

细支卷烟中5种树苔香味物质的气相色谱-质谱法测定

黄延俊¹, 苏明亮¹, 张建平¹, 许寒春¹, 刘泽春¹, 王晓瑜²,
孙培健², 聂聪², 谢卫^{1*}, 黄朝章^{1*}

(1. 福建中烟工业有限责任公司技术中心, 福建 厦门 361021; 2. 中国烟草总公司
郑州烟草研究院, 河南 郑州 450001)

摘要: 为了评价细支卷烟中树苔香味物质从烟丝向烟气的迁移情况, 建立了气相色谱-质谱联用(GC-MS)选择离子法测定卷烟烟丝和烟气中荜黑酚单甲醚、荜黑酚、 β -荜黑酚羧酸甲酯、荜黑酚羧酸乙酯和十六酸乙酯的检测方法。考察了萃取溶剂、萃取时间和基质效应对分析结果的影响, 最终确定以乙酸乙酯作为萃取溶剂, 并使用基质匹配标准溶液进行外标法定量。5个目标物在0.02~2.0 mg/L的质量浓度范围内线性关系良好($r^2 > 0.996$)。在烟丝中, 检出限($S/N=3$)和定量下限($S/N=10$)分别为0.79~3.0 ng/mL和2.6~10.0 ng/mL, 平均加标回收率为90.5%~103%, 相对标准偏差(RSDs, $n=6$)为2.3%~12%; 在烟气中, 检出限($S/N=3$)和定量下限($S/N=10$)分别为0.60~2.9 ng/mL和2.0~9.6 ng/mL, 平均加标回收率为85.6%~104%, 相对标准偏差(RSD, $n=6$)为1.6%~9.3%。结果表明, 该方法简便、灵敏、线性关系好, 能满足卷烟烟丝和烟气中5种目标物质的测定要求。运用该方法对烟丝和烟气中5种树苔成分的含量进行测定, 并评价了其由细支卷烟的烟丝向烟气的迁移率。

关键词: 细支卷烟; 树苔; 气相色谱-质谱(GC-MS); 基质效应; 迁移率

中图分类号: O657.63; TS452.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2019)02-0188-06

Determination of Five Treemoss Flavoring Compounds in Slim Cigarette by Gas Chromatography - Mass Spectrometry

HUANG Yan-jun¹, SU Ming-liang¹, ZHANG Jian-ping¹, XU Han-chun¹, LIU Ze-chun¹,
WANG Xiao-yu², SUN Pei-jian², NIE Cong², XIE Wei^{1*}, HUANG Chao-zhang^{1*}

(1. Technology Center of China Tobacco Fujian Industrial Co. Ltd., Xiamen 361021, China; 2. Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: To evaluate the migration of treemoss flavoring compounds in slim cigarettes from cut tobacco to tobacco smoke, a gas chromatography - mass spectrometry (GC - MS) in selected ion monitoring mode was developed for the determination of orcinol monomethyl, orcinol, methyl atratate, ethyl hexadecanoate and ethyl orsellinate in cut tobacco and tobacco smoke. The influences of solvent, extraction time and matrix effect were investigated. The tobacco sample was extracted with ethyl acetate, and quantified externally with matrix matched standard solution. Under the optimized conditions, there were good linear relationships for 5 selected analytes in the range of 0.02 - 2.0 mg/L with their correlation coefficients (r^2) larger than 0.996. For cut tobacco, the limits of detection (LODs) and limits of quantitation (LOQs) were in the ranges of 0.79 - 3.0 ng/mL and 2.6 - 10.0 ng/mL, respectively, with spiked recoveries of 90.5% - 103% and relative standard deviations (RSDs, $n=6$) of 2.3% - 12%. For tobacco smoke, LODs and LOQs were in the ranges of 0.60 - 2.9 ng/mL and 2.0 - 9.6 ng/mL, respectively, with average spiked recoveries of 85.6% - 104% and RSDs ($n=6$) of 1.6% - 9.3%. The proposed method was applied in the determination of 5 analytes in cut tobacco and tobacco smoke followed by the evaluation of the migration of treemoss components

收稿日期: 2018-04-15; 修回日期: 2018-10-20

基金项目: 福建中烟工业有限责任公司科技项目(FJZYKJH2018001)

* 通讯作者: 谢卫, 研究员, 研究方向: 烟草化学, E-mail: xw10481@fjtict.cn

黄朝章, 博士, 高级工程师, 研究方向: 烟草化学, E-mail: hez10489@fjtict.cn

from cut tobacco to tobacco smoke. The results showed that the method was handy, sensitive and reliable, and could satisfy the requirements for the determination of the 5 analytes both in cut tobacco and tobacco smoke.

Key words: slim cigarette; treemoss; gas chromatography - mass spectrometry (GC - MS); matrix effect; migration ratio

随着消费者对健康的关注以及消费行为的改变, 细支卷烟产品的研发与生产销售成为我国烟草行业发展的趋势^[1]。相对于常规卷烟而言, 细支卷烟通常指圆周小于 24 mm 的烟支, 目前市面上的细支卷烟以圆周 17 mm 的烟支为主。归因于圆周的减少, 细支卷烟的横截面积也随之变小, 比如 17 mm 卷烟的横截面积仅为 24 mm 卷烟的一半, 使得在正常抽吸条件下, 通过细支卷烟的气体流速高于常规卷烟。气流状态的改变导致卷烟燃烧状况、成分输送规律发生变化^[2], 因此即使用相同的烟草配方, 卷烟的抽吸感受也会发生明显变化。因而, 卷烟圆周的改变要求制造厂商对烟草配方和加工工艺也作出相应的调整。

树苔属于松萝科扁枝衣属的地衣植物, 其提取物具有独特的青滋香韵和浓郁的树脂气息, 留香比较持久, 是重要的天然香料^[3-4]。树苔净油和浸膏是 GB 2760 - 2014^[5] 规定允许使用的食品用天然香料, 将其应用于卷烟加香后, 可掩盖烟草杂气和泥土气息, 明显增加烟气浓度, 且能改善口腔和喉部的舒适感, 在烟用香精的调配中起着重要作用^[6]。

树苔香味物质的分析以气相色谱-质谱联用法为主^[7-8], 对于不挥发的成分则可借助高效液相色谱^[9]或高效液相色谱-质谱法^[10-11]进行, 然而对于烟草中树苔香味物质的测试则未见报道。为了研究树苔香味物质在不同圆周卷烟中的迁移规律, 本研究采用气相色谱-质谱对含有复杂基质^[12-14]的烟丝和烟气中的树苔香味物质进行检测。所建立的方法定性定量准确、抗基质干扰强、检测灵敏度高、稳定性好, 可用于评价香味成分向卷烟烟气的迁移, 从而为卷烟产品的设计提供有效的数据支持。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

TRACE1310 气相色谱 + ISQ LT 四极杆质谱(美国 Thermo 公司); RM200 转盘型吸烟机(德国 Borgwaldt KC 公司); ML204 电子天平(感量 0.000 1 g, 瑞士 Metler Toledo 公司); Elmasonic S300 超声波萃取仪(德国 Elma 公司); 2-16P 离心机(德国 Sigma 公司); TurboVap II 氮吹仪(瑞典 Biotage 公司); Milli-Q 超纯水机(美国 Millipore 公司)。

乙酸苯乙酯(标准品)、3, 5-二羟基甲苯(苔黑酚, 纯度 98%)、3-甲氧基-5-甲基苯酚(苔黑酚单甲醚, 97%)、盐酸(37%)、乙酸乙酯(色谱纯), 购于百灵威公司; 2, 4-二羟基-3, 6-二甲基苯甲酸甲酯(β -苔黑酚羧酸甲酯, >98%, 美国 Sigma Aldrich 公司); 2, 4-二羟基-6-甲基苯甲酸乙酯(苔黑酚羧酸乙酯, 98%)、十六酸乙酯(97%)购于日本 TCI 公司; 无水硫酸钠、氯化钠、二氯甲烷、正己烷、甲苯、甲醇(分析纯, 国药控股股份有限公司); 纯水(自制, 符合 GB/T 6682 - 2008^[15] 中一级水的要求)。卷烟 SFM(圆周 17 mm)、XHM(圆周 17 mm)、YFM(圆周 24 mm)、对照卷烟(不添加香精, 圆周 24 mm)、烟用树苔香精由福建中烟工业有限责任公司提供。

1.2 标准溶液的配制

分别准确移取一定体积的标准储备溶液(苔黑酚单甲醚、苔黑酚、 β -苔黑酚羧酸甲酯、十六酸乙酯、苔黑酚羧酸乙酯)和内标储备溶液(乙酸苯乙酯)至 50 mL 容量瓶中, 用乙酸乙酯定容, 得其浓度范围为 0.02 ~ 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的系列标准溶液, 内标浓度为 0.22 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取约 1.0 g 对照卷烟烟丝, 用 20 mL 乙酸乙酯萃取, 萃取液用 10 mL 饱和食盐水和 0.5 mL 5% 盐酸洗涤, 经无水硫酸钠干燥后, 用 0.45 μm PTFE 滤膜过滤, 得到烟丝基质溶液。分别移取 2.0 mL 烟丝基质溶液至氮吹瓶中, 在氮气保护下吹扫至近干, 再加入系列标准溶液, 摇匀, 静置, 得到烟丝基质匹配标准溶液。

使用转盘型吸烟机按照 GB/T 19609 - 2004 的方法^[16]抽吸 20 支对照卷烟, 采用剑桥滤片捕集总颗粒物。滤片用 40 mL 乙酸乙酯萃取, 萃取液用 10 mL 饱和食盐水和 0.5 mL 5% 盐酸洗涤, 经无水硫酸

钠干燥后,用 0.45 μm PTFE 滤膜过滤,得到烟气基质溶液。分别移取 2.0 mL 烟气基质溶液至氮吹瓶中,在氮气保护下吹扫至近干,再加入系列标准溶液,摇匀,静置,得到烟气基质匹配标准溶液。

1.3 样品前处理

称取约 1.0 g 样品卷烟烟丝,用 20 mL 含内标(乙酸苯乙酯 0.22 $\mu\text{g}/\text{mL}$)的乙酸乙酯萃取,萃取液用 10 mL 饱和食盐水和 0.5 mL 5% 盐酸洗涤,经无水硫酸钠干燥后,用 0.45 μm PTFE 滤膜过滤,得到待测烟丝溶液。

使用转盘型吸烟机按照文献[16]抽吸 20 支样品卷烟,用 $\phi 92$ mm 剑桥滤片捕集总粒相物。滤片用 40 mL 含内标(乙酸苯乙酯 0.22 $\mu\text{g}/\text{mL}$)的乙酸乙酯萃取,萃取液用 10 mL 饱和食盐水和 0.5 mL 5% 盐酸洗涤,经无水硫酸钠干燥后,用 0.45 μm PTFE 滤膜过滤,得到待测烟气溶液。

1.4 色谱-质谱条件

色谱柱: J&W DB-1701 毛细管柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm); 进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$; 进样量: 1.0 μL ; 分流比: 10 : 1; 载气: He, 1.5 mL/min; 程序升温: 起始温度为 60 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min, 以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 240 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1 min, 再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 260 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min; 离子源: EI; 电子能量: 70 eV; 传输线温度: 250 $^{\circ}\text{C}$; 离子源温度: 250 $^{\circ}\text{C}$; 溶剂延迟: 8 min; 质量扫描范围: 45 ~ 300 amu; 采用 SCAN 和 SIM 同时扫描, NIST 标准谱库进行检索定性。

2 结果与讨论

2.1 目标成分的确定及色谱-质谱条件的选择

考察了某烟用树苔香精,鉴定出苔黑酚、苔黑酚单甲醚、 β -苔黑酚羧酸甲酯、苔黑酚羧酸乙酯和十六酸乙酯等主要成分,其中苔黑酚、 β -苔黑酚羧酸甲酯和苔黑酚羧酸乙酯 3 个成分含量较高且均为树苔的特征成分^[4,17-18]; 苔黑酚单甲醚含量较低,但其与 β -苔黑酚羧酸甲酯的混合物可以模拟天然苔香气息^[6]; 十六酸乙酯虽不是树苔特征成分,然而其含量较高且结构与以上 4 种化合物有较大区别,可作为考察迁移的参考成分。因此,选择以上 5 个成分作为目标物。如图 1 所示,在“1.4”条件下 5 个目标物的色谱峰分离完全,峰形对称且尖锐,表明适合于气相色谱-质谱分析。5 个目标化合物和内标的保留时间及特征离子如表 1 所示。

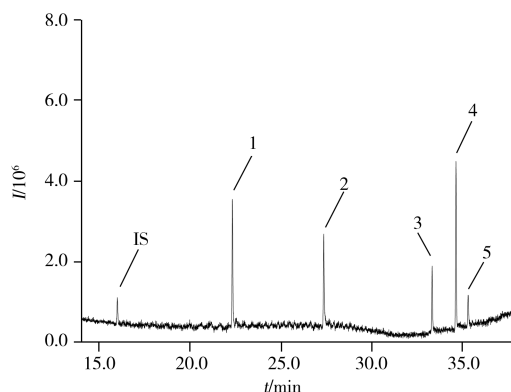


图 1 5 个目标物混合标准溶液(1.0 mg/L)的总离子流色谱图

Fig. 1 Total ion chromatogram of 5 compounds (1.0 mg/L) standard mixed solution

1. orcinol monomethyl; 2. orcinol; 3. methyl atratate; 4. ethyl hexadecanoate; 5. ethyl orsellinate; IS. phenylethyl acetate

表 1 5 个目标物和内标的监测条件

Table 1 Monitoring conditions for 5 flavoring compounds and the internal standard

No.	Compound	Formula	Retention time (min)	Quantitation ion (m/z)	Characterization ion (m/z)
1	Orcinol monomethyl(苔黑酚单甲醚)	$\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_2$	22.3	138	95, 107
2	Orcinol(苔黑酚)	$\text{C}_7\text{H}_8\text{O}_2$	27.3	124	95, 107
3	Methyl atratate(β -苔黑酚羧酸甲酯)	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_4$	33.3	136	164, 196
4	Ethyl hexadecanoate(十六酸乙酯)	$\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$	34.6	88	101, 157
5	Ethyl orsellinate(苔黑酚羧酸乙酯)	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_4$	35.3	150	122, 196
IS	Phenylethyl acetate(乙酸苯乙酯)	$\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_2$	16.0	104	43, 91

2.2 前处理条件的优化

2.2.1 萃取方式的选择 蒸馏萃取法具有信息丰富、谱图干净、定性准确等优点^[19],但由于萃取时间较长、温度较高且萃取环境开放,因而容易造成香味成分失真。相比而言,溶剂提取法的操作简便

快捷, 重现性好, 适合作为本研究中烟丝和烟气分析的共同前处理方法。

2.2.2 萃取溶剂的选择 由于所选目标物均为芳香环化合物或脂肪酸酯类化合物, 因此考察了亲油溶剂乙酸乙酯、正己烷、二氯甲烷、甲苯以及亲水溶剂甲醇的萃取效率。将混合标准溶液添加于对照卷烟烟丝和烟气中, 其萃取液经无水硫酸钠干燥后直接进样。以二氯甲烷为基准, 使用不同溶剂萃取液中目标物与内标的峰面积比(A_{Sol}/A_{DCM})来比较溶剂的萃取效率(图2)。结果显示, 正己烷的萃取效率最低, 甲醇对小分子量的苔黑酚单甲醚和苔黑酚有较好的亲和性, 甲苯对较大分子量的 β -苔黑酚羧酸甲酯、苔黑酚羧酸乙酯和十六酸乙酯有较好的亲和性。乙酸乙酯则可以较好地萃取5个目标物, 因此实验选择乙酸乙酯作为最佳萃取溶剂。

2.2.3 萃取时间的选择 考察了萃取超声时间分别为5、10、15、20、25、30 min时, 烟丝和烟气中5种目标物的萃取量。结果表明, 随着萃取时间的增加, 烟丝中5种目标物20 min时达到萃取平衡, 此后随着萃取时间的延长, 目标物的萃取量不再增加; 而烟气的5种目标物15 min即可达到萃取平衡, 继续增加萃取时间, 目标物的萃取量几乎无变化。因此, 选择烟丝和烟气的最佳萃取时间分别为20 min和15 min。

2.3 基质的影响

基质效应是采用质谱进行烟草分析时必须考虑的问题。本文通过对比纯品的标准溶液与添加基质的标准溶液的信号差异, 来考察基质效应。对于每一种目标物, 用0.1、0.2、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 3个水平下的基质溶液中的峰面积响应之和与相对应的3个水平下纯溶剂配制的标准溶液中的峰面积响应之和的比值来考察基质效应^[20]。由表2可知, 烟丝和烟气对目标物均存在基质增强效应, 由于烟气较烟丝更为复杂, 因此增强效应尤其明显, 如 β -苔黑酚羧酸甲酯和苔黑酚羧酸乙酯在烟气中的信号分别约为纯溶剂中的2.5倍和4.1倍, 若不加以修正, 将严重影响定量结果。为减小基质效应的影响, 通常按照样品前处理步骤提取不含目标化合物的“空白”样品, 并将提取液与标准品溶液混合, 做成基质匹配标准工作溶液(Matrix matched calibration solution)对基质效应进行校正^[21-22]。

2.4 方法验证

2.4.1 工作曲线、检出限及定量下限 按照“1.2”方法配制5个目标物的基质匹配标准溶液, 以目标组分与内标的峰面积比(y), 对质量浓度(x , mg/L)绘制标准曲线, 结果见表3。5个目标物在不同基质中均具有良好的线性关系, 相关系数(r^2)不低于0.996 8。采用优化方法, 分别在烟丝和烟气基质中对5个目标物进行加标实验, 分别按信噪比(S/N)为3和10计算检出限和定量下限, 烟丝基质中的检出限和定量下限分别为0.79~3.0 ng/mL 和2.6~10.0 ng/mL , 烟气基质中的检出限和定量下限分别为0.60~2.9 ng/mL 和2.0~9.6 ng/mL 。以树苔香精在烟丝中的正常添加量0.005%^[6]、成分向烟气中迁移10%计算, 本方法能满足对卷烟烟丝和烟气中5个微量目标物的检测要求。

2.4.2 回收率与精密度 选取空白烟丝和烟气样品, 分别添加低、中、高(烟丝0.5、1.0、2.5 $\mu\text{g}/\text{cig}$ 和烟气0.1、0.2、0.5 $\mu\text{g}/\text{cig}$)3个水平的标准溶液, 按照本方法进行加标回收率实验, 每一浓度样品平行测定6次, 结果见表4。在不同加标水平下, 烟丝中5种目标物的平均回收率为90.5%~103%, 相对标准偏差(RSD)为2.3%~12%; 烟气中5种目标物的平均回收率为85.6%~104%, RSDs

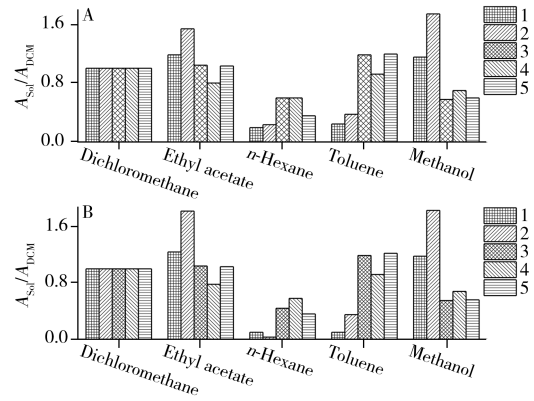


图2 不同溶剂对烟气(A)和烟丝(B)中目标物的萃取效率

Fig. 2 Extraction efficiencies of varying extraction solvents for tobacco smoke(A) and cut tobacco(B)

1. orcinol monomethyl, 2. orcinol, 3. methyl atrate, 4. ethyl hexadecanoate, 5. ethyl orsellinate

表2 5种目标物在烟丝和烟气中的基质效应

Table 2 Matrix effects of 5 analytes in cut tobacco and tobacco smoke

Compound	Cut tobacco matrix	Tobacco smoke matrix
Orcinol monomethyl	1.174	1.250
Orcinol	1.374	1.523
Methyl atrate	1.794	2.543
Ethyl hexadecanoate	1.150	1.479
Ethyl orsellinate	2.612	4.107

为 1.6%~9.3%。说明该方法的准确度及精密度较好。

表 3 烟丝和烟气中 5 种目标物的线性方程、检出限及定量下限
Table 3 Linear equations, detection limits (LODs) and quantitation limits (LOQs)
of 5 analytes in cut tobacco and tobacco smoke

Matrix	Compound	Linear equation	Linear range (mg/L)	r^2	LOD (ng/mL)	LOQ (ng/mL)
Cut tobacco	Orcinol monomethyl	$y = 1.6493x - 0.0383$	0.02~2.0	0.9993	0.79	2.6
	Orcinol	$y = 1.7466x - 0.0025$	0.05~2.0	0.9984	0.80	2.7
	Methyl atratate	$y = 1.2395x - 0.0369$	0.02~2.0	0.9986	2.5	8.5
	Ethyl hexadecanoate	$y = 1.5943x - 0.0631$	0.02~2.0	0.9968	2.0	6.7
	Ethyl orsellinate	$y = 1.2026x - 0.0336$	0.02~2.0	0.9974	3.0	10.0
Tobacco smoke	Orcinol monomethyl	$y = 1.7566x + 0.0504$	0.02~2.0	1.0000	1.0	3.4
	Orcinol	$y = 1.9361x + 0.2434$	0.02~2.0	0.9995	0.60	2.0
	Methyl atratate	$y = 1.7570x - 0.0009$	0.02~2.0	0.9992	2.9	9.6
	Ethyl hexadecanoate	$y = 2.0510x - 0.0474$	0.02~2.0	0.9974	1.8	6.1
	Ethyl orsellinate	$y = 1.8911x - 0.0263$	0.02~2.0	0.9999	2.2	7.4

表 4 烟丝和烟气中 5 种目标物的加标回收率及相对标准偏差 ($n=6$)
Table 4 Spiked recoveries and RSDs of 5 analytes in cut tobacco and tobacco smoke ($n=6$)

Matrix	Compound	Spiked ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Recovery (%)	Average recovery (%)	RSD (%)
Cut tobacco	Orcinol monomethyl	0.5, 1.0, 2.5	102, 92.0, 92.2	95.4	5.5, 3.5, 2.3
	Orcinol	0.5, 1.0, 2.5	94.0, 92.5, 90.4	92.3	5.4, 5.3, 6.5
	Methyl atratate	0.5, 1.0, 2.5	88.0, 114, 105	103	12, 6.1, 3.5
	Ethyl hexadecanoate	0.5, 1.0, 2.5	88.0, 91.5, 92.0	90.5	10, 2.5, 3.6
	Ethyl orsellinate	0.5, 1.0, 2.5	111, 97.5, 97.8	102	11, 4.1, 6.1
Tobacco smoke	Orcinol monomethyl	0.1, 0.2, 0.5	104, 108, 101	104	5.9, 4.0, 2.5
	Orcinol	0.1, 0.2, 0.5	90.0, 91.5, 95.0	92.2	3.8, 4.4, 3.2
	Methyl atratate	0.1, 0.2, 0.5	96.0, 108, 101	102	6.9, 2.1, 1.9
	Ethyl hexadecanoate	0.1, 0.2, 0.5	85.0, 89.0, 82.8	85.6	5.3, 1.6, 1.9
	Ethyl orsellinate	0.1, 0.2, 0.5	89.0, 99.0, 95.0	94.3	9.3, 2.1, 2.3

2.5 实际样品的测定及迁移率的比较

以圆周 17 mm 的卷烟 (SFM 和 XHM) 以及 24 mm 的卷烟 (YFM) 为例, 测试了其目标成分的含量, 并比较了成分从烟丝到烟气的迁移情况, 结果如表 5 所示。3 个卷烟中均未测出苔黑酚单甲醚, SFM 中检出少量的苔黑酚, 但烟气中未检出, 另外 3 个成分在不同卷烟中的含量不等; 迁移率方面, 3 个卷烟不同成分的迁移率范围为 8.8%~45.5%, β -苔黑酚羧酸甲酯和苔黑酚羧酸乙酯的分子结构相近, 因此迁移率接近, 十六酸乙酯因沸点较低而具有较高的迁移率。

表 5 不同卷烟烟丝和烟气中目标物含量及迁移率的比较
Table 5 Comparison of 5 analyte contents in cut tobacco and tobacco smoke
of selected cigarettes and their corresponding migration ratios

Compound	Cigarette SFM (17 mm)			Cigarette XHM (17 mm)			Cigarette YFM (24 mm)		
	Content in cut tobacco ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Content in tobacco smoke ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Migration ratio (%)	Content in cut tobacco ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Content in tobacco smoke ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Migration ratio (%)	Content in cut tobacco ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Content in tobacco smoke ($\mu\text{g}/\text{cig}$)	Migration ratio (%)
Orcinol monomethyl	-*	-	-	-	-	-	-	-	-
Orcinol	0.153	-	-	2.497	0.219	8.8	-	-	-
Methyl atratate	1.878	0.179	9.5	1.877	0.538	28.7	2.379	0.422	17.7
Ethyl hexadecanoate	0.534	0.102	19.1	0.510	0.232	45.5	2.359	0.533	22.6
Ethyl orsellinate	1.293	0.133	10.3	3.807	1.065	28.0	2.149	0.326	15.1

* no detected

为满足不同的消费需求, 卷烟采用差异化的设计参数 (表 6), 如同样是圆周 17 mm 的卷烟, SFM 的滤嘴通风率和总通风率分别为 51.1% 和 58.8%, XHM 的滤嘴通风率和总通风率分别为 22.5% 和 33.4%, 较大的通风率使得卷烟烟气被稀释, 减少了成分从烟丝向烟气的迁移; 比较了圆周 17 mm 和 24 mm 的卷烟, SFM 和 YFM 的滤嘴通风差异显著 (51.1% 和 8.31%), 但二者成分的迁移率差异却不及 SFM 和 XHM (见表 5), 这可能与卷烟圆周密切相关, 因为细支卷烟的气体流速大于粗支卷烟, 通过调节滤嘴通风可以改变烟支的气体流速, 从而显著改变成分的迁移率。

表6 3个规格卷烟的烟支物理指标
Table 6 Physical parameters of SFM, XHM and YFM

Cigarette	Weight (g)	Circumference (mm)	Length(tipping paper) (mm)	Draw resistance (kPa)	Filer ventilation (%)	Total ventilation (%)
SFM	0.561	16.978	97(41)	1.075	51.1	58.8
XHM	0.534	17.018	97(41)	1.744	22.5	33.4
YFM	0.955	24.333	84(37)	1.138	8.31	17.4

3 结论

本文建立了一种溶剂萃取结合气相色谱-质谱测定卷烟烟丝和烟气中5种目标物的分析方法,并用于评价细支卷烟中树苔香味物质的迁移情况。5种目标物在所配制浓度范围内线性良好($r^2 > 0.996$),检出限为0.60~3.0 ng/mL,平均加标回收率为85.6%~104%,相对标准偏差为1.6%~12%。该方法操作简便、灵敏度高、检测结果准确,并有效克服了烟草基质的影响,所测试卷烟中成分的迁移率为8.8%~45.5%。相关数据为细支卷烟的设计提供了有力支持。

参考文献:

- [1] Zhao C N. *Light Ind. Sci. Technol.* (赵宸楠. 轻工科技), **2017**, 10: 12-13.
- [2] McAdam K, Eldridge A, Fearon I M, Liu C, Manson A, Murphy J, Porter A. *Regul. Toxicol. Pharm.*, **2016**, 82: 111-126.
- [3] Sun H D. *Flavor Fragrance Cosmetics*(孙汉董. 香料香精化妆品), **1990**, 1: 1-10.
- [4] Joulain D, Tabacchi R. *FlavourFragr. J.*, **2009**, 24(3): 105-116.
- [5] GB/T 2760-2014. National Food Safety Standard for Uses of Food Additives. National Standards of the People's Republic of China(食品安全国家标准食品添加剂使用标准. 中华人民共和国国家标准).
- [6] Liu Q, Mao D S, Hou C, Wang D. *Tobacco Sci. Technol.* (刘强, 冒德寿, 侯春, 王笛. 烟草科技), **2005**, 3: 18-21.
- [7] Mao D S, Liu Q, Hou C, Wang D. *Chin. J. Chromatogr.* (冒德寿, 刘强, 侯春, 王笛. 色谱), **2005**, 23(3): 323.
- [8] Zhu H Y, Zhuang Y D, Wan M, Zhang Y, Xiong X M. *Phys. Test. Chem. Anal.: Chem. Anal.* (朱怀远, 庄亚东, 万敏, 张映, 熊晓敏. 理化检验-化学分册), **2012**, 48(6): 699-701, 704.
- [9] Manrique E, López F. *Bryologist*, **1991**, 94(2): 207-212.
- [10] Hiserodt R D, Swijter D F H, Mussinan C J. *J. Chromatogr. A*, **2000**, 888(1): 103-111.
- [11] Bossi R, Rastogi S C, Bernard G, Gimenez-Arnau E, Johansen J D, Lepoittevin J P, Menné T. *J. Sep. Sci.*, **2004**, 27(7/8): 537-540.
- [12] Cui H T, Li H, Tang S Y, Liu C B, Gao X H, Li Z J, Zhang F M, Yang G Y, Jiang W, Liu Z H, Miao M M, He P, Shen Q P. *J. Instrum. Anal.* (崔婷惠, 李恒, 唐石云, 刘春波, 高晓华, 李振杰, 张凤梅, 杨光宇, 蒋薇, 刘志华, 缪明明, 何沛, 申钦鹏. 分析测试学报), **2018**, 37(7): 766-771.
- [13] Zhang X, Liu Z H, Yang G Y, Yang L, Duan Y X, Liu C B, Chen Y K, Miu M M. *J. Instrum. Anal.* (张霞, 刘志华, 杨光宇, 杨柳, 段沅沅, 刘春波, 陈永宽, 缪明明. 分析测试学报), **2014**, 33(5): 545-550.
- [14] Li Y G, Wu Q M, Kou T S, Zhao B, Zhang Y F, He A M, Su G S. *J. Instrum. Anal.* (李远根, 吴穹曼, 寇天舒, 赵彬, 张艳芳, 何爱民, 苏国岁. 分析测试学报), **2018**, 37(6): 708-713.
- [15] GB/T 6682-2008. Water for Analytical Use-Specification and Test Methods. National Standards of the People's Republic of China(分析实验室用水 规格和试验方法. 中华人民共和国国家标准).
- [16] GB/T 19609-2004. Cigarettes-Determination of Total and Nicotine-free Dry Particulate Matter Using a Routine Analytical Smoking Machine. National Standards of the People's Republic of China(卷烟用常规分析用吸烟机测定总颗粒物 and 焦油. 中华人民共和国国家标准).
- [17] Ding Z H, Ding J K. *Acta Botanica Yunnanica*(丁智慧, 丁靖培. 云南植物研究), **1990**, 12(1): 99-106.
- [18] Li B, Lin Z W, Sun H D. *Acta Botanica Yunnanica*(李波, 林中文, 孙汉董. 云南植物研究), **1991**, 13(1): 81-84.
- [19] Guo F Q, You J, Zhong K J, Huang J G, Liang Y Z, Huang L F. *J. Central South Univ.: Sci. Technol.* (郭方道, 尤健, 钟科军, 黄建国, 梁逸曾, 黄兰芳. 中南大学学报: 自然科学版), **2005**, 36(5): 828-832.
- [20] Chen X S, Bian Z Y, Tang G L, Hu Q Y. *Chin. J. Chromatogr.* (陈晓水, 边照阳, 唐纲岭, 胡清源. 色谱), **2012**, 30(10): 1043-1055.
- [21] Maštovska K, Lehotay S J, Anastassiades M. *Anal. Chem.*, **2005**, 77(24): 8129-8137.
- [22] Poole C F. *J. Chromatogr. A*, **2007**, 1158(1): 241-250.

(责任编辑: 龙秀芬)