

不同前处理方法测定丝束加香滤棒中的香味成分

王晓斌, 张震, 倪和朋*, 李明, 马俊, 朱绍胤, 越义俊, 张莹 (红塔烟草(集团)有限公司玉溪卷烟厂, 云南玉溪 653100)

摘要 [目的]研究不同前处理方法对丝束加香滤棒主要香味成分检测结果的影响。[方法]以丝束加香滤棒为研究对象,选择溶剂萃取和吹扫补集2种前处理方法,利用气相色谱质谱联用技术(GC-MS)进行检测。[结果]采用溶剂萃取前处理法检测到29种香味成分,主要以酯类、酸类化合物为主,采用吹扫补集前处理法检测到23种香味成分,主要以酯类化合物为主。2种方法检测到香味成分存在较大差异,吹扫补集前处理法中检测到的香味成分均为易挥发性化合物,而溶剂萃取前处理法则能检测到一些半挥发性物质或者挥发性较弱的物质。[结论]该研究为丝束加香滤棒主要香味成分的检测提供合理的前处理方式。

关键词 溶剂萃取;吹扫补集;前处理方法;丝束加香滤棒;香味成分

中图分类号 TS47 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2022)08-0166-03

doi:10.3969/j.issn.0517-6611.2022.08.046



开放科学(资源服务)标识码(OSID):

Determination of Aroma Components in Tow Filter Rod by Different Pretreatment Methods

WANG Xiao-bin, ZHANG Zhen, NI He-peng et al (Yuxi Cigarette Factory, Hongta Hongta Tobacco (Group) Co., Ltd., Yuxi, Yunnan 653100)

Abstract [Objective] To study the influence of different pretreatment methods on the detection results of main aroma components of tow filter rod. [Method] Taking the tow filter rod as the research object, two pretreatment methods (solvent extraction and purging complementation) were selected, and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) was used for detection. [Result] Using the solvent extraction pretreatment method detected 29 kinds of aroma components, mainly composed of ester and acid compounds, purging complementation pretreatment method was used to detect 23 kinds of aroma components, mainly composed of ester compounds. The aroma components detected by the two methods were significantly different. The aroma components detected by purging complementation pretreatment method were all volatile compounds, while the solvent extraction pretreatment method could detect some semi-volatile substances or less volatile substances. [Conclusion] The study can provide appropriate pretreatment methods for determination of aroma components in tow filter rod.

Key words Solvent extraction method; Purging complementation; Pretreatment method; Tow filter rod; Aroma components

卷烟是由烟丝和卷烟辅料共同构成,烟丝对卷烟的感官质量起到了决定性的作用^[1-2],但是不易调节控制,相比之下,针对辅料的加香工艺,可以根据产品需求进行添加,提高卷烟产品的个性化和丰富性。在烟草行业,针对卷烟辅料的加香工艺已经广泛应用^[3-10],丝束加香滤棒就是其中重要的一种,该工艺是根据产品设计的需要,以滤棒的原料丝束作为载体,添加个性化香味物质,以满足消费者的需求^[11-13]。目前,行业内针对丝束加香滤棒的研究越来越多,相关专利也是层出不穷,主要涉及加香方法、加香装置和加香工艺等方面^[12,14]。针对相同的检测方法,不同的前处理方式会对检测结果造成不同的影响,同时由于丝束加香滤棒加香量较少,成分可以分为挥发性成分、半挥发性成分等,因此该研究选择了溶剂萃取和吹扫补集2种常用的前处理方式,研究不同前处理方式下丝束加香滤棒中主要香味成分检测结果的差异性,为丝束加香滤棒主要香味成分的检测提供合理的前处理方式。

1 材料与方

1.1 试验材料

1.1.1 试材。玉溪品牌丝束加香滤棒,由红塔烟草(集团)有限责任公司玉溪卷烟厂生产,文中所述丝束加香滤棒均为该品牌丝束加香滤棒。

1.1.2 试剂。无水乙醇(色谱级,迪马科技有限公司);二氯甲烷(色谱级,北京百灵威科技有限公司);乙酸苯乙酯(>98%,北京百灵威科技有限公司)。

1.1.3 仪器。SB-3200DT 超声波清洗机(宁波新芝生物科技股份有限公司);EL204 型电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司);7890B/5977A 气相色谱/质谱联用仪(美国 Agilent 公司);Atomx XYZ 吹扫捕集装置(美国泰克玛 Tekmar 有限公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 溶剂萃取前处理法。

1.2.1.1 标准工作曲线溶液的配制。准确称取 0.1 g 的乙酸苯乙酯标准品,置于 500 mL 容量瓶中,以无水乙醇为溶剂定容至刻度,摇匀,配制成浓度为 0.200 mg/mL 的标准溶液,将其作为内标溶液备用。

1.2.1.2 样品的前处理。准确称取 4 g 滤棒(剪碎),置于 100 mL 锥形瓶中,加入 60 mL 乙酸苯乙酯的无水乙醇内标溶液(0.200 mg/mL),超声萃取 20 min,过 0.45 μm 有机滤膜,待上样进行气相色谱质谱分析。

1.2.1.3 气相色谱质谱分析条件。

(1)气相色谱分析条件。色谱柱为 HP-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm);载气为高纯氦气;载气流量 1.0 mL/min;进样量 1 μL;进样口温度 280 °C;分流比 3:1;升温程序:初温 40 °C,保持 10 min,以 4 °C/min 的速率升温至 230 °C,保持 10 min。

(2)质谱分析条件。传输线温度 280 °C;离子源温度 230 °C;电离方式为 EI;电离能量 70 eV;质量扫描范围为 35~350 amu;溶剂延迟 7 min。

基金项目 云南中烟工业有限责任公司科技项目“丝束加香滤棒、赋香卷烟纸质量稳定性监测技术研究”(2020CL03)。

作者简介 王晓斌(1988—),男,河南三门峡人,助理工程师,硕士,从事质量分析工作。*通信作者,助理工程师,从事卷烟质量控制与管理工作。

收稿日期 2021-11-24;修回日期 2021-12-15

1.2.2 吹扫补集前处理法。

1.2.2.1 样品的前处理。准确称取 0.05 g 滤棒(剪碎),置于 40 mL 的吹扫捕集瓶中,加入 10 mL 超纯水,待上样进行吹扫补集气相色谱质谱分析。

1.2.2.2 气相色谱质谱分析条件。

(1)吹扫补集分析条件。吹扫流量 40 mL/min;吹扫温度 40 ℃;预热时间 2 min;吹扫时间 11 min;干吹时间 2 min;预脱附温度 230 ℃;脱附温度 250 ℃;脱附时间 2 min;烘烤温度 200 ℃;烘烤时间 2 min;传输线温度 230 ℃;载气为高纯氦气。

(2)气相色谱分析条件。色谱柱为 HP-5MS (60 m×0.25 mm×0.25 μm);载气为高纯氦气;载气流量 1.0 mL/min;进样量 1 μL;进样口温度 280 ℃;分流比 3:1;升温程序:初温 40 ℃,保持 10 min,以 4 ℃/min 的速率升温至 230 ℃,保持 10 min。

(3)质谱分析条件。传输线温度 280 ℃;离子源温度 230 ℃;电离方式为 EI;电离能量 70 eV;质量扫描范围为 35~350 amu。

2 结果与分析

2.1 溶剂萃取前处理法 以丝束加香滤棒为研究对象,按照“1.2.1”的方法,以香味成分种类为考察指标,考察溶剂萃取前处理法对丝束加香滤棒中香味成分检测效果的影响,结果如表 1 所示,溶剂萃取前处理法检测结果的总离子流图见图 1。

表 1 溶剂萃取前处理法对丝束加香滤棒香味成分检测效果的影响

Table 1 The effect of solvent extraction pretreatment method on the detection of aroma components of tow filter rod

类别 Category	中文名称 Chinese name	含量 Content//mg/g
醇类 Alcohols	丙醇	0.001
	2-五癸醇	0.000
	异山梨醇	0.047
	2-十四醇	0.013
	2-己基癸醇	0.432
酮类 Ketone	2-甲基-4-庚酮	0.398
醛类 Aldehydes	正己醛	0.003
	乙缩醛	0.001
	L(-)-甘油醛	0.000
酯类 Esters	反式-2,4-癸二烯醛	0.018
	甲基丙烯酸仲丁酯	0.002
	辛酸乙酯	0.001
	十六酸乙酯	0.086
	邻苯二甲酸二正丁酯	0.107
	棕榈酸甲酯	0.147
	十六酸乙酯	0.147
亚油酸甲酯	0.273	
酸类 Acids	亚油酸乙酯	0.381
	棕榈酸	0.551
	乙酸	0.012
	正辛酸	0.006
	9-氧代壬酸	0.005
	肉桂酸	0.032
	肉豆蔻酸	0.070
	9-十八碳烯酸	0.297
	亚油酸	0.482
	烯炔类 Alkenes	2,4-二苯基-4-甲基-1-戊烯
十八烯		0.090
二十一(碳)烯		0.418

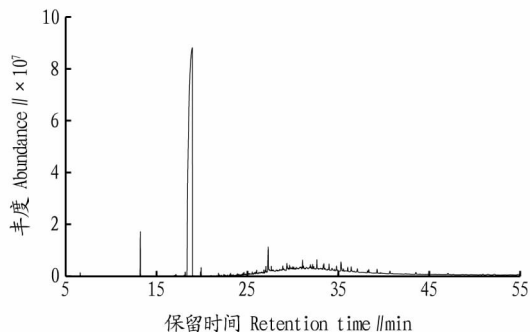


图 1 溶剂萃取前处理法检测结果的总离子流图

Fig.1 Total ion chromatogram of the detection results of solvent extraction pretreatment method

从表 1 可以看出,溶剂萃取前处理法鉴定出 29 种香味成分,主要以酯类、酸类化合物为主,并含有醇类、酮类、醛类、烯炔类化合物,其中棕榈酸(0.551 mg/g)、亚油酸(0.482 mg/g)、2-己基癸醇(0.432 mg/g)、二十一(碳)烯(0.418 mg/g)含量较高;其次是 2-甲基-4-庚酮(0.398 mg/g)、亚油酸乙酯(0.381 mg/g)、9-十八碳烯酸(0.297 mg/g)、亚油酸甲酯(0.273 mg/g)。

2.2 吹扫补集前处理法 以丝束加香滤棒为研究对象,按照“1.2.2”的方法,以香味成分种类为考察指标,考察吹扫补集前处理法对丝束加香滤棒中香味成分检测效果的影响,结果如表 2 所示。吹扫补集前处理法检测结果的总离子流图见图 2。

表 2 吹扫补集前处理法对丝束加香滤棒香味成分检测效果的影响

Table 2 The effect of purging complementation pretreatment method on the detection of aroma components of tow filter rod

类别 Category	中文名称 Chinese name	含量 Content//%
醇类 Alcohol	(+/-)-薄荷醇	1.322
	环辛醇	0.964
酮类 Ketone	苯乙酮	1.420
	2-壬酮	7.375
	对异丙烯基苯乙酮	0.593
醛类 Aldehydes	3,3-二甲基-2,3-二氢-1H-茛-1-酮	3.252
	正己醛	2.429
	正辛醛	2.286
	反式-2-己烯醛丙二醇缩醛	6.591
酯类 Esters	丁酸乙酯	7.205
	2-甲基丁酸乙酯	2.406
	乙酸丁酯	6.559
	乙酸异戊酯	3.175
	丙酸丁酯	0.590
	正己酸乙酯	15.457
	乙酸己酯	6.931
丁酸顺式-3-己烯酯	1.204	
烯炔类 Alkenes	(-)-β-蒎烯	0.556
	d-柠檬烯	12.670
	2,4-二甲基-1-庚烯	2.761
杂环类 Heterocycles	4-甲基-1,3-戊二烯	0.800
	二苯并呋喃	13.048
	4-甲基二苯并呋喃	0.407

由表2可知,吹扫捕集前处理法鉴定出23种香味成分,主要以酯类化合物为主,并含有醇类、酮类、醛类、烯炔类、杂环类化合物,其中正己酸乙酯(15.457%)、二苯并咪唑(13.048%)、d-柠檬烯(12.670%)、2-壬酮(7.375%)、丁酸乙酯(7.205%)含量相对较高;其次是乙酸己酯(6.931%)、反式-2-己烯醛丙二醇缩醛(6.591%)、乙酸丁酯(6.559%)、3,3-二甲基-2,3-二氢-1H-茚-1-酮(3.252%)。

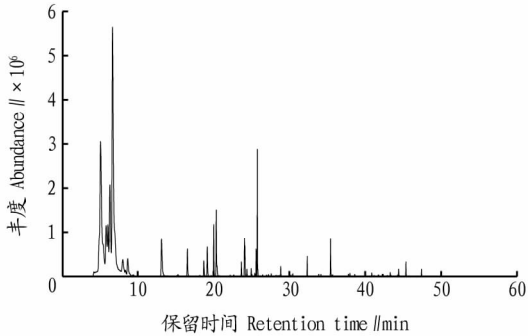


图2 吹扫捕集前处理法检测结果的总离子流图

Fig.2 Total ion chromatogram of the detection results of purging complementation pretreatment method

3 结论与讨论

采用吹扫捕集前处理法,玉溪品牌丝束加香滤棒中共检测到23种香味成分,主要以酯类化合物为主;采用溶剂萃取前处理法共检测到29种香味成分,主要以酯类、酸类化合物为主。2种方法检测到香味成分存在较大差异,这是由于丝束加香滤棒中香味成分含量较低,通过溶剂萃取前处理法不能达到仪器的检出限,而吹扫捕集前处理法对样品具有富集作用,适用于低浓度样品的检测。吹扫捕集前处理法中检测

到的香味成分均为易挥发性化合物,而溶剂萃取前处理法则能检测到一些半挥发性物质或者挥发性较弱的物质。

以上结论说明,单一方法提取香味成分存在一定的不足,在实际应用中,结合2种检测方法,能够更全面和准确地对丝束加香滤棒中挥发性香味成分进行检测分析,进而实现对卷烟产品质量稳定性监控的目的。

参考文献

- [1] 郭华诚,吴艳艳,张峻松,等.切丝宽度对细支烟卷制质量、主流烟气及感官质量的影响[J].食品与机械,2021,37(2):194-198.
- [2] 郭华诚,张月华,李阳光,等.烟丝挥发性香味物质与卷烟感官质量的相关性研究[J].食品与机械,2019,35(1):209-212.
- [3] PERFETTI P F, ANDERSEN G R. Cigarette; US07/339933[P].1990-07-17.
- [4] CLINE W K, MCCARTY S W, OWENS W F JR. High porosity carbon coated cigarette papers; US1873879A[P].1980-09-30.
- [5] 李斌,陈章玉,聂荣,等.一种双层卷烟纸卷烟; CN200510010758.4[P].2005-09-28.
- [6] COGBILL E C, SPRINKLE III ROBERT S. Innerliner wrap for smoking articles; US4932873A[P].1985-03-19.
- [7] SCALES, THOMAS S J. Impregnation of a travelling web; US19730378529[P].1975-09-23.
- [8] KOPACHKOV S A. Machine for applying liquid to absorbent material; US19760684196[P].1978-01-17.
- [9] 郭华诚,朱远洋,赵琪,等.薄荷型香线滤棒特征成分及其在卷烟中的转移行为[J].烟草科技,2019,52(10):62-67.
- [10] 洪广峰,邱纪青,李国政,等.国外爆珠卷烟研究进展[J].中国烟草学报,2019,25(4):124-134.
- [11] 许拥权,陈坤靖,陈后志,等.一种滤棒加香方法及喷洒系统; CN201610283415.3[P].2017-11-07.
- [12] 张永江,冯银龙,李悦,等.一种烟支丝束加香装置; CN201821268811.X[P].2019-05-24.
- [13] 李鲁,汪然,朱栋梁,等.一种香味物质缓释的加香滤棒的制备方法; CN201310226981.7[P].2013-08-21.
- [14] 黄凯,郑茜,袁海霞,等.一种新型滤嘴加香装置; CN201620380409.5[P].2016-09-07.
- [15] 成药,2021,43(10):2858-2862.
- [16] 陈平,江崇弘.香菇柄多糖的提取纯化及抗氧化活性研究[J].科学技术创新,2021(30):47-49.
- [17] 潘世杰,丁丽婷,胡婕伦,等.茯苓多糖对乙醇致小鼠急性胃黏膜损伤的辅助保护作用[J].食品研究与开发,2021,42(17):1-6.
- [18] QIN Y J, YUAN Q X, ZHANG Y X, et al. Enzyme-assisted extraction optimization, characterization and antioxidant activity of polysaccharides from sea cucumber *Phyllophorus proteus* [J]. Molecules, 2018, 23(3):1-19.
- [19] 蔡彬新.海地瓜多糖提取纯化及其降血脂活性研究[D].福州:福建农林大学,2009.
- [10] 龚燕波,方崇波,邵青.海地瓜多糖的抗衰老生物活性研究[J].基层中药杂志,2001(5):17-18.
- [11] 钱晋,过鑫昌,王学锋,等.玉足海参酸性粘多糖对冠心病患者血凝、血液粘度及血脂的影响[J].上海医学,1997,20(6):342-344.
- [12] JE J Y, PARK P J, KIM S K. Antioxidant activity of a peptide isolated from Alaska pollack (*Theragra chalcogramma*) frame protein hydrolysate [J]. Food research international, 2005, 38(1):45-50.
- [13] GHRIBI A M, SILA A, PRZYBYLSKI R, et al. Purification and identification of novel antioxidant peptides from enzymatic hydrolysate of chickpea (*Cicer arietinum* L.) protein concentrate [J]. Journal of functional foods, 2015, 12:516-525.
- [14] XIE Z J, HUANG J R, XU X M, et al. Antioxidant activity of peptides isolated from alfalfa leaf protein hydrolysate [J]. Food chemistry, 2008, 111(2):370-376.

(上接第162页)

命体来说至关重要^[14]。该研究表明,东海乌参多糖对超氧阴离子自由基的清除能力呈现剂量依赖,浓度为2.0 mg/mL时,清除率最高。

该试验检测了东海乌参多糖的还原力,从试验结果可知,东海乌参多糖的还原力与其浓度呈正相关。

综上所述,经AB-8树脂脱色后的东海乌参多糖具有抗氧化活性,在一定范围内,其抗氧化能力与浓度呈正相关。该试验结果为东海乌参多糖的进一步活性研究和开发利用提供参考。

参考文献

- [1] 廖玉麟.中国动物志:棘皮动物门 海参纲[M].北京:科学出版社,1997.
- [2] 罗先群,王新广,杨振斌.海地瓜的开发和利用[J].食品研究与开发,2000,21(3):34-35.
- [3] 苏永昌,刘淑集,刘秋凤,等.海地瓜营养成分的分析及评价[J].渔业研究,2016,38(4):288-294.
- [4] 伏伟华,吴凤梧,戚宝凤,等.海地瓜与海参营养成分的比较[J].现代应用药学,1991,8(3):46-47.
- [5] 白羽,王燕,张心雨,等.马齿苋多糖对糖尿病心肌病大鼠的影响[J].中