

电子烟释放物中甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的测定

LC-218

摘要: 本文参考《电子烟释放物 甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的测定 (报批稿)》，在酸性条件下，利用 2, 4- 二硝基苯肼与电子烟释放物中的羰基化合物反应生成 2, 4- 二硝基苯肼衍生物，采用高效液相色谱法，对其中的甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮进行分析；实验考察了分析方法的线性范围、定量限、检测限、精密度，并应用于电子烟释放物实际样品的分析。分析结果表明，实验方法可用于电子烟释放物中甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮含量准确检测。

关键词: 电子烟释放物 高效液相色谱 甲醛 乙醛 丙烯醛 2, 3- 丁二酮 衍生化

电子烟又名电子烟碱传送系统，是一种将电子烟释放物经雾化器雾化向呼吸系统传送烟碱和 / 或其他物质的产品。近年来，电子烟作为香烟的替代品，成为众多烟民的新选择，甚至被当作“健康”的戒烟神器，颇受追捧。与传统烟草相比，电子烟释放的致癌物质只有传统烟草的 1/10。但电子烟在加热过程中会释放甲醛、乙醛以及丙烯醛等有害物质，还可能改变某些化学物质的成分，产生新的潜在危害。

自 2004 年电子烟进入中国以来，电子烟产品一

直处于无国家标准、无质量监管、无安全评估的状态。中国电子商会于 2017 年发布了 T/CECC 1-2017《电子烟器具产品通用规范》和 T/CECC 2-2017《电子烟雾化液规范》，规定其中有害成分甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的含量限值 $\leq 20\text{mg/L}$ 或 20mg/kg 。

本实验参考《电子烟释放物 甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的测定 (报批稿)》，建立了 4 种有害物质的高效液相含量测定方法，旨在为烟草行业对电子烟进行风险监控提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，包括 CBM-40A Lite 系统控制器，DGU-405 脱气机，LC-40B XR 输送泵，SIL-40CXR 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SPD-40 紫外检测器，LabSolutions DB Ver. 6.89 色谱工作站。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack GIST C18 色谱柱 150 mm \times 4.6 mm I.D., 5 μm , (P/N: 227-30017-07; 岛津 (上海) 实验器材有限公司)

流动相 A: 水 - 乙腈 - 四氢呋喃 - 异丙醇 (63-27-9-1, v:v)

流动相 B: 水 - 乙腈 - 四氢呋喃 - 异丙醇 (40-58-1-1, v:v)

流动相 C: 乙腈

流速: 1.25 mL/min

柱温: 50°C

检测波长: 365 nm

洗脱方式: 梯度洗脱

表 1 梯度洗脱时间程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)	流动相 C (%)
0.00	95	0	5
1.00	95	0	5
16.00	70	30	0
19.00	40	60	0
27.00	40	60	0
33.00	0	100	0
35.00	0	0	100
37.00	0	0	100
37.01	95	0	5

■ 样品前处理

2.1 衍生化试剂配制

称取 4.5 g DNPH 溶解于约 200 mL 乙腈中，加入 20 mL 10% 磷酸水溶液，转移入 500 mL 容量瓶中，加入约 250 mL 水，用乙腈定容。配制完的溶液应储存在棕色试剂瓶中避光保存，有效期为 6 个月。

2.2 供试品制备

使用电子烟吸烟机连续抽吸 100 口后，从电子烟吸烟机上取下捕集阱，静置 5min，将捕集阱中的捕集液转移至 50 mL 棕色容量瓶，加入 2 mL 吡啶，用乙腈稀释定容。混匀后经 PTFE 滤膜过滤后，置于色谱瓶中待测。

2.3 空白样品制备

不添加样品情况下（以纯水代替），按照 2.2 步骤制备 2 个空白样品。

其他相关试液如 10% 磷酸水溶液、甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的标准工作曲线溶液均参考《电子烟释放物 甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的测定（报批稿）》配制后于 -18°C、避光保存，有效期 6 个月。

■ 结果与讨论

3.1 色谱图

取标准曲线样品与空白样品做比较，结果空白样品中（蓝色色谱图表示）对样品检测无干扰。甲醛、乙醛、丙烯醛和 2, 3- 丁二酮的 DNPH 衍生物特征峰明显，分离度符合要求。

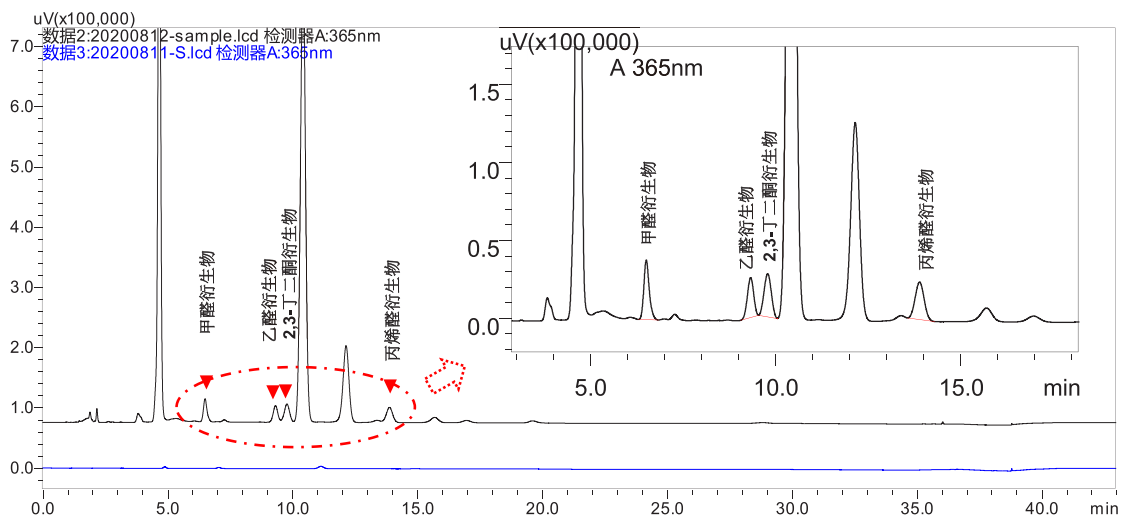


图 1 衍生法空白样品与标准样品（线性最高浓度点）对比色谱图

ID#	化合物名	保留时间	处理通道	面积	高度	理论塔板数 (USP)	拖尾因子	分离度 (USP)
1	甲醛DNP衍生物	6.514	检测器A - Ch1	389134	38132	9969	1.232	—
2	乙醛DNP衍生物	9.335	检测器A - Ch1	302821	25499	13584	0.946	9.704
3	丙烯醛DNP衍生物	13.901	检测器A - Ch1	404189	23973	15073	1.039	3.909
4	2,3-丁二酮DNP衍生物	9.795	检测器A - Ch1	377359	27666	11083	1.014	1.329

图2 检测化合物信息 (标准样品)

3.2 线性范围

以浓度 (mg/L) 为横坐标, 以峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 线性关系情况如表 1。

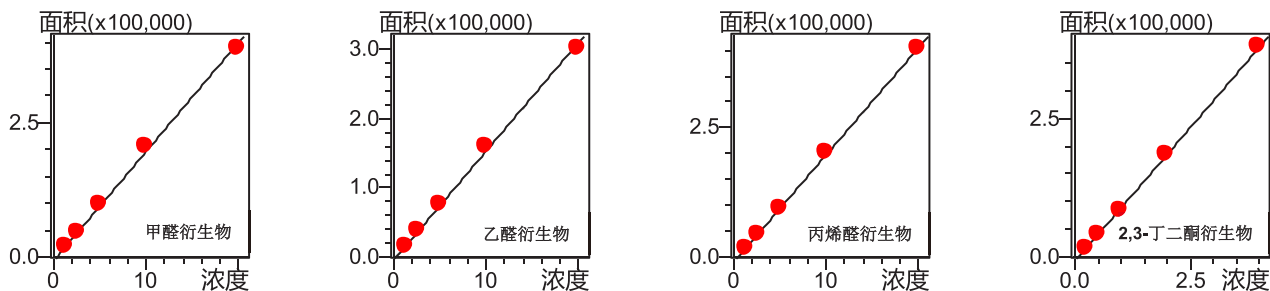


图3 4种化合物线性图

表2 线性关系结果

化合物	线性方程	线性范围 (mg/L)	相关系数 r	准确度 (%)
甲醛衍生物	$Y = 20310.2X - 7260.12$	1.25-20	0.9992	95.0-104.5
乙醛衍生物	$Y = 15761.4X - 4365.17$	1.25-20	0.9991	92.6-103.9
丙烯醛衍生物	$Y = 20694.1X - 9375.84$	1.25-20	0.9999	97.6-101.6
2,3-丁二酮衍生物	$Y = 96613.6X - 9710.21$	0.25-4	0.9998	96.9-101.3

3.3 方法定量限及检出限

表3 方法定量限 (LOQ)、检出限 (LOD)

化合物	LOD(mg/L)	LOQ(mg/L)
甲醛	0.0452	0.1369
乙醛	0.0679	0.2058
丙烯醛	0.0761	0.2305
2,3-丁二酮	0.0137	0.0416

3.4 精密度

取标准曲线溶液 (甲醛、乙醛、丙烯醛浓度为 2.5 mg/L, 2, 3-丁二酮浓度为 0.5 mg/L) 各取 5 μ L 连续进样 6 次, 考察仪器精密度, 结果如表 4, 各组分的保留时间 RSD% $<$ 0.2%, 峰面积 RSD% $<$ 2.0%, 仪器精密度良好。

表 4 精密度结果

化合物	保留时间 RSD(%)	峰面积 RSD(%)
甲醛	0.13	0.71
乙醛	0.15	1.01
丙烯醛	0.12	0.92
2,3- 丁二酮	0.17	0.98

3.5 实际样品测定

取捕集的电子释放物体进行处理后测定（见图 4）检测结果见表 5。

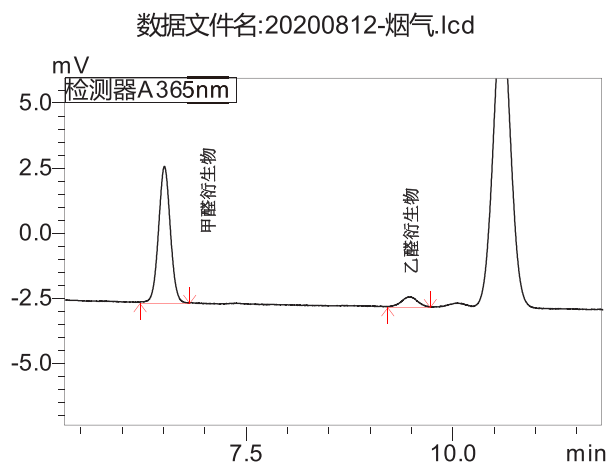


图 4 电子释放物样品色谱图

表 5 样品测定结果

化合物	样品 (µg/100 口)
甲醛	70.9
乙醛	15.2 (BLQ)
丙烯醛	N.D
2,3- 丁二酮	N.D

“N.D”表示未检出；BLQ表示有检出，但低于定量限

■ 结论

本文建立了同时监测电子烟释放物中甲醛、乙醛、丙烯醛、2, 3- 丁二酮含量的高效液相色谱法，该方法特异性强、灵敏、准确；适用于电子烟释放物中 4 种污染物的监测，为烟草行业对电子烟进行风险监控提供了参考。

岛津应用云

