

极性搅拌磁子萃取 -GC/MS 分析主流烟气口腔模拟吸收液中的极性成分

李晶, 耿永勤, 徐济仓, 陈建华, 缪恩铭, 魏玉玲, 李雪梅

云南中烟工业有限责任公司技术中心, 安全评价部, 云南省昆明市高新区科医路41号云南烟草科学研究院 650106

摘要: 建立了极性搅拌磁子吸附萃取-热脱附(TD)-GC-MS法, 分析了主流烟气被口腔模拟吸收液吸收的极性成分。优化后的试验条件为: 极性搅拌磁子转速 800 rpm, 萃取时间 60 min, 萃取后的搅拌磁子在 220℃ 的温度下热脱附 3 min, 并用 -50℃ 的冷阱进行收集进样, 利用气相色谱-质谱进行多种成分全扫分析。在优化条件下, 该方法具有较好的重复性(RSD<12%)。该方法灵敏度高, 操作方便, 适用于研究烟气成分对消费者味觉感受的影响。

关键词: 搅拌磁子吸附萃取; 热脱附; 气相色谱-质谱(GC/MS); 主流烟气; 口腔模拟吸收

引用本文: 李晶, 耿永勤, 徐济仓, 等. 极性搅拌磁子萃取-GC/MS 分析主流烟气口腔模拟吸收液中的极性成分[J]. 中国烟草学报, 2016, 22(3)

搅拌磁子吸附萃取(Stir bar sorptive extraction, SBSE)是一种新的固相微萃取前处理技术, 由 Baltussen 等^[1]在 1999 年首次提出, 2000 年 Gerstel 公司将其商品化, 是一种无溶剂或少溶剂, 集萃取、净化、富集为一体的样品前处理技术。SBSE 具有固定相体积大, 萃取容量高, 无需外加搅拌部件的优点; SBSE 可以在完成搅拌的同时吸附目标物, 还可消除其余杂质的吸附竞争, 样品前处理方法方便、简易^[2-4]。目前, SBSE 已经在食品^[5]、环境^[6]和农药残留^[7]前处理中得到广泛的应用。最初的 SBSE 使用非极性的 PDMS 涂层, 只能对非极性成分进行萃取, 对极性成分只能通过衍生化或者更换涂层性质等繁琐操作才能实现萃取, 目前 Gesterl 公司实现了极性搅拌磁子的商品化(EG-SBSE), 表面涂层为聚乙二醇, 可以对酚类等极性成分进行分析检测, 大大拓宽了搅拌吸附萃取技术的应用范围, 目前暂未见在烟草化学分析中的应用。

卷烟产品是一种依靠感官感受为主的产品^[8-9], 卷烟消费时, 主流烟气暴露于口腔中, 与口腔黏膜短暂作用后, 部分特征化学成分通过口腔黏膜进行接触、吸附、溶解、吸收、转化, 从而引起感官感受, 这一

部分化学成分是抽烟引起的感官生理反应的核心与关键。这部分物质多为极性成分。目前此类研究多集中在烟草化学成分^[10-13]、烟气化学成分^[14-15]成分对感官抽吸品质的影响, 模拟吸收的技术、装置以及吸收液分析方面的研究较少^[16-17]。

本研究方法利用人工口腔模拟吸收液对主流烟气进行口腔模拟吸收, 应用 SBSE 技术萃取模拟吸收液中的极性成分, 利用热脱附-气相色谱-质谱(TD-GCMS)进行分析检测, 建立了基于 SBSE-TD-GCMS 技术分析主流烟气口腔模拟吸收液中的极性成分的方法。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

(1) 试剂。丙酸苯乙酯(纯度≥99.5%, 美国 Supelco 公司); NaCl, KCl, NaOH, 无水 CaCl₂, NaH₂PO₄·H₂O, Na₂S, 尿素均为分析纯(购自西陇化工厂); 实验用水均为超纯水; 2 种市售卷烟。

(2) 仪器。Agilent 7890A 型气相色谱仪, 串联具有电子轰击离子源(EI 源)的 5975C 质谱检测器(Agilent 公司); 色谱柱: DB-WAX(30 m×0.25 mm,

基金项目: 云南中烟公司科研资助项目(No. 2016JC03); 云南中烟公司技术中心科研资助项目(No. JSZX2014JC09)

作者简介: 李晶(1982—), 博士, 工程师, 主要研究方向: 主要从事烟草化学色谱、质谱分析, Tel: 0871-68319118, Email: lijing_1107@163.com

通讯作者: 李雪梅(1972—), Tel: 0871-68316047, Email: xmlikm@126.com

收稿日期: 2015-08-03

0.25 μm); Gerstel TDS-2 热脱附仪 (德国, Gerstel 公司); Gerstel 极性搅拌磁子 (0.5 mm $\times$ 10 mm, EG-Silicone-SBSE); TC2 老化器 (德国, Gerstel 公司); 热脱附管 (O.D. 6.0 mm, I.D. 4.5 mm, 德国, Gerstel 公司); IKA RH basic2 磁力搅拌器 (美国 IKA 公司); Milli-Q 超纯水纯化系统 (美国 Millipore 公司); AE200 分析天平 (瑞士 METTLER 公司); SK5200 型超声波振荡器 (上海科导超声仪器有限公司); 20 mL 顶空进样瓶 (美国 Agilent 公司)。

1.2 方法

1.2.1 口腔模拟吸收液的配制

口腔模拟吸收液按照 ISO/TR10271 标准^[18]进行配制, 配制方法为: 0.4 g/L NaCl, 0.4 g/L KCl, $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.795 g/L, $\text{Na}_2\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.005 g/L, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.78 g/L, 尿素 1 g/L, 溶液利用蒸馏水配制, 最后利用 NaOH 将口腔模拟吸收液 pH 值调至 6.8 ± 0.5 。

1.2.2 口腔模拟吸收液对主流烟气的吸收

模拟吸收过程主要模拟消费者在抽吸卷烟过程中, 烟气进入口腔, 而后扩散、吸附或者吸收后, 再被排出的循环过程。根据 GB/T16447-2004 的条件^[19], 对待测卷烟进行平衡, 平衡 48 h 的烟支按照标准抽吸条件进行抽吸^[20]。主流烟气吸收主要按照图 1 所示进行吸收。

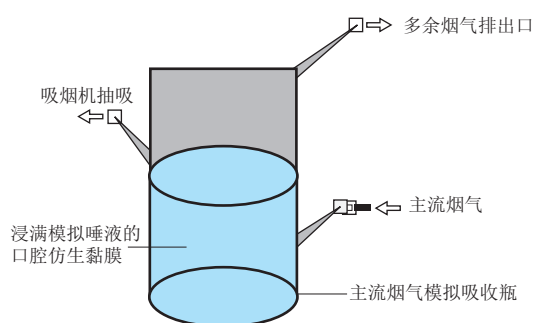


图 1 口腔模拟吸收液对主流烟气的吸收

Fig.1 Trap of mainstream smoke by a dental simulator

实验操作如下: 在主流烟气模拟吸收瓶中加入经口腔模拟吸收液浸泡后的口腔仿生黏膜 (实验室自制, 长 12.5 cm, 宽 8.0 cm), 用于模拟人体口腔内部黏膜对主流烟气的吸收。抽吸前, 连接吸收装置和吸烟机, 检查气密性并对抽吸容量等抽吸参数进行校正; 抽吸烟支时, 主流烟气进入吸收瓶, 保持 5 s 停驻时间, 之后经烟气排出口排出, 然后继续进行下一次抽吸动作, 直至烟支抽吸完成。每次实验抽吸 5 支烟, 之后将口腔仿生黏膜取出, 并利用口腔模拟吸收液对吸

收瓶进行多次润洗, 最后将黏膜和吸收瓶润洗液合并, 利用超声波仪对口腔仿生黏膜进行超声萃取 20 min, 收集萃取液并定容至 20 mL, 以备后续分析用。

1.2.3 搅拌磁子吸附萃取

搅拌磁子使用前需要进行老化处理, 以保证每个样品的平行结果, 老化处理操作如下: 将放有搅拌磁子的热脱附管放入老化器中, 在惰性气体 (高纯氮气) 的保护下, 加热到 220 $^{\circ}\text{C}$, 老化 45 min, 之后冷却备用。

取 2 mL 1.2.2 中收集的主流烟气口腔模拟吸收液于 20 mL 顶空进样瓶中, 加入 10 μL 100 $\mu\text{g/L}$ 丙酸苯乙酯作为内标以及 2 mL 超纯水; 再放入 1 个老化后的搅拌磁子, 并将顶空瓶进行密封, 于 800 rpm 转速下搅拌萃取 60 min; 萃取完成后, 利用镊子取出搅拌磁子, 并用少量超纯水清洗搅拌磁子表面, 最后利用无尘纸擦拭搅拌磁子, 干燥, 备用。

1.2.4 热脱附-气相色谱串联质谱分析

将 1.2.3 中萃取完成的搅拌磁子放入热脱附仪的热脱附管中, 密闭仪器, 进行热脱附-气相色谱-质谱分析。

热脱附仪分析条件: 初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$, 以 1 $^{\circ}\text{C/s}$ 的速度进行加热, 加热至 220 $^{\circ}\text{C}$ 后保持 3 min; 传输线温度为 300 $^{\circ}\text{C}$; 冷阱温度为 -50 $^{\circ}\text{C}$, 以 12 $^{\circ}\text{C/s}$ 的速度升至 280 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min; 采用溶剂排空模式进样。

气相色谱-质谱分析条件: 色谱柱: Agilent DB-WAX(0.25 mm $\times$ 30 m, 0.25 μm ; 载气: 氦气 (He); 流速: 1.0 mL/min; 程序升温: 初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min, 以 5 $^{\circ}\text{C/min}$ 升至 150 $^{\circ}\text{C}$, 以 2 $^{\circ}\text{C/min}$ 升至 180 $^{\circ}\text{C}$, 以 5 $^{\circ}\text{C/min}$ 速度升至 230 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min; 进样口温度: 230 $^{\circ}\text{C}$, 不分流进样。

质谱条件: 离子源: EI; 离子化能量: 70 eV; 离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$; 全扫描模式, 扫描质量范围为 35-350(m/z)。

2 结果与讨论

2.1 搅拌速度对主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分萃取效果的影响

搅拌磁子萃取主要通过溶液中的目标物质在磁子的搅拌下, 在溶液中进行扩散, 从而吸附到搅拌磁子上, 因此搅拌速度的快慢会影响目标物质的扩散, 从而影响萃取的结果。如果搅拌速度较慢, 物质扩散到搅拌磁子附近就较少, 萃取效果不佳, 而如果搅拌速度过快, 目标物质刚扩散到磁子附近就被带走, 没有发生吸附作用, 萃取结果依然不理想。因此本实验在室温下, 保持萃取时间为 60 min 不变, 考察了

600~1200 rpm 不同转速对于萃取效果的影响, 考察以全扫模式下, 匹配度大于 70% 的色谱峰的总峰面积为指标, 结果如图 2 所示。

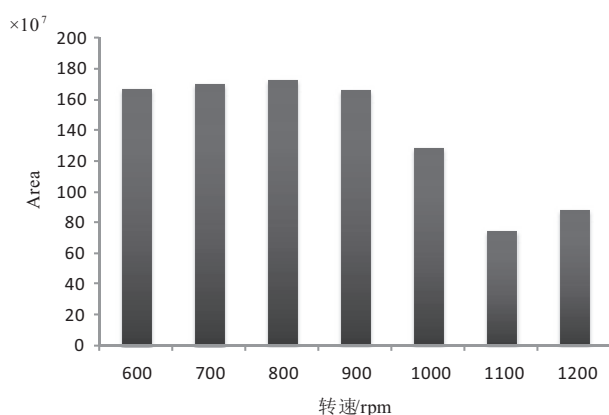


图 2 萃取转速对萃取效果的影响图

Fig.2 Effect of rotation rate on extraction efficiency

从实验结果可以看出, 随着转速增大萃取峰面积也逐渐增大, 当转速到达 800 rpm 时, 萃取成分峰面积最大, 而随着转速继续增大, 萃取效果发生了明显的下降。根据峰面积, 最优转速为 800 rpm。

2.2 萃取时间对主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分萃取效果的影响

搅拌磁子通过搅拌运动, 使溶液中的各个组分从溶液扩散转移到搅拌磁子上, 从而达到萃取富集的效果。由于在溶液中的扩散和吸附等作用, 萃取时间对于萃取效果的影响较为重要, 时间过短目标物质不能尽可能多的被富集在搅拌磁子上, 时间过长, 搅拌磁子上的目标物质反而会重新回到溶液中, 达不到萃取的效果, 而且过长的实验时间不利于实验的顺利开展。本实验在室温下, 保持萃取转速为 800 rpm 不变, 选择 30 min, 60 min, 90 min, 120 min, 180 min 5 个不同萃取时间进行考察, 分析萃取时间对于萃取效果的影响。各个萃取时间下主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分的峰面积比较结果如图 3 所示。

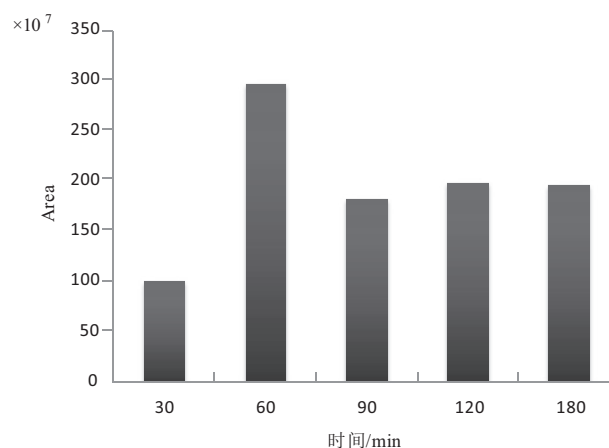


图 3 萃取时间对于萃取效果影响图

Fig.3 Effect of extraction time on extraction efficiency

由图 3 中可以看出, 随着萃取时间增长, 萃取峰面积有一个明显的上升, 但是萃取时间超过 60 min 后, 萃取效率有所降低, 尽管 120 min 和 180 min 由于萃取时间较长, 萃取峰面积有了一个微弱的上升, 但是基本差异不大, 因此本实验优选的萃取时间为 60 min。

2.3 加盐效应对主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分萃取效果的影响

实验在室温下, 萃取时间为 60 min, 萃取转速 800 rpm 等实验条件不变的情况下, 考察了添加 0%, 2%, 5%, 10% 的 NaCl 的影响, 结果发现添加 NaCl 并不能明显提高萃取效率, 因此本实验不考虑加盐作用。

2.4 热脱附条件对主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分分析结果的影响

所分析的目标物质萃取到搅拌磁子上后, 通过热脱附仪进行脱附, 脱附后的待测物质被收集在冷阱中后, 经过统一加热脱附, 进入气相色谱 - 质谱进行分析检测。因此热脱附的条件对于目标物质的分析影响很大, 也直接影响分析检测的效果。本实验采用正交实验的方法, 考察热脱附温度, 热脱附时间和冷阱温度 3 个因素对于分析结果的影响。每个因素选取 3 个考察水平, 实验设计表格见表 1。考察对象以峰面积为优选因子（匹配度大于 70% 的色谱峰的总峰面积为指标）。

表 1 热脱附温度、热脱附时间和冷阱温度对分析结果的影响
Tab.1 Effect of desorption temperature, desorption time and cryofocusing temperature on analysis results

试验号	A 热脱附温度 /℃	B 热脱附时间 /min	C 冷阱温度 /℃	试验方案	峰面积总和
1	180 (1)	3 (1)	-50 (1)	A ₁ B ₁ C ₁	1402514852
2	180 (1)	4 (2)	-80 (2)	A ₁ B ₂ C ₂	1136268947
3	180 (1)	5 (3)	-100 (3)	A ₁ B ₃ C ₃	1188230999
4	200 (2)	3 (1)	-80 (2)	A ₂ B ₁ C ₂	1496757976
5	200 (2)	4 (2)	-100 (3)	A ₂ B ₂ C ₃	1494699118
6	200 (2)	5 (3)	-50 (1)	A ₂ B ₃ C ₁	1347226984
7	220 (3)	3 (1)	-100 (3)	A ₃ B ₁ C ₃	1293124733
8	220 (3)	4 (2)	-50 (1)	A ₃ B ₂ C ₁	1510760512
9	220 (3)	5 (3)	-80 (2)	A ₃ B ₃ C ₂	1601613008
K1	3727014798	4192397561	4260502348		
K2	4338684078	4141728577	4234639931		
K3	4405498253	4137070991	3976054850		
k1	1242338266	1397465854	1420167449		
k2	1446228026	1380576192	1411546644		
k3	1468499418	1379023664	1325351617		
极差 R	226161152	18442190	94815832.7		

因素主→次 ACB

优方案: A₃ C₁ B₁

注：相对含量为各个化合物峰面积分别除以内标化合物峰面积再乘以 100% 计算而得。

从表 1 中可以发现，对于实验分析结果影响最大的为热脱附温度，其次为冷阱温度，最后为热脱附时间。通过正交实验优化后的热脱附条件为：热脱附温度为 220℃，脱附时间为 3 min，冷阱温度设置为 -50℃。

为了考察热脱附实验的重复性，对同一个样品平行测定 5 次，以组分峰面积和的标准偏差计算，RSD<12%，实验重复性较好，可以满足实验需求。

2.5 主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分分析结果

以某种市售卷烟作为样品，按照 1.2.2 进行烟气的模拟吸收实验，采用优化后的萃取条件和热脱附条件进行萃取和热脱附，分析吸收液中的极性成分。图 4 是某卷烟样品的主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分的全扫分析色谱图，表 2 为某卷烟样品主流烟气口腔模拟吸收液中的分析成分和相对含量汇总表。结果

发现，模拟吸收液中的极性成分以酚类物质为主，还包括部分溶剂以及烟碱。

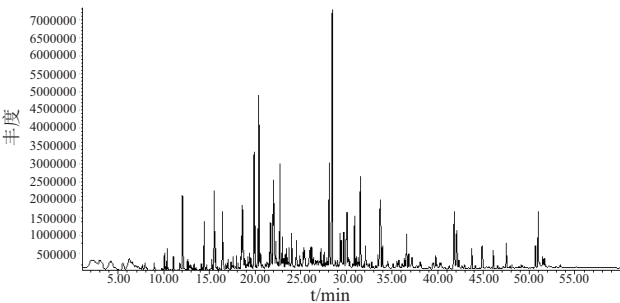


图 4 某卷烟样品的主流烟气口腔模拟吸收液中极性成分的 GC/MS 全扫分析色谱图

Fig.4 Total ion current chromatogram of mainstream smoke polar compounds of a cigarette sample trapped by a dental simulator

传统烟气成分分析主要采用滤片捕集的方式，并通过非极性有机溶剂萃取后进行分析，剑桥滤片捕集的各种挥发和半挥发性的香气物^[15,21]大部分为非极性物质；本实验采用水相的吸收介质，模拟卷烟抽吸者口腔黏膜对主流烟气选择性吸附的过程，只关注烟气被口腔唾液吸附和溶解的部分，通过极性搅拌磁子对烟气吸收液进行选择吸附，被分析物主要集中在

主流烟气中的极性成分上。有文献报道部分酚类对呼吸道具有强烈的刺激性^[15,22]，可能对口感造成辣味，涩味或不干净等不良影响，因此，该实验方法着重以烟气吸收液中极性成分为研究对象，不仅可以作为传统烟气成分分析的补充，也可以为开展极性成分与卷烟抽吸品质相关性研究作为参考。

表 2 某卷烟主流烟气口腔模拟吸收液中的极性成分及其相对含量
Tab.2 Mainstream smoke polar compounds of a cigarette trapped by a dental simulator and their relative contents

序号	保留时间 /min	化合物	匹配度 /%	相对含量 /%
1	18.51	乙酸	87	7.97
2	26.18	1,4- 二恶烷 -2- 醇	78	7.88
3	27.86	2- 甲氧基苯酚	96	2.98
4	28.09	烟碱	96	32.07
5	28.43	丙酸苯乙酯（内标）	90	100.00
6	30.89	二乙二醇	83	18.07
7	31.52	苯酚	96	41.89
8	33.45	3- 乙基苯酚	94	5.21
9	33.64	三醋精	72	26.2
10	33.71	对甲酚	70	22.75
11	33.95	3- 甲基苯酚	96	10.29
12	35.52	5- 甲基 -3- 乙基苯酚	83	4.22
13	35.73	2,6- 二甲基苯酚	96	5.11
14	36.34	4- 乙基苯甲醚	91	4.91
15	36.58	4- 乙基苯酚	95	13.74
16	38.05	2- 乙基苯酚	90	3.15
17	43.71	2,3- 二氢 - 苯并呋喃	74	8.46
18	44.84	吲哚	97	13.32
19	46.05	3- 甲基 -1H- 吲哚	94	6.75
20	51.48	3,6,9,12- 四氧十四烷 -1- 醇	78	4.42

将 2 种市售卷烟抽吸后主流烟气口腔模拟吸收液中的极性成分进行对比，发现不同的卷烟的部分极性成分的相对含量有所不同。表 3 列举了 2 种市售卷烟烟气模拟吸收液中几种不同极性成分的对比结果，可以发现主流烟气被口腔模拟吸收液吸收后，其溶解的

极性化合物相对含量各有不同，表 3 中 2 种卷烟的烟碱含量相当，但是卷烟 2 的苯酚、对甲苯酚、3- 甲基 -1H- 吲哚含量比卷烟 1 高出较多，根据卷烟感官评价结果，卷烟 1 的口腔刺激性比卷烟 2 的小，这说明研究中的酚类物质的含量与卷烟感官抽吸品质具有

一定的相关性。基于此研究结果，结合极性成分相对含量与不同卷烟产品的类型，可以为研究烟气成分对

口腔刺激的作用提供一定的技术支持，也可协助烟气特殊成分含量与卷烟抽吸味觉感官品质影响研究。

表 3 2 种卷烟几种极性成分相对含量和感官评价对比列表
Tab.3 Comparison of the relative contents of some polar compounds and the sensory evaluations of 2 cigarettes

序号	化合物	相对含量 /%		感官评价（口腔）	
		卷烟 1	卷烟 2	卷烟 1	卷烟 2
1	烟碱	32.07	32.63		
2	苯酚	41.89	72.94		
3	对甲苯酚	22.75	73.32	口腔刺激较小，干燥感不明显	口腔刺激性较大，干燥感明显
4	4- 乙基苯酚	13.74	35.62		
5	吡啶	13.32	12.23		
6	3- 甲基 -1H- 吡啶	6.75	23.02		

3 结论

建立了极性搅拌磁子吸附萃取 - 热脱附（TD）- GC-MS 法，用以分析主流烟气被口腔模拟吸收液吸收的极性成分。在优化条件下，该方法具有较好的重复性（RSD<12%），灵敏度高，操作方便，适用于研究烟气成分对消费者味觉感受的影响。研究共检出有 20 种极性化学成分，研究发现部分极性成分（如：苯酚、对甲苯酚、3- 甲基 -1H- 吡啶等）的相对含量与卷烟抽吸口腔刺激性有一定相关性。

该方法为探讨烟气成分与口腔感官反应的相关性研究提供了一定的实验基础和研究方法，但相关物质与感官的关系仍有待进一步研究，以期找到确切引起口腔刺激反应的关键烟气成分。

参考文献

[1] BALTUSSEN ERIK, SANDRA PAT, DAVID FRANK, et al. Stir bar Sorptive extraction(SBSE), a novel extraction technique for aqueous samples: theory and principles[J]. J Microcol Sep.,1999,11(10):737-747.

[2] 陈林利, 黄晓佳, 袁东星. 搅拌棒固定萃取的研究进展 [J]. 色谱, 2011, 29(5):375-381.

Chen Linli, Huang Xiaojiao, Yuan Dongxing. Advance of stir bar sorptive extraction[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2011, 29(5):375-381. (in Chinese)

[3] 许志刚, 胡玉玲, 李攻科. 搅拌棒吸附萃取技术的研究进展 [J]. 分析化学, 2011, 39(11):1766-1773.

Xu Zhigang, Hu Yuling, Li Gongke. Recent research progress in stir bar sorptive extraction[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2011, 39(11):1766-1773.(in Chinese)

[4] 张珏, 夏天, 李玉梅等. 固相微萃取和高效液相色谱、液相色谱 - 质谱技术联用的研究新进展 [J]. 现代仪器,

2012, 18(6):6-9.

Zhang Jue, Xia Tian, Li Yumei, et al. Recent progress on the researches of SPME-HPLC/SPME-LC-MS[J]. Modern Instruments, 2012, 18(6):6-9. (in Chinese)

[5] 李广庆, 马国辉. 固相萃取技术在食品痕量残留和污染分析中的应用 [J]. 色谱, 2011, 29(7):606-612.

Li Guangqing, Ma Guohui. Recent applications of solid-phase extraction techniques for analysis of trace residues and contaminants in food[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2011, 29(7):606-612. (in Chinese)

[6] 林福华, 黄晓佳, 袁东星等. 分子印记聚合物为涂层的吸附萃取搅拌棒在环境水样双酚 A 含量测定中的应用 [J]. 色谱, 2010, 28(5):507-512.

Lin Fuhua, Huang Xiaojia, Yuan Dongxing, et al. Determination of bisphenol A in environmental water samples by stir bar sorptive extraction based on molecularly imprinted polymer[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2010, 28(5):507-512. (in Chinese)

[7] 朱定姬, 黄克建, 林翠梧等. 搅拌棒吸附子萃取与 GC-MS 法测定水中 20 种有机氯农药 [J]. 分析测试学报, 2009, 28(11):1323-1327.

Zhu Dingji, Huang Kejian, Lin Cuiwu, et al. Determination of 20 Pesticides in water sample by GC - MS with stir bar sorptive extraction[J]. Journal of Instrumental analysis, 2009, 28(11):1323-1327. (in Chinese)

[8] 胡建军, 马明, 李耀光, 等. 烟叶主要化学指标与其感官质量的灰色关联分析 [J]. 烟草科技, 2001, 1: 3-7.

Hu Jianjun, Ma Ming, Li Yaoguang, et al. Grey incidence analysis on the correlation between main chemical components and sensory quality of flue-cured tobacco[J]. Tobacco science & technology, 2001, 1: 3-7. (in Chinese)

[9] 顾永波, 肖作兵, 刘强, 等. 基于电子舌技术的卷烟主流烟气味觉识别 [J]. 烟草科技, 2011, 8: 48-51.

Gu Yongbo, Xiao Zuobing, Liu Qiang, et al. Taste pattern recognition of mainstream cigarette smoke based on electronic tongue[j]. tobacco science & technology, 2011, 8: 48-51. (in Chinese)

- [10] 李洪勋, 潘文杰, 李建伟, 等. 烤烟内在化学成分含量与感官评吸指标的关系分析 [J]. 湖北农业科学, 2013, 52(8): 1836-1841.
Li Hongxun, Pan Wenjie, Li Jianwei, et al. Relation analysis of chemical components and smoking quality of flue-cured tobacco[J]. hubei agricultural sciences, 2013, 52(8): 1836-1841. (in Chinese)
- [11] 程传玲, 唐琦, 汪文良, 等. 烤烟常规化学成分与感官质量的典型相关分析 [J]. 贵州农业科学, 2011, 39(1): 59-60.
Cheng Chuanling, Tang Qi, Wang Wenliang, et al. Canonical correlation between conventional chemical composition and sensory quality in flue-cured tobacco[J]. Guizhou agricultural sciences, 2011, 39(1): 59-60. (in Chinese)
- [12] 曾德芬, 徐雪芹. 烤烟化学成分与香气品质的关系研究 [J]. 安徽农业科学, 2012, 40(35): 17316-17318.
Zeng DeFen, Xu XueQin. Study on relationship between the chemical components and aroma quality of flue-cured tobacco[J]. journal of anhui agricultural sciences, 2012, 40(35): 17316-17318. (in Chinese)
- [13] 石凤学, 王浩雅, 张涛, 等. 卷烟感官质量与烟气成分、烟支物理指标、化学成分间的相关性 [J]. 南方农业学报, 2013, 44(3): 486-492.
Shi Fengxue, Wang Haoya, Zhang Tao, et al. Correlation between smoking quality and smoke components, physical index and chemical components of cigarette[J]. Guangxi Agricultural Sciences, 2013, 44(3): 486-492. (in Chinese)
- [14] 于川芳, 卢斌斌, 牟定荣, 等. 卷烟劲头与其烟丝、烟气主要化学成分的相关性 [J]. 烟草科技, 2009, 9: 34-37.
Yu Chuanfang, Lu Binbin, Mou Dingrong, et al. Correlation of Cigarette Impact with Major Chemical Components in Cut Tobacco and Smoke[J]. Tobacco science & technology, 2009, 9: 34-37. (in Chinese)
- [15] 朱保昆, 王明锋, 韩毅, 等. 烤烟主要烟气化学成分对卷烟感官舒适度的影响研究 [J]. 云南大学学报 (自然科学版), 2012, 34(1): 77-83.
Zhu Baokun, Wang Mingfeng, Han Yi, et al. Effects of main smoke chemicals on sensory coziness in flue-cured tobacco[J]. Journal of Yunnan University, 2012, 34(1): 77-83. (in Chinese)
- [16] 湖南中烟工业有限责任公司. 一种模拟吸烟者器官对吸烟过程中主流烟气吸收的系统 [P]: 中国, CN 101936828 B[P]. 2011-12-07.
China Tobacco Hunan Industrial Co., LTD. A system for simulating the absorption of the mainstream smoke by the smoker's organ during the smoking procedure[P]: China, CN 101936828 B[P]. 2011-12-07. (in Chinese)
- [17] 江苏中烟工业有限责任公司. 一种用于卷烟烟气刺激性成分评价的口腔模拟器及方法 [P]: 中国, CN 102128913 B[P]. 2013-10-16.
China Tobacco Jiangsu Industrial Co., LTD. A method and simulator for evaluating the stimulus components in cigarette smoke[P]. China, CN 102128913 B[P]. 2013-10-16. (in Chinese)
- [18] ISO/TR 10271. Dentistry-Determination of Tarnish and Corrosion of Metals and Alloys[S].
- [19] GB/T 16447-2004. Tobacco and tobacco products--Atmosphere for conditioning and testing [S]. 2004. (in Chinese)
- [20] GB/T 16450-2004. Routine analytical cigarette-smoking machine-Definitions and standard conditions[S]. 2004. (in Chinese)
- [21] 蔡君兰, 赵明月, 陈勇等. 卷烟主流烟气和侧流烟气中半挥发性成分的分析研究 [J]. 中国烟草学报, 2003, 9(4): 1-11.
Cai Junlan, Zhao Mingyue, Chen Yong, et al. Analysis of semi-volatile components in mainstream and sidestream cigarette smoke[J]. Acta tabacaria sinica, 2003, 9(4): 1-11. (in Chinese)
- [22] 叶楠. 卷烟烟气味觉研究以及预测模型建立 [D]. 华东理工大学, 2011.
Ye Nan. The analysis of taste in cigarette mainstream smoke and establishment of forecasting model[D]. East China University of Science and Technology, 2011. (in Chinese)

Analysis of polar components in mainstream smoke-absorbed simulated buccal cavity absorption solution using EG-SBSE extraction- gas chromatography-mass spectrometry

LI Jing, GENG Yongqin, XU Jicang, CHEN Jianhua, MIAO Enming, WEI Yuling, LI Xuemei
China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd, Kunming 650106, China

Abstract: A method using EG-SBSE (stir bar sorptive extraction)-thermal desorption coupled with gas chromatography-mass spectrometry was established for the analysis of polar components in mainstream smoke-absorbed simulated buccal cavity absorption solution. A stir bar was used for extraction of polar components at rotation speed-800 rpm for 60 min. Extracted analytes were prepared under a thermal desorption temperature-220°C for 3 min, collected by a cryofocus at temperature of -50°C, then tested by gas chromatography-mass spectrometry for full scan detection. Under optimized experimental conditions, the method showed a good repeatability (<12%, for 5 tests). This novel method including many advantages such as high sensitivity and convenience for operation and can be used for studying effect of smoke components in sensory research.

Keywords: EG-SBSE (EG-stir bar sorptive extraction); thermal desorption; gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS); mainstream smoke; dental simulator

Citation: LI Jing, GENG Yongqin, XU Jicang, et al. Analysis of polar components in mainstream smoke-absorbed simulated buccal cavity absorption solution using EG-SBSE extraction- gas chromatography-mass spectrometry [J]. Acta Tabacaria Sinica, 2016, 22(3)