



司晓喜,白雪,龙雨蛟,等. 卷烟纸非水溶黄斑中黄色物质测定及来源分析[J]. 轻工学报,2026,41(4): 104-112.
SI X X,BAI X, LONG Y J, et al. Determination and source identification of yellow substances in non-water-soluble yellow spots on cigarette paper[J]. Journal of Light Industry, 2026, 41(4): 104-112.
DOI: 10. 12187/2026. 04. 010

卷烟纸非水溶黄斑中黄色物质测定及来源分析

司晓喜^{1,2}, 白雪³, 龙雨蛟⁴, 余迪³, 周沅桢⁴, 何沛¹, 刘春波¹, 张伟¹

1. 云南中烟工业有限责任公司 技术中心/云南省烟草化学重点实验室, 云南 昆明 650031;
2. 昆明理工大学 环境科学与工程学院, 云南 昆明 650500;
3. 红云红河烟草(集团)有限责任公司 曲靖卷烟厂, 云南 曲靖 655001;
4. 红云红河烟草(集团)有限责任公司 红河卷烟厂, 云南 弥勒 652399

摘要:【目的】探究卷烟纸非水溶黄斑成因。【方法】采用液相色谱-二极管阵列检测器技术, 对非水溶黄斑中黄色物质进行定性与定量分析, 同时结合萃取优化和溶剂淋洗实验分析其来源。【结果】卷烟纸中非水溶性黄斑的黄色物质溶于乙醇等有机溶剂, 不溶于水, 在日光照射下颜色会减退, 可通过斑点水溶性测试和光照进行辨别。选择乙醇为萃取溶剂, 对卷烟纸采用涡旋萃取, 对烟草物料采用基质破碎萃取, 可将脂溶性黄色色素萃取完全。结合二维吸收光谱图中色素的保留时间和吸收光谱轮廓, 定性检测非水溶黄斑卷烟纸中的黄色物质为叶黄素和 β -胡萝卜素; 8 个非水溶性黄斑卷烟纸中叶黄素和 β -胡萝卜素含量分别为 1.07~7.00 $\mu\text{g/g}$ 和 0.64~13.37 $\mu\text{g/g}$, 酯类溶剂污染形成的卷烟纸油性斑点中也检出少量叶黄素和 β -胡萝卜素。叶黄素和 β -胡萝卜素主要来源于配方烟丝, 不同物料中其含量排序为叶丝>薄片>梗丝, 经二氯甲烷淋洗后, 薄片脂溶性黄色色素的可溶出量最大, 梗丝中色素的可溶出比例最高。【结论】本研究建立的测定方法可用于卷烟纸非水溶性黄斑的鉴别及来源识别, 可为黄斑烟支的科学防控提供参考。

关键词: 卷烟纸; 非水溶性黄斑; 色素; 来源

中图分类号: TS411; TS47 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-1553(2026)04-0104-09

0 引言

卷烟表面出现黄斑属于较严重的质量缺陷^[1], 也是消费者关注的卷烟质量问题之一。从成因分类, 目前常见的烟支黄斑除机油污染外, 主要有水溶性和非水溶性黄斑两种。水溶性黄斑通常指局部烟丝湿团含水率较高或局部料液施加过重导致

水溶物浸出, 在卷烟纸上形成形状不规则的水渍或料渍斑点, 一般出现在卷制后; 此外, 储存条件不当(如湿度过大)也会出现此类黄斑。司晓喜等^[2]研究发现, 卷烟在高湿环境下受潮后, 烟丝中的糖类会伴随可溶性有色物质向卷烟纸转移并形成水渍黄斑。随着制丝设备和工艺的改进, 加料均匀性不断提升, 包装密封性不断改善, 该类黄斑明显减

收稿日期: 2025-08-14; 修回日期: 2025-10-28; 出版日期: 2026-08-15
基金项目: 云南中烟科技项目(2024CL02)
作者简介: 司晓喜(1986—), 男, 云南省昆明市人, 云南中烟工业有限责任公司高级工程师, 主要研究方向为烟草和烟气化学。
E-mail: sixiaoxi2006@126.com
通信作者: 张伟(1979—), 男, 湖北省黄石市人, 云南中烟工业有限责任公司副研究员, 主要研究方向为卷烟产品开发。
E-mail: zhangwei39@ynzy-tobacco.com

少^[3-5]。非水溶性黄斑常在卷制包装存放数天后产生,表现为烟支卷烟纸表面出现淡黄色油状印迹,斑点形状不规则。该类黄斑一般来源于烟叶中的油分析出,或香精和料液中的脂质成分分析出。卷烟纸非水溶性黄斑中的黄色物质可能来源于配方烟丝、香糖料等,其中配方烟丝中的黄色物质主要为类胡萝卜素或棕色化反应、酚类氧化形成的有色物质等^[6-9]。目前相关研究主要集中于不同类型黄斑的识别和鉴定方法^[10-12],但关于非水溶黄斑中黄色物质基础及成因的研究较少。液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)可同时获取保留时间和全波段紫外-可见吸收光谱,其光谱信息还可区分结构相似的色素,用于定量分析线性范围宽、重复性好,在色素定性鉴定和定量分析中广泛应用。鉴于此,本文拟选取典型非水溶黄斑烟支为研究对象,利用HPLC-DAD技术,对黄斑点中黄色物质进行鉴定和来源分析,以期卷烟中黄斑烟支识别鉴定及科学分析防控提供方法支撑。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

主要材料:不同牌号8种非水溶性黄斑烟支、1种酯类溶剂污染烟支、1种水溶性黄斑烟支、70% RH下制备的水溶性黄斑烟支,以及其中1个牌号非水溶性黄斑卷烟使用的糖料、香精、薄片、梗丝、气流丝A和B、纯叶丝、烘丝后烟丝和自制添加酯类溶剂的烟丝,以上均来自云南中烟工业有限责任公司。

主要试剂:丙酮、二氯甲烷、甲醇、乙醇、乙腈、异丙醇,均为色谱纯,美国Merck公司;叶黄素(纯度 $\geq 98\%$),上海Macklin公司; β -胡萝卜素(纯度 $\geq 96\%$),德国Dr. Ehrenstorfer GmbH公司。

1.2 主要仪器与设备

Agilent 1260型高效液相色谱仪(配备二极管阵列检测器)(HPLC-DAD),美国Agilent公司;KQ-700DB型数控超声波清洗器,昆山市超声仪器有限公司;BT125D型电子天平(感量0.01 mg),德国Sartorius公司;FW-400A型粉碎机,北京中兴伟业仪器有限公司;Milli-Q型超纯水处理机,美国

Millipore公司;尼龙66型0.2 μm 有机相针式滤膜过滤器,天津市津腾实验设备有限公司;FastPrep-24 TM型5G均质破碎仪,美国MP Biomedicals公司。

1.3 实验方法

1.3.1 黄斑基本性状分析及鉴定 选取典型非水溶性和水溶性黄斑烟支,肉眼观察黄斑在烟支上的分布情况和斑点的外观。将卷烟纸上的黄斑剪下,各选取3个以上非水溶性和水溶性黄斑,分别加入2 mL水、乙醇、二氯甲烷和正己烷溶剂,振荡5 min,进行溶解性实验,观察黄斑在不同溶剂中的溶解情况。再选取3个以上非水溶性和水溶性黄斑,在日光照射0.5 h后观察黄斑颜色变化情况。

1.3.2 不同物料中色素萃取方法优化及样品前处理 1)黄斑卷烟纸中色素萃取方法优化。称取0.01 g黄斑卷烟纸样品于2 mL离心管中,加入1 mL萃取剂(乙醇或二氯甲烷),分别采用超声萃取10 min、涡旋萃取10 min,过0.22 μm 滤膜后,收集萃取液,待测。

2)烟草样品中色素萃取方法优化。超声萃取:考查对比萃取剂分别为乙醇、丙酮、二氯甲烷、90%(若无特指,百分数均指体积分数)乙醇溶液、90%丙酮溶液的萃取效果,确定最佳萃取剂。基质破碎萃取:考查对比萃取剂分别为乙醇、90%乙醇溶液的萃取效果,确定最佳萃取剂。同时对比两种萃取方式萃取效果,确定烟草样品中色素的最佳萃取方式。

超声萃取:分别称取1.0 g烟丝或烟末样品于5个50 mL离心管中,分别加入20 mL萃取剂乙醇、丙酮、二氯甲烷、90%乙醇溶液、90%丙酮溶液,加盖密封,超声萃取20 min,过0.22 μm 滤膜,剩余滤渣按同样方法重复萃取2次,收集萃取液,待测。

基质破碎萃取:分别称取1.0 g烟丝样品于2个50 mL离心管中,分别加入20 mL萃取剂乙醇、90%乙醇溶液,放入5个0.25 in的柱形陶瓷珠,加盖密封,于线速度为5 m/s的均质破碎仪处理2 min,过0.22 μm 滤膜后收集萃取液,待测。

3)样品前处理。卷烟纸和烟草物料前处理均按照优化条件进行色素萃取,进行3次平行实验。

香精、糖料的涡旋萃取:参照《烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇含量测定 气相色谱法》(YC/T 242—2020)^[13]并稍作调整,准确称取1.0 g样品于15 mL离心管中,加入10 mL乙醇,涡旋萃取10 min,过0.22 μm 滤膜,收集萃取液,待测。

1.3.3 黄色物质的定性和定量测定 按1.3.2优化方法对卷烟丝和烟草物料进行前处理,收集萃取液进行HPLC-DAD检测。HPLC-DAD检测条件:Eclipse Plus C18色谱柱(150 mm $\times$ 4.6 mm $\times$ 5 μm);进样量20 μL ;柱温20 $^{\circ}\text{C}$;流速为1.0 mL/min;流动相A为乙腈-异丙醇(体积比1:1),流动相B为甲醇;梯度洗脱为0~6 min,30%~100% A,6~10 min,100%~100% A,10~13 min,30%~30% A。

定性分析:通过波长为400~500 nm的二维吸收光谱进行色素筛查,并与色素标准品光谱图比较进行定性分析,确定黄斑中黄色物质的种类和主要成分。

定量分析:选择检测波长445 nm的液相色谱图进行定量检测。用甲醇配制叶黄素和 β -胡萝卜素质量浓度范围为0.004~10.000 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准溶液,根据实际样品质量浓度选择适宜的标准曲线浓度范围,以目标物峰面积响应值为纵坐标,目标物质量浓度为横坐标,绘制线性拟合标准曲线,通过外标法进行定量分析。选取各目标物最低质量浓度的标准溶液平行测定10次,以测定结果的3倍、10倍标准差分别计算方法的检出限和定量限;选取空白卷烟纸,分别按照0.5 $\mu\text{g/g}$ 、5.0 $\mu\text{g/g}$ 、20.0 $\mu\text{g/g}$ 3个水平加标,选取烟丝,分别按照5.0 $\mu\text{g/g}$ 、25.0 $\mu\text{g/g}$ 、100.0 $\mu\text{g/g}$ 3个水平加标,待充分静置吸收后,按1.3.2的方法处理后进行HPLC-DAD检测,每个质量浓度平行测定6次,计算方法的回收率和相对标准偏差(RSD)。

1.3.4 烟草物料中原始色素及易溶出色素含量测定 按1.3.2优化方法对叶丝、薄片、梗丝和气流丝烟草物料及香精、糖料进行前处理,对所得萃取液进行HPLC-DAD分析后,根据标准曲线计算其中色素含量。采用二氯甲烷对烟草物料淋洗后,对淋洗液中色素含量进行测定。准确称取1.0 g不同的烟草物料样品(叶丝、薄片、梗丝和气流丝)于50 mL

离心管中,加入20 mL二氯甲烷淋洗10 s,淋洗液过0.2 μm 滤膜后,对滤液进行HPLC-DAD分析,根据标准曲线,计算其中色素含量。测定得到可淋洗量即为可被二氯甲烷溶出的色素含量,淋洗后剩余量则为样品中原始色素含量减去可淋洗量,可淋洗量占比为可淋洗量与样品中原始色素含量的比值。

1.4 数据处理与分析

除特别说明外,所有实验均重复3次,结果以平均值表示。采用Excel 2010软件进行数据分析,利用Origin 2017软件进行绘图。

2 结果与讨论

2.1 斑点性状和溶解性分析

在实验过程中,笔者发现淡黄色非水溶性黄斑多在卷制后一周开始出现,分布于烟支卷烟纸的不同部位,形状规则,呈圆形或椭圆形,略带油腻感,呈淡黄色。卷烟纸中黄斑在不同极性溶剂中的溶解效果如图1所示。由图1a)可知,非水溶性黄斑的黄色物质不溶于水,但可溶于乙醇、二氯甲烷和正己烷,溶解后的萃取液呈较浅的淡黄色,在日光照射0.5 h后黄色明显减退。由图1b)可知,水溶性黄斑在水中浸泡后黄色减退,黄色物质易溶于水,但不溶于醇、二氯甲烷和正己烷,在日光照射0.5 h后,黄色无明显变化。因此,可以通过在水和乙醇中的溶解性测试或光照区分非水溶和水溶性黄斑。

调制后的烟叶主要含有 β -胡萝卜素和叶黄素^[14],二者均不溶于水,其中叶黄素呈黄色,溶于乙醇、丙酮和二氯甲烷,微溶于正己烷,而 β -胡萝卜素呈橘黄色,无含氧官能团,因而极性低于叶黄素,微溶于乙醇,易溶于石油醚等有机溶剂。此外,叶黄素和 β -胡萝卜素均易氧化、不耐光、热不稳定,并生成低相对分子质量的无色化合物^[15-16],与在光照条件下存储后观察到黄斑褪色现象一致。根据黄斑纸中黄色物质的溶解性及与之接触的烟丝中含有的黄色物质,推测该类黄色物质可能为胡萝卜素或类胡萝卜素。

2.2 不同物料中色素萃取前处理方法分析

色素稳定性差,对样品的处理过程要求较高,

要避免强热和光照,并尽可能减少前处理时间以减少色素的氧化。从 2.1 非水溶性黄斑的溶解性分析可知,其中的黄色色素较为容易萃取溶出,因此比较了萃取方式和萃取剂对卷烟纸中叶黄素和 β -胡萝卜素萃取效果的影响,其结果如图 2 所示。由

图 2 可知,卷烟纸无论采用何种萃取方式、何种萃取剂,叶黄素和 β -胡萝卜素的萃取效果均无明显差别,但超声萃取会使卷烟纸破碎,且二氯甲烷挥发性较强,因此为了方便后续处理,选择以乙醇为萃取剂对卷烟纸进行涡旋萃取。

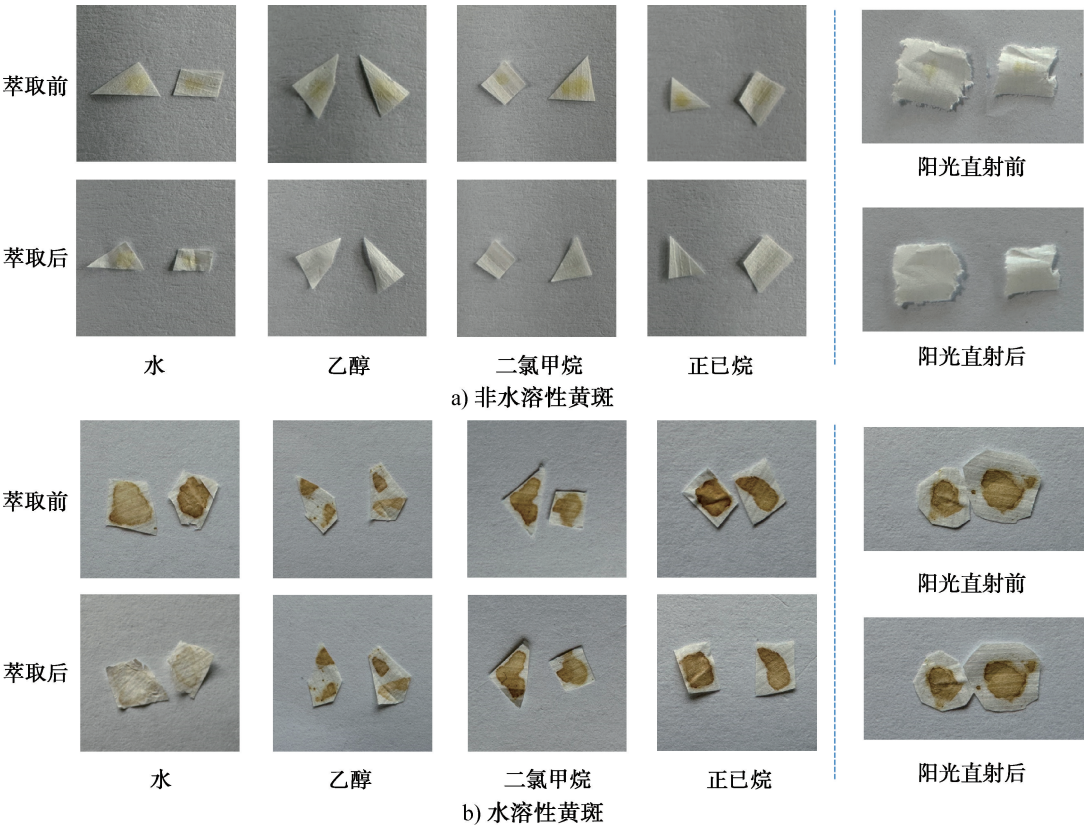


图 1 黄斑卷烟纸在不同极性溶剂中的溶解效果

Fig. 1 Solubility comparison of yellow spots on cigarette paper in different polar solvents

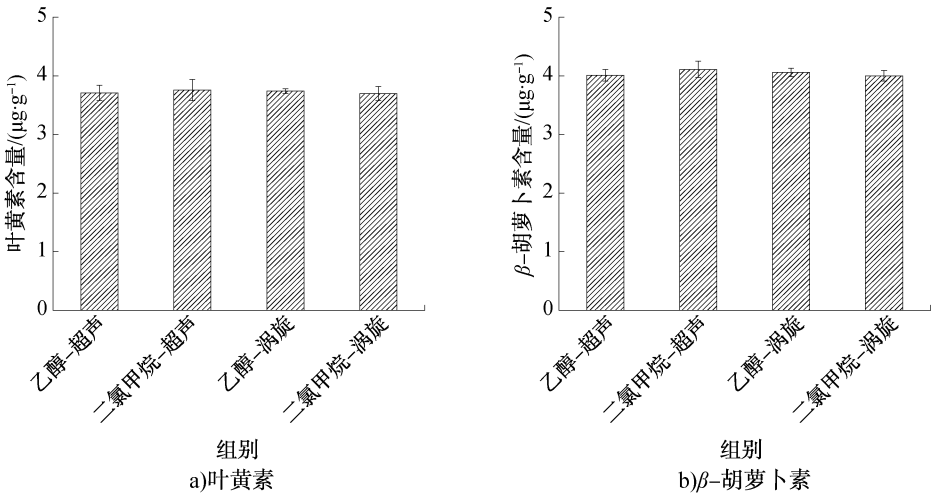


图 2 萃取方式和萃取剂对黄斑卷烟纸中叶黄素和 β -胡萝卜素萃取效果的影响
Fig. 2 Effects of extraction method and solvent on the extraction efficiency of lutein and β -carotene from yellow spots on cigarette paper

调制后的烟草物料需要更高强度的处理方法,例如烟丝需经烘干、研磨、水浸润、有机溶剂萃取或皂化处理^[17-18],步骤繁琐、效率低且需消耗大量的溶剂。为进一步提高萃取效率和安全环保性,比较了不同萃取溶剂和萃取方式对烟草物料中叶黄素和β-胡萝卜素萃取效果的影响,结果如图3所示。由图3可知,烟丝直接萃取效果较差,将其粉碎成粉末状能明显提升萃取效率,但需在低温下烘干样品后快速研磨,不仅操作繁琐、效率低,还可能造成色素氧化,而采用基质破碎萃取法,集研磨、萃取为一体,可快速将细胞破碎,在2 min内即可完成萃取。对于超声萃取方式,叶黄素采用90%乙醇溶液为溶剂萃取量最高,而β-胡萝卜素极性更低,采用乙醇萃取时萃取量最高;对于基质破碎萃取方式,采用乙醇为溶剂,2种色素的萃取量均最高。因此,选用乙醇为萃取剂对烟草物料进行基质破碎萃取。

2.3 卷烟纸中黄色物质的定性和定量分析

色素的吸收光谱通常使用紫外-可见光谱仪进

行测定。由于黄斑卷烟纸样品量一般较少、色素含量低、易受基质干扰,色素提取后难以直接测定吸收光谱,故本研究采用 HPLC-DAD 进行检测。非水溶性黄斑卷烟纸和标准溶液的液相色谱图和二维吸收光谱图如图4所示。由图4可知,除溶剂峰外,在400~500 nm波长处只观察到2个明显的吸收峰,即主要检测到2种色素;从液相色谱图保留时间比较可以看出,非水溶性黄斑卷烟纸色谱图中2个吸收峰的保留时间分别与叶黄素和β-胡萝卜素标准品一致;从2个吸收峰的吸收光谱图来看,2个吸收峰的光谱轮廓和最大吸收波长分别与叶黄素和β-胡萝卜素标准品一致,均为典型的三指峰,第1个吸收峰为叶黄素,最大吸收波长为446 nm,第2个吸收峰为β-胡萝卜素,最大吸收波长为450 nm,与文献^[18]的报道较一致。

黄斑卷烟纸及烟丝样品中叶黄素和β-胡萝卜素定量测定结果见表1。由表1可知,叶黄素和β-胡萝卜素在测定的质量浓度范围内线性关系良好;

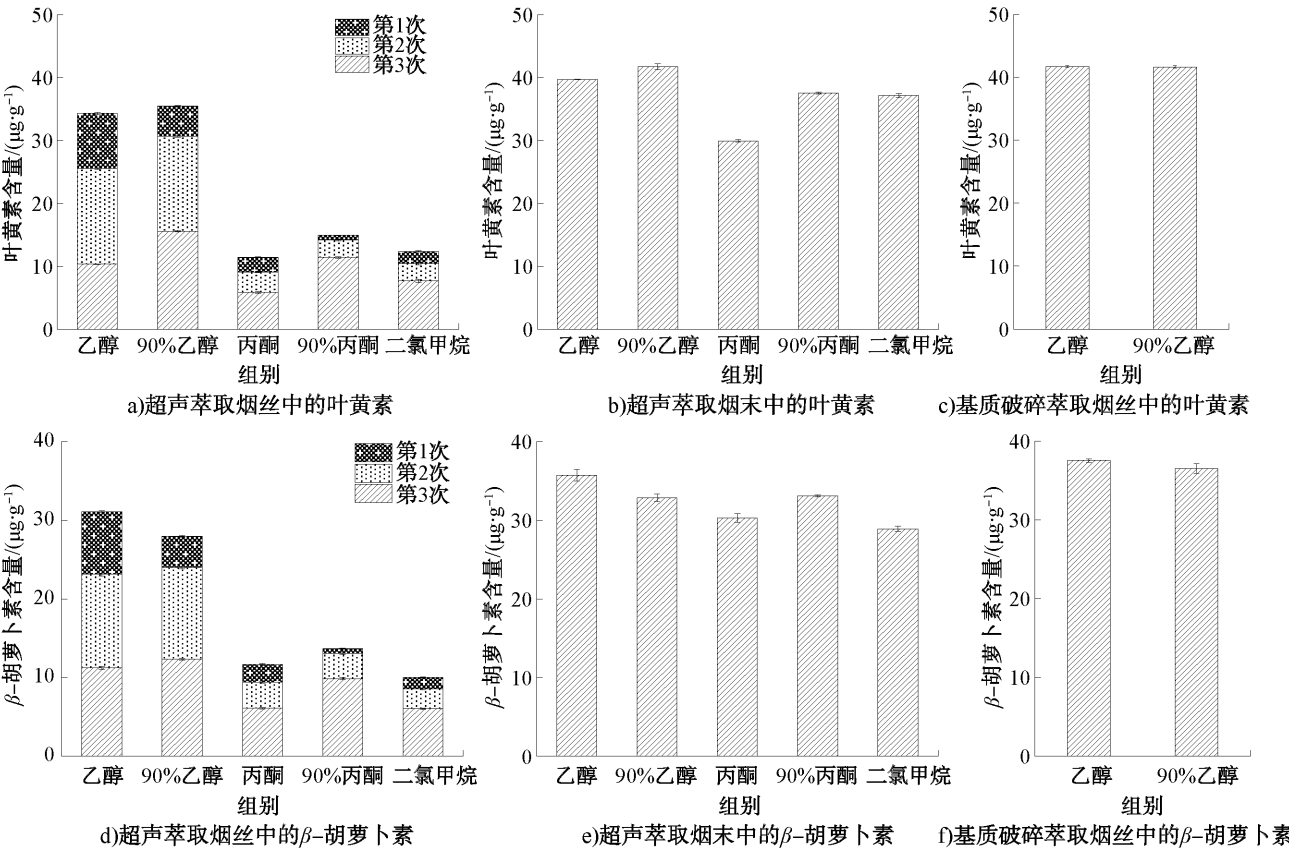


图3 萃取方式和萃取溶剂对烟草物料中叶黄素和β-胡萝卜素萃取效果的影响

Fig.3 Effects of extraction method and solvent on the extraction efficiency of lutein and β-carotene from tobacco materials

卷烟纸中叶黄素和 β -胡萝卜素的检出限分别为0.12 $\mu\text{g/g}$ 和0.20 $\mu\text{g/g}$,定量限分别为0.40 $\mu\text{g/g}$ 和0.67 $\mu\text{g/g}$,回收率为96.8%~99.7%;烟丝样品中叶黄素和 β -胡萝卜素的定量限分别为0.08 $\mu\text{g/g}$ 和0.13 $\mu\text{g/g}$,回收率为97.6%~103.8%。表明建立的定量方法精密度良好,定量准确,能够满足黄斑卷烟纸和烟丝中叶黄素和 β -胡萝卜素定量分析的要求。

根据所建立的标准曲线对收集到的黄斑卷烟

纸及对应烟丝样品中的色素进行定量分析,不同类型黄斑卷烟纸样品的液相色谱图如图5所示,色素含量测定结果见表2。由图5和表2可知,8个非水溶性黄斑卷烟纸中均检出叶黄素和 β -胡萝卜素,含量分别为1.07~7.00 $\mu\text{g/g}$ 和0.64~13.37 $\mu\text{g/g}$,未发现其含量高低与烟丝中色素含量存在明显相关性。此外,从黄斑卷烟纸和烟丝中2种色素占比来看,部分黄斑卷烟纸样品中色素占比与烟丝一致,但规格2、3、7、8的黄斑卷烟纸样品中色素占比与烟

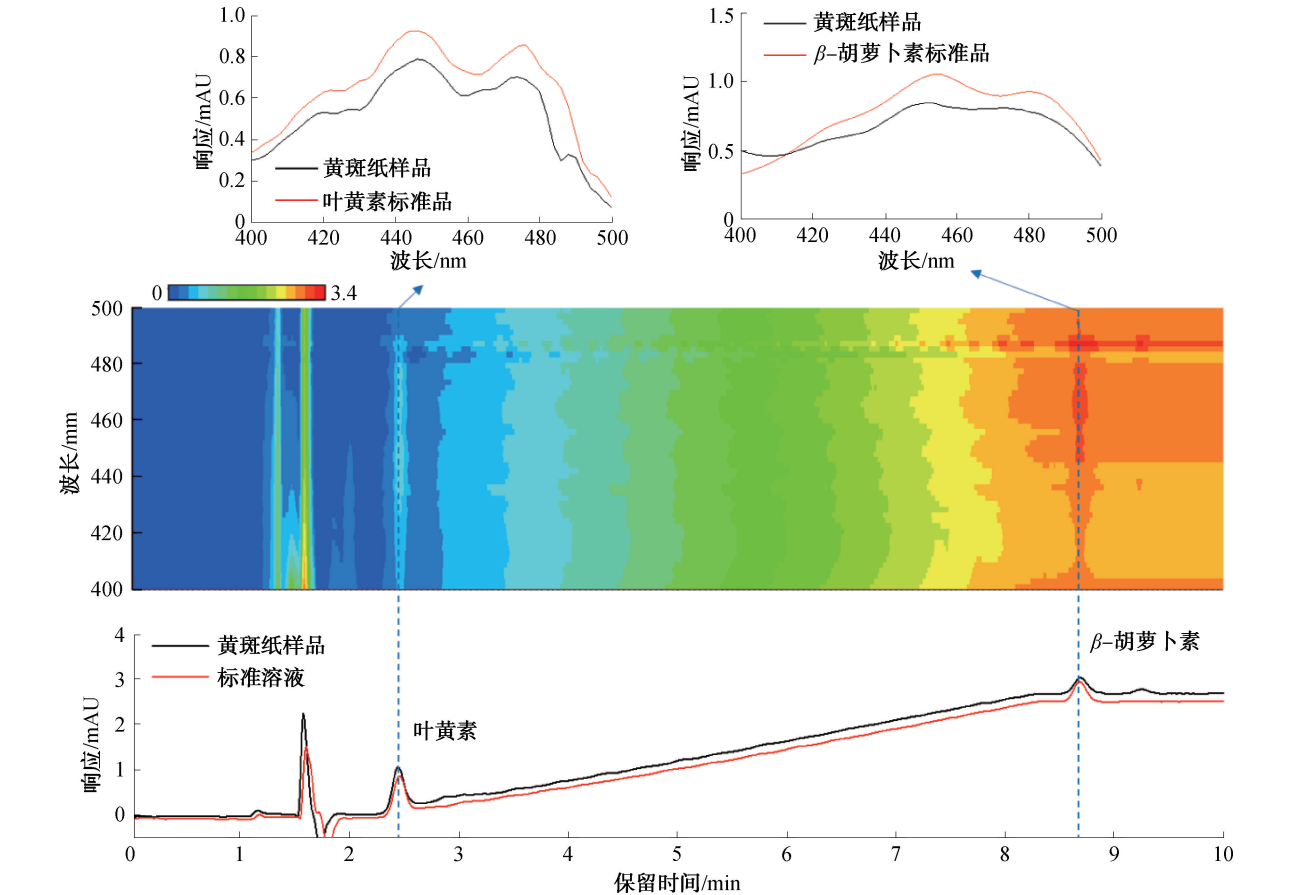


图4 非水溶性黄斑卷烟纸样品和标准溶液的液相色谱图(445 nm)和二维吸收光谱图
Fig. 4 Chromatograms (445 nm) and two-dimensional absorption spectra of non-water-soluble yellow spots cigarette paper samples and standard solutions

表1 黄斑卷烟纸及烟丝样品中叶黄素和 β -胡萝卜素定量测定结果
Table 1 Quantitative determination of lutein and β -carotene in yellow spots cigarette paper and cut tobacco samples

基质	化合物名称	质量浓度范围/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	R^2	检出限/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	定量限/ ($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	精密度/ %	回收率/% ($n=6$)
卷烟纸	叶黄素	0.004~0.500	0.999 2	0.12	0.40	3.4	96.8~99.5
	β -胡萝卜素	0.008~0.500	0.999 4	0.20	0.67	2.8	97.2~99.7
烟草物料	叶黄素	0.040~10.000	1.000 0	0.02	0.08	3.1	97.6~103.8
	β -胡萝卜素	0.040~10.000	0.999 8	0.04	0.13	2.9	97.8~103.5

丝存在差别,这可能 与黄斑形成原因、样品存放时间和环境差异有关。酯类溶剂污染的卷烟纸上形成面积较大的油性斑点,略带微黄色,斑点不溶于水,可溶于乙醇,表明此类黄斑也属于非水溶性黄斑,其萃取液中也检测到低含量的叶黄素和β-胡萝卜素,即酯类溶剂也能促使配方烟丝中的脂溶性色素传递至卷烟纸上。在生产过程中收集到的水渍黄斑及高湿度环境下形成的水溶性黄斑中则未检测到叶黄素和β-胡萝卜素,只在溶剂峰前观察到吸收峰,可能为酚类等极性有色物质^[19],说明水溶性黄斑形成过程中不会发生脂溶性色素的转移。因此,可使用建立的定量方法实现对非水溶性黄斑的定量检测。

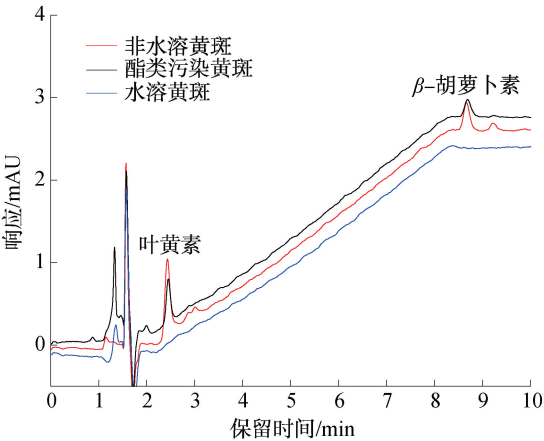


图 5 不同类型黄斑卷烟纸样品的液相色谱图

Fig. 5 Liquid chromatograms of different types of yellow spots cigarette paper samples

2.4 色素来源分析

非水溶黄斑卷烟纸中黄色物质可能来源于与之接触的配方烟丝,因此选择配方烟丝的组成成分进行色素检测。首先通过比较萃取液颜色和深浅,初步判断颜色物质的来源,可直观地观察到配方烟丝的萃取液呈浅黄色,香精和糖料颜色较浅且实际添加量较小,表明非水溶黄斑卷烟纸中的黄色来源于配方烟丝的可能性更大。通过液相色谱分析发现,配方烟丝中主要检测到叶黄素和β-胡萝卜素 2 种色素,从图 6 所示不同烟草物料中色素的可淋洗量比较结果可以看出,2 种色素含量高低顺序为叶丝>薄片>梗丝;糖料中检测到较少的叶黄素和β-胡萝卜素,含量分别为 0.09 μg/g 和 0.20 μg/g,香精中检测到较少的叶黄素,含量为 0.31 μg/g。

结合 2.2 可知,烟丝中大部分色素处于细胞内,较难萃取溶出,只有部分色素易溶解迁移至卷烟纸上形成黄斑。由图 6 可知,配方烟丝的不同物料中脂溶性色素可淋洗量和可淋洗量占比差异均较大,特别是薄片可淋洗量最大,即其中色素最容易溶出;梗丝中色素含量最低,但可淋洗量占比最高;烘丝后烟丝中色素略微降低,但可淋洗占比变化不大;气流丝经气流干燥后色素含量相比烟丝降低,但对可淋洗量影响不大;此外添加酯类成分未见增加脂溶性色素的可淋洗量,也在一定程度上说明转移形成黄斑的色素主要来自于可淋洗溶出部分。

表 2 不同黄斑卷烟纸及配方烟丝中色素含量检测结果

Table 2 Detection results of pigment content in different samples of yellow spots cigarette paper and cut tobacco blend

黄斑类型	样品名称	黄斑卷烟纸中含量/(μg·g ⁻¹)			配方烟丝中含量/(μg·g ⁻¹)		
		叶黄素	β-胡萝卜素	比例(叶黄素/β-胡萝卜素)	叶黄素	β-胡萝卜素	比例(叶黄素/β-胡萝卜素)
非水溶性	规格 1	3.94	4.12	0.96	23.37	24.14	0.97
	规格 2	2.53	1.50	1.69	20.48	24.78	0.83
	规格 3	3.79	2.74	1.38	24.17	34.37	0.70
	规格 4	7.00	13.37	0.52	18.32	26.77	0.68
	规格 5	1.64	1.77	0.93	11.42	12.74	0.90
	规格 6	2.43	2.74	0.89	31.92	27.21	1.17
	规格 7	1.07	0.64	1.67	31.62	28.15	1.12
	规格 8	3.22	1.79	1.80	31.01	27.32	1.14
	脂溶性溶剂污染样	0.63	0.67	0.94	22.31	24.54	0.91
水溶性	收集样 1	未检出	未检出				
	自制样 1	未检出	未检出				

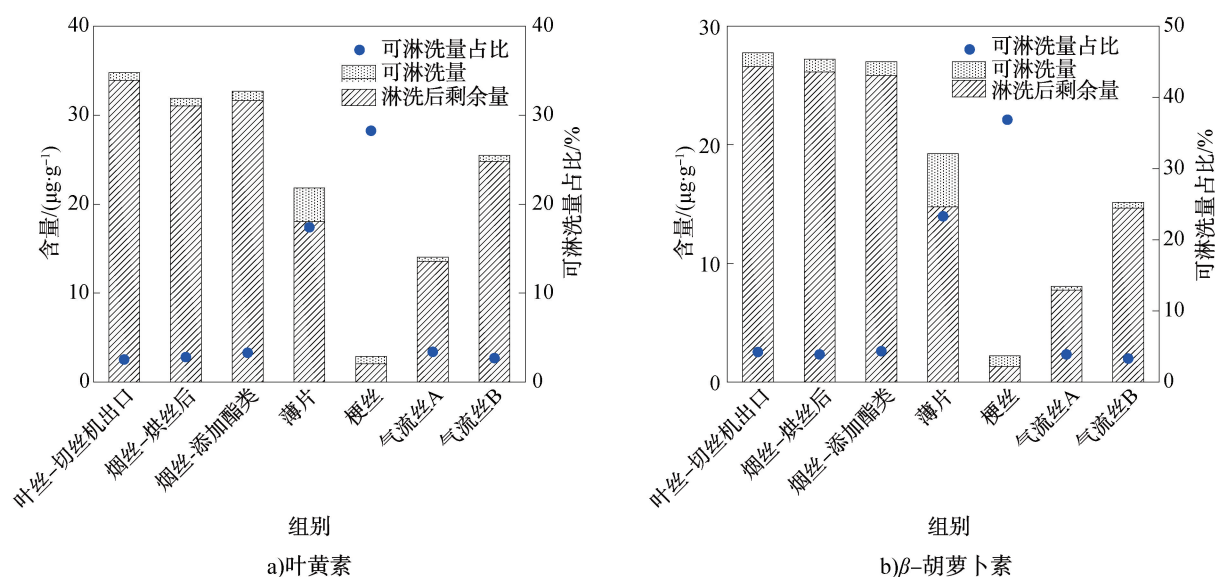


图6 不同烟草物料中色素的可淋洗量比较结果

Fig. 6 Comparison of leachable pigment amounts from different tobacco materials

结合脂溶性色素的可淋洗溶出量和易溶出程度,推测薄片和梗丝对黄斑形成的贡献更大。

3 结论

本研究分析了卷烟纸非水溶黄斑的鉴别特征,建立了黄斑中黄色物质的定性和定量检测方法,并分析其来源。主要结论如下:非水溶黄斑形状规则,呈淡黄色,略带油腻感,其中的黄色物质溶于乙醇等有机溶剂,在光照或长时间存放后颜色减退,可通过水溶性测试和光照与水溶性黄斑进行有效区分。建立了基于卷烟纸涡旋萃取和烟草物料基质破碎萃取的前处理方法,结合 HPLC-DAD,实现了 mg 级黄斑卷烟纸中叶黄素和 β -胡萝卜素的高灵敏度检测,检出限分别为 $0.12 \mu\text{g/g}$ 和 $0.20 \mu\text{g/g}$,定量限分别为 $0.40 \mu\text{g/g}$ 和 $0.67 \mu\text{g/g}$ 。采用建立的方法确定了卷烟纸非水溶黄斑中的黄色物质为叶黄素和 β -胡萝卜素,在 8 个非水溶性黄斑样品中含量分别为 $1.07 \sim 7.00 \mu\text{g/g}$ 和 $0.64 \sim 13.37 \mu\text{g/g}$ 。此外,揭示了非水溶黄斑的黄色物质来源,叶黄素和 β -胡萝卜素主要来源于配方烟丝,在不同物料中含量依次为叶丝>薄片>梗丝,但薄片和梗丝中的色素最容易被二氯甲烷溶出。本研究为卷烟纸非水溶黄斑的快速鉴别与属性识别提供了科学依据和技术手段,后续可进一步探究色素迁移机理及其影

响因素,为降低黄斑烟支的产生提供理论依据。

参考文献:

- [1] GB 5606.3—2005 卷烟 第3部分:包装、卷制技术要求及贮运[S].
GB 5606.3—2005 Cigarettes—Part 3:technical requirements for packing,making,storage and transport[S].
- [2] 司晓喜,向能军,马宁,等.黄斑烟卷烟纸中糖和保润剂的测定及微观形貌分析[J].烟草科技,2018,51(5):46-54.
SI X X,XIANG N J,MA N,et al. Spotted cigarette paper: determination of sugar and humectant contents and micro-morphological analysis[J]. Tobacco Science & Technology, 2018,51(5):46-54.
- [3] 李乾,李云,李国翠,等.卷烟工业黄斑烟研究综述[J].农产品加工,2023(23):84-87.
LI Q,LI Y,LI G C,et al. Research survey on macular smoke in the cigarette industry[J]. Academic Periodical of Farm Products Processing,2023(23):84-87.
- [4] 侯鹏娟,李强,杨春,等.黄斑烟的产生原因及其分析鉴定与防控措施综述[J].农产品加工,2020(10):80-83.
HOU P J,LI Q,YANG C,et al. The summary of the cause,analysis and identification,prevention and control of macular cigarette [J]. Academic Periodical of Farm Products Processing,2020(10):80-83.
- [5] 吴树清,孙勇,杨芳,等.YJ19 卷烟机烟支导板装置改进[J].食品与机械,2021,37(4):124-128.

- WU S Q, SUN Y, YANG F, et al. Improvement on cigarette guide plate device of YJ19 cigarette maker[J]. Food & Machinery, 2021, 37(4): 124-128.
- [6] JACOBSON J S. The brown pigments of autolyzed tobacco leaves I. Isolation and characterization[J]. Archives of Biochemistry and Biophysics, 1961, 93(3): 580-590.
- [7] 刘辉, 祖庆学, 王松峰, 等. 不同成熟度对鲜烟素质和烤后烟叶质量的影响[J]. 中国烟草科学, 2020, 41(2): 66-71, 78.
- LIU H, ZU Q X, WANG S F, et al. Effect of different maturity on the quality features of fresh and cured tobacco[J]. Chinese Tobacco Science, 2020, 41(2): 66-71, 78.
- [8] 王骏, 蒋健, 赵亮, 等. 4种光源辐照对烟叶颜色及关键化学成分的影响[J]. 轻工学报, 2025, 40(5): 72-81.
- WANG J, JIANG J, ZHAO L, et al. Effects of four types of light sources irradiation on the color and key chemical composition of tobacco leaves[J]. Journal of Light Industry, 2025, 40(5): 72-81.
- [9] WRIGHT H E Jr, BURTON W W, BERRY R C Jr. Soluble browning reaction pigments of aged Burley tobacco. I. The non-dialyzable fraction[J]. Archives of Biochemistry and Biophysics, 1960, 86: 94-101.
- [10] 秦诗棋, 周沅桢, 刘泽, 等. 利用 FAIMS 法鉴别黄斑烟污染物的来源[J]. 中国烟草学报, 2018, 24(4): 7-15.
- QIN S Q, ZHOU Y Z, LIU Z, et al. Identification of causes of staining in cigarette by FAIMS[J]. Acta Tabacaria Sinica, 2018, 24(4): 7-15.
- [11] 李腾, 张莹, 潘文, 等. 黄斑污染物对卷烟纸热解燃烧特性及反应动力学的影响[J]. 中国造纸, 2023, 42(1): 86-92.
- LI T, ZHANG Y, PAN W, et al. Effect of potential macular staining on the pyrolysis/combustion characteristics and reaction kinetics of cigarette paper[J]. China Pulp & Paper, 2023, 42(1): 86-92.
- [12] TAN Y W, LIU H B, MI F F, et al. Tracing the causes of macular cigarettes using fluorescence hyperspectral imaging technology[C]//Innovations in Images, Signals, and Computing. Cham: Springer, 2025: 13-25.
- [13] YC/T 242—2020 烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇含量测定 气相色谱法[S].
- YC/T 242—2020 Tobacco flavorings—Determination of ethanol, 1, 2-propylene glycol and glycerol—Gas chromatography method[S].
- [14] MENG Y, WANG Y H, GUO W M, et al. Analysis of the relationship between color and natural pigments of tobacco leaves during curing[J]. Scientific Reports, 2024, 14: 166.
- [15] OCHOA BECERRA M, MOJICA CONTRERAS L, HSIEH LO M, et al. Lutein as a functional food ingredient: stability and bioavailability[J]. Journal of Functional Foods, 2020, 66: 103771.
- [16] 骆霜霜, 卢颖, 彭静维, 等. 复配天然色素在肉松上的着色及稳定性研究[J]. 中国食品添加剂, 2025, 36(5): 96-101.
- LUO S S, LU Y, PENG J W, et al. Coloring and stability of compound natural pigments in meat floss[J]. China Food Additives, 2025, 36(5): 96-101.
- [17] YC/T 382—2010 烟草及烟草制品 质体色素的测定 高效液相色谱法[S].
- YC/T 382—2010 Tobacco and tobacco products—Determination of plastid pigments—High performance liquid chromatography method[S].
- [18] 郑晨. 温度对类胡萝卜素分子电子-声子耦合的影响[D]. 长春: 长春理工大学, 2023.
- ZHENG C. Effect of temperature on electron-phonon coupling of carotenoids[D]. Changchun: Changchun University of Science and Technology, 2023.
- [19] TRIEU HONG H, THI TRAN T, O' HARE T J. Saponification: a key technique for quantification of carotenoid extracts[M]//Carotenoid Analysis. New York, NY: Springer US, 2025: 103-119.

Determination and source identification of yellow substances in non-water-soluble yellow spots on cigarette paper

SI Xiaoxi^{1,2}, BAI Xue³, LONG Yujiao⁴, SHE Di³, ZHOU Yuanzhen⁴, HE Pei¹, LIU Chunbo¹, ZHANG Wei¹

1. R&D Center/Key Laboratory of Tobacco Chemistry of Yunnan, China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd., Kunming 650031, China;

2. Faculty of Environmental Science & Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650500, China;

3. Qujing Cigarette Factory, Hongyunhonghe Tobacco(Group) Co., Ltd., Qujing 655001, China;

4. Honghe Cigarette Factory, Hongyunhonghe Tobacco(Group) Co., Ltd., Mile 652399, China

(下转第 121 页)

Abstract: [Objective] To establish a contact angle measurement method for water-based adhesives used in cigarettes, and to quantitatively characterize their wettability. **[Methods]** A contact angle meter was used to measure the contact angles of water-based adhesives on different substrates. The effects of substrate material, dispensing needle size, droplet volume, and contact time on the contact angle were investigated, and the feasibility of using this method to characterize the wettability of water-based adhesives was examined. **[Results]** Glass slide A could be used as the substrate to reflect the contact angle behavior of water-based adhesives on cigarette papers. As the inner diameter of the dispensing needle or the contact time increased, the contact angles gradually decreased. For low-viscosity adhesives, the contact angle decreased gradually with increasing droplet volume, whereas for high-viscosity adhesives, the contact angle initially increased and then decreased with increasing droplet volume. The optimized test conditions were as follows: ultra-clean glass slide A as the substrate, a dispensing needle with an inner diameter of 1.5 mm, a droplet volume of 10 μL , and a contact time of 10 s. Based on five replicate measurements, the relative standard deviation (*RSD*) between different laboratories ranged from 1.8% to 4.1%, with a repeatability standard deviation (S_r) $\leq 1.62^\circ$ and a reproducibility standard deviation (S_R) $\leq 3.12^\circ$. **[Conclusion]** The established contact angle-based method for measuring the wettability of water-based cigarette adhesives demonstrated satisfactory stability and operability, and can be reliably used for this purpose.

Key words: water-based adhesive for cigarette; contact angle; wettability

[责任编辑:刘丹丹 贾学伟]

(上接第 112 页)

Abstract: [Objective] To investigate the material basis and causes of non-water-soluble yellow spots on cigarette paper. **[Methods]** Liquid chromatography coupled with a diode array detector (LC-DAD) was used to qualitatively and quantitatively analyze the yellow substances in non-water-soluble yellow spots, and their sources were investigated through the determination of yellow substances in different tobacco materials combined with solvent leaching experiments. **[Results]** The result showed that the yellow substances in the non-water-soluble spots were soluble in organic solvents such as ethanol but insoluble in water, and their color faded upon sunlight exposure. Such spots can be distinguished by testing their water solubility and light fading behavior. With ethanol as the extraction solvent, vortex extraction was applied to cigarette paper and matrix disruption extraction to tobacco materials, achieving complete extraction of the lipophilic yellow pigments. Based on their retention times and absorption spectral profiles obtained by two-dimensional absorption spectroscopy, the yellow substances in the non-water-soluble spots were identified as lutein and β -carotene. The contents of lutein and β -carotene in eight cigarette paper samples with non-water-soluble yellow spots were determined to be in the range of 1.07 ~ 7.00 $\mu\text{g/g}$ and 0.64 ~ 13.37 $\mu\text{g/g}$, respectively. Trace amounts of lutein and β -carotene were also detected in oily spots on cigarette paper caused by ester solvent contamination. Lutein and β -carotene mainly originated from the blended cut tobacco, and their contents in different materials followed the order of cut tobacco > reconstituted tobacco sheet > cut stem. Dichloromethane leaching experiments showed that among these materials, reconstituted tobacco sheet released the largest amount of lipophilic yellow pigments, whereas cut stem exhibited the highest leachable proportion. **[Conclusion]** The established method can be used for the identification and source tracing of non-water-soluble yellow spots on cigarette paper, providing a reference for the scientific prevention and control of spotted cigarettes.

Key words: cigarette paper; non-water-soluble yellow spots; pigment; source

[责任编辑:刘丹丹 贾学伟]