

全二维 GC×GC-qMS 分析主流烟气中粒相成分

GCMS-239

摘要：本文采用全二维气相色谱质谱联用法 (GC×GC-qMS) 对一种主流烟气中粒相成分进行定性分析，共鉴定出质谱相似度正向和反向结果分别大于 800 和 850 的化合物 129 种。结果表明，全二维气相色谱较常规气相色谱具有更大的峰容量、更高的分辨率和灵敏度，结合岛津 GCMS-QP2020 四极杆气质联用仪的 ASSP 高速扫描技术，能够为复杂样品的测定提供准确的分析结果。

关键词：全二维气相色谱质谱联用法 主流烟气定性分析

烟气中化学成分极其复杂，有资料显示，烟气中约有 3996 种化学成分。根据燃烧方式的不同又分为主流烟气和侧流烟气，主流烟气是由气态、蒸气态和固态物质组成的复杂气溶胶，人们把在室温下能通过剑桥滤片的烟气部分称为气相物质，被截留的烟气部分称为粒相物质。对于粒相成分的研究有助于分析挥发性和半挥发性物质在卷烟烟气中的分布情况，有助于指导生产过程中，如何在降低卷烟焦油释放量的同时有选择性的加入香料弥补烟气稀释变淡的问题。但是，仅采用 GCMS 检测时分离度、峰容量有限，定性分析时受基质干扰严重。

全二维气相色谱 (GC×GC) 是 20 世纪 90 年代发展起来的一种分离复杂混合物的全新手段，它把分离机理

不同而又相互独立的两根色谱柱通过调制器 (或称调制解调器) 以串联方式连接在一起的二维气相色谱柱系统。全二维气相色谱比普通一维气相色谱具有分辨率更高、峰容量大、灵敏度好、分析速度快等优点。目前，全二维气相色谱已在食品、石化产品、香精、环境研究等多个领域得到应用。

本实验将全二维气相色谱质谱联用法 (GC×GC-qMS) 应用于主流烟气粒相成分的分析。结果表明，GC×GC-qMS 为主流烟气粒相成分的分析提供了更好的手段，这对于了解卷烟中成分分布及指导卷烟生产等均具有重要意义。

实验部分

1.1 仪器

岛津全二维气相色谱质谱联用仪
GCMS-QP2020(GC×GC-qMS)

1.2 GCMS 分析条件

GC 条件

色谱柱一：DB-5 (30 m×0.25 mm×0.25 μm)
色谱柱二：BPX-50 (2.5 m×0.1 mm×0.1 μm)
柱温程序：40°C (1.5 min)_4°C /min_280°C (5 min)
载气：He
载气控制方式：恒压 187 kPa
进样口温度：280°C
调制周期：6 sec 进样量：1 μL
进样方式：分流进样分流比：10:1

MS 条件

离子化方式：EI
离子源温度：200°C
接口温度：280°C
溶剂延迟时间：5 min
采样频率：33 Hz
采集方式：全扫描 Scan
质量范围：36~500 amu

1.3 样品制备

取滤片置锥形瓶中，加入 40 ml 丙酮，超声 40 min，0.22 μm 微孔滤膜过滤，即得。

■ 结果讨论

2.1 主流烟气粒相成分色谱图

采用 GC \times GC-qMS 对该样品进行分析，得到的二维轮廓图如图 1 所示。其中，横坐标为第一根色谱柱上的保留时间，纵坐标为第二根色谱柱上的保留时间，三维轮廓图如图 2 所示。

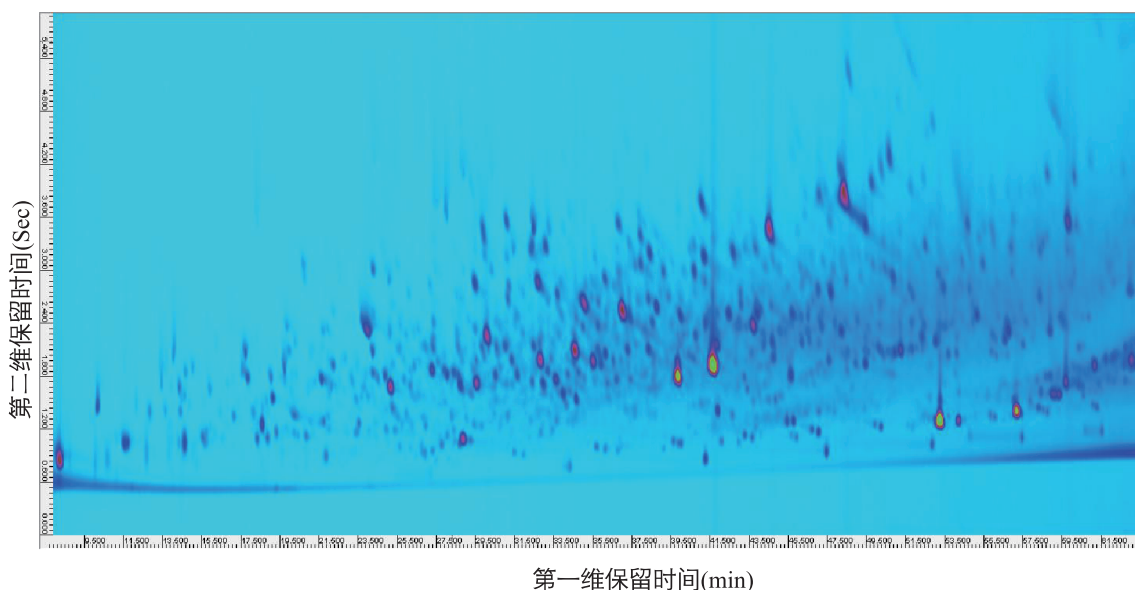


图1 主流烟气粒相成分二维轮廓图

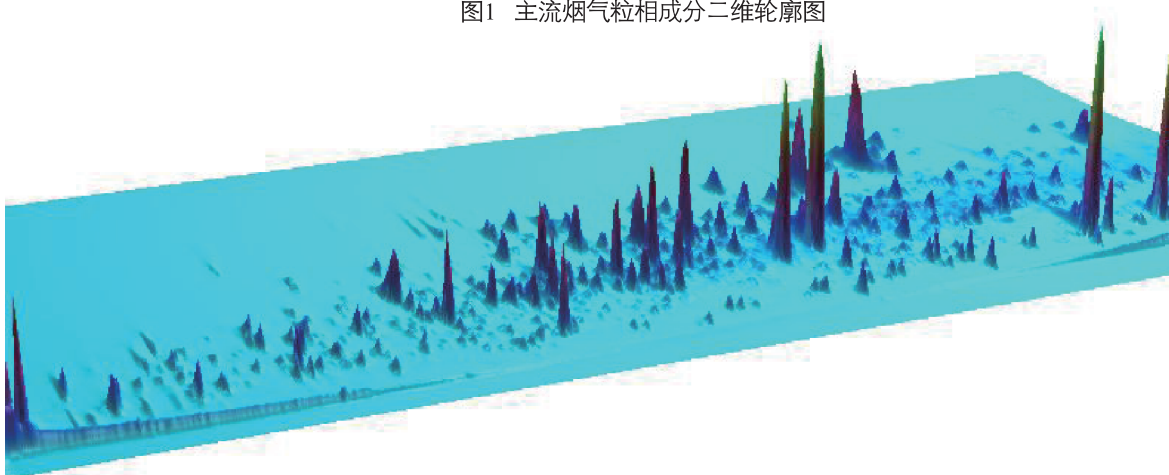


图2 主流烟气粒相成分三维轮廓图

2.2 定性检索结果

得到的 GC \times GC 数据经 ZOEX 公司的 GC image 软件处理，自动积分后，利用 NIST 标准谱图库对各色谱峰进行自动检索，检索结果自动生成峰表。通过检索结果进行人工核对，最后共鉴定出正向检索相似度和反向检索相似度分别大于 800 和 850 的化合物 129 种，化合物的详细结果见表 1。

表1 主流烟气粒相成分定性结果

峰号	RT1 (min)	RT2 (sec)	化合物名称(英文)	化合物名称(中文)	正向 相似度	反向 相似度
1	6.70	4.47	Isopropyl Alcohol	异丙醇	952	979
2	8.20	1.41	Acetic acid	醋酸	869	954
3	18.50	1.80	sec-Butyl nitrite	亚硝酸正丁酯	853	896
4	23.90	2.88	Glycerin	丙三醇	924	989
5	25.10	2.25	Phenol	苯酚	874	973
6	28.80	1.65	D-Limonene	D-柠檬烯	839	937
7	32.40	2.70	Paromomycin	巴龙霉素	852	917
8	33.60	3.30	Dodecanoic acid, 3-hydroxy-	3-羟基-月桂酸	810	903
9	37.00	3.09	Hydroquinone	对苯二酚	848	932
10	39.50	2.94	R-Limonene	R-柠檬烯	800	891
11	41.10	3.72	Stevioside	甜菊糖	860	887
12	46.40	1.95	Docosahexaenoic acid, 1,2,3-propanetriyl ester	二十二碳六烯酸酯	850	886
13	49.40	4.05	d-Mannose	D-甘露糖	843	880
14	53.20	1.86	Eicosane	二十烷	891	916
15	54.20	1.86	Hexadecane, 1,1-bis(dodecyloxy)-	1,1-二(十二烷氧基)-十六 烷	867	917
16	57.10	1.98	Phytol, acetate	植醋酸	928	959
17	59.00	2.16	Cyclopropanebutanoic acid, 2-[[2-[[2-[(2-pentylcycloprop yl)methyl]cyclopropyl]methyl]cyclopropyl]methyl]-, methyl ester	环丙烷丁酸	870	933
18	60.30	2.25	1-Heptatriacotanol	三十七烷醇	890	943
19	62.70	2.67	Ethyl iso-allocholate	异胆酸乙酯	914	936
20	63.00	2.55	4,8,13-Cyclotetradecatriene-1 ,3-diol, 1,5,9-trimethyl-12-(1-methyle thyl)-	1,3-二甲基-1,5,9-三甲基-12- (1-甲基乙基)-4,8,13-环十 四碳烯	880	937

备注：因篇幅所限仅列出 20 种化合物

结论

与常规气相色谱相比，GC×GC 具有分辨率高、峰容量大、灵敏度高、分析速度快等优点，而岛津四极杆气质联用仪 GCMS-QP2020 Ultra 的高速扫描控制技术 ASSP 能够提供高达 20000 u/sec 的扫描速度，保证了全二维色谱中宽度很窄的色谱峰的有效采集，且四极杆质谱检测器采集得到的质谱图与标准质谱图具有更好的匹配度，保证了定性结果的准确性。利用 GC×GC-qMS 分析烟气中粒相成分可以鉴定出更多的物质，为主流烟气粒相成分的分析提供了更好的手段，这对于了解卷烟中成分分布及指导卷烟生产等均具有重要意义。