

沟槽滤嘴截留挥发性烟气成分的同时蒸馏萃取条件研究

靳志富¹, 刘丁伟², 韩明³, 杨帆², 鲁平², 程传玲¹, 王建民¹

- (1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002;
2. 河南中烟工业有限责任公司 技术中心, 河南 郑州 450000;
3. 河南中烟工业有限责任公司 安阳卷烟厂, 河南 安阳 455004)

摘要:为研究沟槽滤嘴对卷烟烟气中挥发性成分的截留情况,建立了同时蒸馏萃取-GC/MS分析的定性定量分析方法,并通过正交试验对同时蒸馏萃取条件进行了优化.结果表明,在抽吸烟支数量、GC/MS分析条件一定时,同时蒸馏萃取条件为:NaCl溶液浓度90 g/L,NaCl溶液用量400 mL,CH₂Cl₂用量40 mL,萃取时间2.5 h.在此条件下,从抽吸后沟槽滤嘴中分析出的挥发性烟气成分种类最多,总量最高.

关键词:沟槽滤嘴;挥发性烟气成分;同时蒸馏萃取;气相色谱-质谱联用法
中图分类号:TS411.2 **文献标志码:**A

Study on simultaneous distillation and extraction conditions of volatile smoke components entrapped in groove filter

JIN Zhi-fu¹, LIU Ding-wei², HAN Ming³, YANG Fan²,
LU Ping², CHENG Chuan-ling¹, WANG Jian-min¹

- (1. College of Food and Bioeng., Zhengzhou Univ. of Light Ind., Zhengzhou 450002, China;
2. Tech. Center, China Tobacco He'nan Ind. Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China;
3. Anyang Cigarette Factory, China Tobacco He'nan Ind. Co., Ltd., Anyang 455004, China)

Abstract: To study the situation of groove filter entrapping volatile components in the mainstream smoke, a method of SDE-GC/MS was set up. And the condition was optimized by orthogonal experiment. The results showed that the number and the content of volatile components in the groove filter was the most and highest when the number of cigarettes and the condition of GC/MS were certain, the condition of SDE was concentration of NaCl 90 g/L, volume of NaCl 400 mL, volume of CH₂Cl₂ 40 mL and extraction time 2.5 h.

Key words: groove filter; volatile smoke component; simultaneous distillation and extraction (SDE); GC/MS

收稿日期:2012-08-22

基金项目:河南省科技攻关计划项目(102102210136)

作者简介:靳志富(1985—),男,河南省安阳市人,郑州轻工业学院硕士研究生,主要研究方向为卷烟工艺.

通信作者:王建民(1963—),男,河南省安阳市人,郑州轻工业学院教授,主要研究方向为卷烟工艺.

0 引言

卷烟作为一种市场化的产品,在突出卷烟安全性的同时也要强调其香吃味特色^[1]. 沟槽滤嘴作为一种新型卷烟材料,降焦减害效果明显,应用日益广泛,但业界对卷烟主流烟气中香气成分的截留情况研究尚未见报道. 本文将在参考国内外烟叶和卷烟主流烟气中香味物质分析的基础上^[2-6],建立同时蒸馏萃取-GC/MS 分析方法,用于分析卷烟抽后滤嘴截留的挥发性烟气成分,并对同时蒸馏萃取条件进行优化研究,以期深入研究沟槽滤嘴对卷烟香味物质的截留情况提供方法支持.

1 试验

1.1 材料与仪器

材料:帝豪(天尊)成品烟,河南中烟工业有限责任公司产,烟气烟碱量 0.9 mg,烟气一氧化碳量 12 mg,焦油量 12 mg;正十七烷,纯度 >99%,美国西格玛奥德里奇公司产; CH_2Cl_2 ,色谱纯,美国迪马科技股份有限公司产;NaCl,分析纯,天津市科密欧化学试剂开发中心产.

仪器:LM5+型吸烟机,德国 Borgwaldt-KC 公司产;GC6890-MS5973N 气相色谱-质谱联用仪,美国 Agilent 公司产;AB265-S 型电子天平,感量 0.000 01 g,瑞士 Mettler 公司产;宾达 LP-11 型恒温恒湿箱,德国 Binder 公司产;同时蒸馏萃取仪,自制;低温冷却液循环泵,郑州凯鹏实验仪器有限公司产.

1.2 试验方法

1.2.1 正交试验方案设计 选取 NaCl 溶液浓度(A)、NaCl 溶液用量(B)、 CH_2Cl_2 用量(C)和萃取时间(D)为试验因素,每个因素取 3 个水平(见表 1),用 $L_9(3^4)$ 正交表进行试验方案设计(见表 2). 试验指标为萃取出的烟气成分种类和含量.

表 1 正交试验因素水平表

A/(g·L ⁻¹)	B/mL	C/mL	D/h
0	300	30	1.5
90	350	40	2.0
180	400	50	2.5

1.2.2 试验步骤 1) 试验烟支和滤片的准备. 将卷烟从烟盒中取出,均匀地放在温度为(22±1)℃和相对湿度为(60±2)%的环境中平衡 48 h,挑选

表 2 正交试验结果

实验号	因素				试验结果	
	A	B	C	D	物质种类	含量总和/μg
1	1(0)	1(300)	1(30)	1(1.5)	89	612.41
2	1(0)	2(350)	2(40)	2(2.0)	96	600.93
3	1(0)	3(400)	3(50)	3(2.5)	96	714.73
4	2(90)	1(300)	2(40)	3(2.5)	96	735.06
5	2(90)	2(350)	3(50)	1(1.5)	97	561.93
6	2(90)	3(400)	1(30)	2(2.0)	97	663.54
7	3(180)	1(300)	3(50)	2(2.0)	93	502.47
8	3(180)	2(350)	1(30)	3(2.5)	95	645.63
9	3(180)	3(400)	2(40)	1(1.5)	96	722.78

质量相差 ±0.02 g 和平均吸阻 ±49 Pa 范围内的烟支为试验烟支,剑桥滤片也在同样环境条件下平衡 12 h 以上.

2) 吸烟机抽吸. 参照 GB/T 19609 的规定进行卷烟抽吸.

3) 同时蒸馏萃取. 以 1 号试验为例,将抽吸后的卷烟滤棒取下,用剪刀将其 4 等分,20 支卷烟滤棒作为 1 组,置于 1 000 mL 圆底烧瓶中,加入 300 mL 的 NaCl 浓度为 0 g/L 的溶液,用电热套加热,保持溶液沸腾. 另一浓缩瓶中加入 30 mL CH_2Cl_2 ,并将其置于 60℃ 恒温水浴锅中(加适量沸石). 采用低温冷却液循环泵作为同时蒸馏萃取仪的冷凝水水源,低温冷却液循环泵的温度设定为 10℃. 在此条件下同时蒸馏萃取 1.5 h 得到 30 mL 左右 CH_2Cl_2 萃取液,密封冷置并加入无水硫酸钠对其干燥后,加入内标浓度为 0.451 6 mg/mL 的乙酸苯乙酯 1 mL,并在 60℃ 的水浴条件下浓缩至 1 mL 左右,以备 GC/MS 分析.

4) GC/MS 分析. 分析条件:HP-5MS 弹性石英毛细管柱(60 m×0.25 mm×0.25 μm);进样口温度 260℃;分流比 5:1;进样量 1 μL;升温程序:初始温度 50℃,保持 3 min,以 4℃/min 升至 280℃,保持 10 min;电离方式:EI;GC/MS 传输线温度 270℃;离子源温度 230℃;四级杆温度:150℃;倍增器电压:1 341 V.

根据 GC/MS 分析所得质谱信息经计算机用 Nist02 MS 数据库检索进行定性,以气相色谱图中各香气成分的峰面积与内标(乙酸苯乙酯)面积之比进行定量.

2 结果与分析

1—9 号样品分析出的烟气成分种类及其含量

见表2.对试验结果进行极差分析见表3.结果表明,各因素影响分析出的烟气成分种类的主次顺序为 $B > A > C > D$,影响烟气成分含量的主次顺序为 $D > B > C > A$;方差分析结果表明,各因素对烟气成分种类的影响均不显著,萃取时间、NaCl溶液用量对分析出的烟气成分含量的影响接近显著水平, p 值分别为0.070和0.076(见表4).对2项指标而言,各因素的优水平组合均为 $A_2B_3C_2D_3$,即NaCl溶液浓度为90 g/L,NaCl溶液量为400 mL, CH_2Cl_2 量为40 mL,蒸馏萃取时间为2.5 h.

表3 极差分析表

参数	物质种类				含量总和/ μg			
K_{1j}	281	278	281	282	1 928.07	1 849.94	1 921.58	1 897.12
K_{2j}	290	288	288	286	1 960.53	1 808.49	2 058.77	1 766.94
K_{3j}	284	289	286	287	1 870.88	2 101.05	1 779.13	2 095.42
R_j	9	11	7	5	89.65	292.56	279.64	328.48
优水平	A_2	B_3	C_2	D_3	A_2	B_3	C_2	D_3

表4 方差分析表

方差源	偏差平方和	自由度	方差	F 值	p 值
A^Δ	1 373.497	2	686.748		
B	16 707.299	2	8 353.649	12.164	0.076
C	13 034.625	2	6 517.313	9.490	0.095
D	18 240.981	2	9 120.491	13.281	0.070
误差	0.000	0			
误差 $^\Delta$	1 373.497	2	686.748		
综合	49 356.402	8			

注: Δ 表示由于因素A的方差远远小于其他3个因素,可认为对试验结果无影响,将其方差视为误差方差对其他因素进行方差分析.

验证试验结果表明,按照 $A_2B_3C_2D_3$ 进行同时

蒸馏萃取,分析出98种挥发性成分,总量为745.78 μg ,均高于1—9号试验,故将上述条件作为同时蒸馏萃取的最优条件.

3 结论

利用同时蒸馏萃取法萃取抽吸后滤嘴中挥发性烟气成分时,NaCl用量和浓度对萃取出的挥发性成分的种类影响较大,萃取时间和NaCl溶液用量对萃取出的挥发性成分的总量影响较大.正交试验结果表明,同时蒸馏萃取最佳萃取条件为:NaCl溶液浓度为90 g/L,NaCl溶液量为400 mL, CH_2Cl_2 用量为40 mL,蒸馏萃取时间为2.5 h.

参考文献:

[1] 洪华俏,郭紫明,易克,等.卷烟主流烟气的中性和碱性香气成分分析[J].湖南农业科学,2008(3):140.

[2] Bos R,Koulman A,Woerdenbag H J,et al. Volatile compounds from *Anthriscus sylvestris* Hoffm[J]. J Chromatography A,2002,966:233.

[3] Wu Zhi-min,Willard W W,Long R C. Contribution of neutral volatile to flavor intensity of tobacco during smoking[J]. J Agric Food Chem,1992,40(10):19.

[4] 庞永强,王菲,陈再根,等.不同捕集方式下卷烟主流烟气成分的GC/MS分析[J].质谱学报,200930(2):124.

[5] 姬小明,吕全建,赵铭钦.香料烟致香物质的提取及测定方法研究[J].河南农业科学,2009(1):45.

[6] 周冀衡,杨虹琦,林桂华,等.我国不同烤烟产区烟叶主要挥发性香气物质的研究[J].湖南农业大学学报:自然科学版,2004,30(1):20.