.3	1.8	8.8	34.2	31.3	1.1
6		8	14.8	4.2	11.6	42.8	38.5	0.8
7		9	19.1	3.8	15.2	39.5	28.7	0.2
8		10	11.7	3.4	9.8	39.3	40.9	1.5
9		10	13.0	3.7	10.3	45.9	48.8	1.5
10		11	15.8	3.1	13.6	66.7	61.5	2.1
11		11	14.7	3.6	13.8	48.5	45.2	1.4
12		11	25.1	6.3	17.4	76.1	71.5	1.6

### 3 结论

建立了卷烟主流烟气中苯酚、邻甲酚、间甲酚、对甲酚、邻苯二酚、间苯二酚、对苯二酚7种酚类化合物的GC-MS/MS检测方法。通过优化前处理和仪器条件,方法定量限为0.012~0.021  $\mu\text{g}/\text{cig}$ ,加标回收率为91.1%~107.7%,相对标准偏差(RSD)为2.5%~6.6%。该方法的重复性和回收率良好、定量限低、操作简单、分析时间短,适用于大批量卷烟样品主流烟气中酚类化合物的快速定量检测。

### 参考文献:

- [1] 谢剑平. 卷烟危害性评价原理与方法[M]. 北京:化学工业出版社,2009,90-91.
- [2] HOFFMANN D, HOFFMANN I, EL-BAYO-UMY K. The less harmful cigarette: a controversial issue. a tribute to Ernst L. Wynder[J]. Chemical Research in Toxicology, 2001, 14(7): 767-790.
- [3] FUKUHARA Y, YOSHIDA D, GOTŌ F. Reduction of mutagenic products in the presence of polyphenols during pyrolysis of protein[J]. Agricultural & Biological Chemistry, 1981, 45(5): 1 061-1 066.
- [4] HECHT S S, CARMELLA S, MORI H, et al. A study of tobacco carcinogenesis. XX. Role of catechol as a major cocarcinogen in the weakly acidic fraction of smoke condensate[J]. J Natl Cancer Inst, 1981, 66(1): 163-169.
- [5] 毛多斌,马宇平,张峻松,等. 国内外混合型卷烟主流烟气中酚类物质的分析[J]. 烟草科技, 2002,(4):17-20.
- [6] MAO Duobin, MA Yuping, ZHANG Junsong, et al. Analysis of phenolic compounds in mainstream smoke of domestic and foreign blended cigarettes[J]. Tobacco Science & Technology, 2002, (4): 17-20 (in Chinese).
- [7] 刘春波,陆舍铭,刘正聪,等. 吹扫捕集-气相色谱法测定卷烟主流烟气中挥发酚[J]. 理化检验:化学分册,2009,45(3):349-351.
- [8] LIU Chunbo, LU Sheming, LIU Zhengcong, et al. GC determination of volatile phenols in mainstream smoke of cigarettes with purge and trap technique[J]. Physical Testing and Chemical Analysis part B: Chemical Analysis, 2009, 45(3): 349-351 (in Chinese).
- [9] 路鑫,蔡君兰,武建芳,等. 全二维气相色谱/飞行时间质谱用于卷烟主流烟气中酚类化合物的表征[J]. 化学学报,2004,62(8):804-810.
- [10] LU Xin, CAI Junlan, WU Jianfang, et al. Characterization of phenols in cigarette mainstream smoke condensate by using comprehensive two-dimensional gas chromatography/time-of-flight mass spectrometry[J]. Acta Chim Sinica, 2004, 62(8): 804-810(in Chinese).
- [11] VAUGHAN C, STANFILL S B, POLZIN G M, et al. Automated determination of seven phenolic compounds in mainstream tobacco smoke[J]. Nicotine & Tobacco Research, 2008, 10(7): 1 264-1 268.
- [12] SHA Y F, HUANG D N, ZHENG S J, et al. Development of microwave-assisted headspace

- solid-phase microextraction followed by gas chromatography-mass spectrometry for the analysis of phenol in a cigarette pad[J]. *Anal Methods*, 2013, 5: 4 655-4 659.
- [10] 姬厚伟,张丽,刘剑,等. 超声萃取-气相色谱-质谱法测定卷烟主流烟气中的6种挥发酚[J]. *理化检验:化学分册*, 2016, 52(4): 412-416.  
JI Houwei, ZHANG Li, LIU Jian, et al. GC-MS determination of 6 volatile phenols in mainstream smoke of cigarettes with ultrasonic extraction[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis part B: Chemical Analysis*, 2016, 52(4): 412-416(in Chinese).
- [11] 谢复炜,赵明月,王昇,等. 卷烟主流、侧流烟气中酚类化合物的高效液相色谱测定[J]. *烟草科技*, 2004, (5): 6-10.  
XIE Fuwei, ZHAO Mingyue, WANG Sheng, et al. High performance liquid chromatographic determination of major phenolic compounds in mainstream and sidestream cigarette smoke[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2004, (5): 6-10 (in Chinese).
- [12] 陈章玉,张承明,徐若飞,等. 快速高效液相色谱法测定卷烟主流烟气中的酚[J]. *色谱*, 2006, 24(2): 209-210.  
CHEN Zhangyu, ZHANG Chengming, XU Ruofei, et al. High performance liquid chromatographic determination of phenolic compounds in mainstream cigarette smoke[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2006, 24(2): 209-210 (in Chinese).
- [13] LIU F, YANG L, CHAO M, et al. Determination of phenol, cresols, and dihydroxybenzenes in mainstream cigarette smoke with ultrasonic extraction and fast HPLC[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2007, 49(11): 66-73.
- [14] 李中皓,唐纲岭,庞永强,等. 超高效液相色谱 $\beta$ -环糊精流动相添加剂法分析卷烟主流烟气中7种酚类化合物[J]. *色谱*, 2010, 28(8): 790-794.  
LI Zhonghao, TANG Gangling, PANG Yongqiang, et al. Analysis of seven compounds in main stream cigarette smoke by ultra performance liquid chromatography using a  $\beta$ -cyclodextrin mobile phase additive[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2010, 28(8): 790-794(in Chinese).
- [15] WU J C, RICKERT W S, MASTERS A. An improved high performance liquid chromatography-fluorescence detection method for the analysis of major phenolic compounds in cigarette smoke and smokeless tobacco products[J]. *Journal of Chromatography A*, 2012, 1 264: 40-47.
- [16] 李小兰,李英堂,孟冬玲,等. 离子液体双水相萃取测定卷烟烟气中酚类物质的研究[J]. *云南大学学报:自然科学版*, 2014, 36(4): 571-577.  
LI Xiaolan, LI Yingtang, MENG Dongling, et al. Two aqueous phase extraction of ionic liquid combined high performance liquid chromatographic for the determination in cigarettes stream[J]. *Journal of Yunnan University*, 2014, 36(4): 571-577(in Chinese).
- [17] HU N, DU W, DAI Y. Determination of major phenolic compounds retained by cigarette filter with high performance liquid chromatography[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2016, 49(11): 66-73.
- [18] 肖志翔,杨翠清,丁时超,等. 卷烟主流烟气中酚类化合物的LC-MS/MS法测定[J]. *湖南师范大学自然科学学报*, 2009, 32(4): 72-76.  
XIAO Zhixiang, YANG Cuiqing, DING Shichao, et al. LC-MS/MS determination of major phenolic compounds in mainstream cigarette smoke[J]. *Journal of Natural Science of Hunan University*, 2009, 32(4): 72-76(in Chinese).
- [19] SAHA S, MISTRI R. A rapid and selective method for simultaneous determination of six toxic phenolic compounds in mainstream cigarette smoke using single-drop microextraction followed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2013, 405(28): 9 265-9 272.
- [20] 任志芹,艾小勇,黄志强,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定卷烟中的儿茶酚[J]. *色谱*, 2015, 33(5): 541-544.  
REN Zhiqin, AI Xiaoyong, HUANG Zhiqiang, et al. Determination of catechol in tobacco by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2015, 33(5): 541-544 (in Chinese).
- [21] GB/T 16450—2004 常规分析用吸烟机定义和标准条件[S]. 北京:中国标准出版社, 2004.
- [22] 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]. 北京:中国标准出版社, 2004.
- [23] YC/T 255—2008 卷烟主流烟气中主要酚类化合物的测定 高效液相色谱法[S]. 北京:中国标准出版社, 2008.