

GC-MS/O 技术测定卷烟烟气中巨豆三烯酮的香气活力值

杨靖¹, 毛多斌¹, 陈芝飞², 孙志涛², 郝辉², 贾春晓¹, 李成刚²,
王高杰², 马宇平²

1 郑州轻工业学院食品与生物工程学院, 郑州市东风路5号 450002;

2 河南中烟工业有限责任公司技术中心, 郑州市陇海路72号 450000

摘要: 以同时蒸馏萃取法萃取卷烟主流烟气气相物, 利用半制备高效液相色谱法制备含有巨豆三烯酮馏分, 采用 GC-MS/O 技术测定巨豆三烯酮 4 种同分异构体在卷烟烟气中的含量和嗅觉阈值, 从而获得了相应香味化合物的香气活力值 (OAV)。结果表明: ①巨豆三烯酮 a、b、c 和 d 的嗅觉阈值分别为 0.81 ng/mL、2.05 ng/mL、3.86 ng/mL 和 0.88 ng/mL; ②巨豆三烯酮 4 种同分异构体的 OAV 大小顺序为: 巨豆三烯酮 d (75.58) > 巨豆三烯酮 b (35.35) > 巨豆三烯酮 a (23.01) > 巨豆三烯酮 c (2.36); ③利用 GC-MS/O 技术, 可获得化学性质不稳定或存在多种同分异构体的香味物质 OAV, 解决了传统方法无法准确测定的问题。

关键词: GC-MS/O; 香气活力值; 嗅觉阈值; 巨豆三烯酮

引用本文: 杨靖, 毛多斌, 陈芝飞, 等. GC-MS/O 技术测定卷烟烟气中巨豆三烯酮的香气活力值 [J]. 中国烟草学报, 2016, 22 (6)

香气活力值 (Odor activity value, OAV) 是指香气化合物在香味体系中的浓度与其嗅觉阈值的比值^[1]。当 OAV 超过 (含) 1 时, 表明香气化合物对香味体系的香气有贡献, 其值越高贡献越大, 反之, 则其对香气贡献可以忽略^[2]。对于卷烟烟气而言, 通过比较其中不同香味化合物的 OAV 大小, 可判别哪些香味化合物对卷烟香气特征起关键作用, 区分不同香味化合物对卷烟香气的贡献程度。

嗅觉阈值指香味化合物在一定介质中被人嗅觉系统所感受到的最低浓度值, 通常采用无味的溶剂将香味化合物进行稀释后, 由受过训练的专业人员嗅辨而得。这种嗅觉阈值的评定方法适合于高纯度的标准品, 但对结构相对不稳定、纯度达不到要求或是含有多种同分异构体的香味物质, 则无法直接采用此方法获得其嗅觉阈值。GC-MS/O (Gas Chromatography-Mass Spectrometer/Olfactometry) 技术是将气相色谱和人体感官相结合的一种分析方法^[3], 即在气相色谱柱末端添加一个分流装置, 将分离后的一部分化合物进入质谱检测器进行检测分析, 而另一部分则流经嗅辨仪, 由嗅辨员对该化合物进行嗅闻分析^[4]。该技术的优势在于测试样品经气相色谱柱分离成为单一化合物, 消除了杂质和溶剂对该化合物的影响。国内外不少学者

已采用此技术对食品和烟草中致香成分香气特征进行了研究^[5-15], 但未见采用 GC-MS/O 技术测定烟草致香成分香气活力值的研究报道。

巨豆三烯酮是卷烟重要中性香味成分, 具有烟草香和辛香底韵, 能显著增强烟香、改善吸味、调和烟气、减少刺激性, 是卷烟调香不可缺少的香原料。烤烟中巨豆三烯酮含量与中性香气成分含量呈极显著正相关关系^[16], 在不同品种和等级烟叶中其 4 种异构体含量也不同^[17-22]。由于巨豆三烯酮是含 4 种同分异构体的混合物, 采用传统方法无法准确获得四者的嗅觉阈值。因此, 利用 GC-MS/O 技术对卷烟烟气中巨豆三烯酮的嗅觉阈值进行测定研究, 获得巨豆三烯酮在卷烟烟气中的香气活力值, 旨在为此类技术在卷烟中的应用奠定基础, 为卷烟调香技术深入开展提供数据支撑。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂和仪器

黄金叶品牌“大金圆”成品卷烟 (河南中烟工业有限责任公司提供)。

无水乙醇、氯化钠、盐酸、氢氧化钠、无水硫酸钠 (AR, 国药集团化学试剂有限公司), 乙酸苯乙酯、

作者简介: 杨靖 (1972—), 硕士, 副教授, 主要从事烟草化学与香精香料研究工作, Email: y0ung@126.com

通讯作者: 马宇平, Email: mayp159659@126.com

收稿日期: 2015-11-18

二氯甲烷（色谱纯，国药集团化学试剂有限公司），巨豆三烯酮（纯度 96%，4 种异构体混合物，美国 Sigma 公司）。

RM20H 吸烟机（德国 Borgwaldt kc 公司）；6890/5973N 型气相色谱/质谱联用仪（美国 Agilent 公司）；Waters 600 型高效液相色谱仪（沃特世科技（上海）有限公司）；精密电子天平（感量：0.0001g；上海赛多利斯天平仪器厂）；Sniffer 9000 型嗅辨仪（瑞士 Brechbühler 公司）。

1.2 方法

1.2.1 前处理

挑取黄金叶“大金圆”成品卷烟 50 支，采用 RM20H 吸烟机按 GB/T 19609-2004 标准对卷烟中的粒相物进行捕集，每支烟捕集 8 口主流烟气，将捕集后的剑桥滤片置于 1000mL 圆底烧瓶中，随后加入 500mL 的超纯水，在同时蒸馏萃取装置的另一端连接 1 个 250mL 圆底烧瓶，加入 100mL 色谱纯的二氯甲烷进行同时蒸馏萃取，加热萃取时间 2.5 h，得到二氯甲烷萃取液。用 5%（体积百分比，下同）盐酸水溶液（20 mL×5）洗涤，合并盐酸洗涤液，用二氯甲烷（20 mL×3）反萃，合并有机相；再用 5% 氢氧化钠水溶液（20 mL×5）洗涤有机相，合并氢氧化钠洗涤液，用二氯甲烷（20 mL×3）反萃取，合并有机相，即得到中性香气成分萃取液。加入适量无水硫酸钠干燥过夜，然后过滤减压浓缩至 1 mL，备用。

1.2.2 样品的分离制备

将浓缩后的中性香气成分萃取液采用半制备型 HPLC 进行分离，色谱柱条件：SunFire Silica 硅胶柱（10 μm×10 mm×250 mm）（美国沃特世 Waters 公司）；检测器：Waters 2489 紫外-可见光检测器；检测波长：254 nm；柱温：20 °C；流动相和洗脱条件见表 1。每 10 min 收集 1 个馏分，共收集 10 个，分别标记为馏分 1~馏分 10，分别过滤减压浓缩至 1 mL，并利用 GC/MS 对其进行定性定量分析，确定含有巨豆三烯酮的馏分及其含量。

表 1 HPLC 洗脱条件

Tab. 1 Elution conditions of HPLC

时间 /min	流量 /(mL/min)	正己烷	正己烷: 乙醚 =85:15
0	1.5	100%	0
20	1.5	100%	0
30	1.0	0	100%
100	1.0	0	100%

1.2.3 巨豆三烯酮含量的测定

称取一定量的乙酸苯乙酯用二氯甲烷定容到 50 mL 得内标溶液，再分别称取一定量的巨豆三烯酮用二氯甲烷定容至 50 mL 得到标准溶液。然后用移液管分别准确量取 0.05、0.10、0.50、1.00、3.00 和 5.00 mL 标准溶液于 10mL 的容量瓶中，加入 1mL 内标后用二氯甲烷定容，得到一系列不同浓度的标准溶液。以浓度为横坐标，相对面积为纵坐标，绘制样品的标准曲线。巨豆三烯酮在主流烟气中的浓度按照公式(1)计算。

$$X = \frac{M \times 1000}{8 \times 35} \quad (1)$$

式中：X—巨豆三烯酮在主流烟气中的浓度（ng/mL）

M—根据标准曲线求出的巨豆三烯酮在每支烟主流烟气中的量（μg）

8—每支卷烟的抽吸口数

35—每口的抽吸容量（mL）

GC/MS 分析条件如下：

色谱柱：HP-5MS 石英毛细管柱（30 m × 250 μm, 1 μm）；进样口温度：280 °C；载气：氦气；柱流量：1.8 mL/min；进样量：1.0 μL；分流比：10:1；升温程序为：50 °C（15 min）6 °C/min 140 °C（5min）2 °C/min 150 °C（5 min）3 °C/min 210 °C（10min）；离子源温度：280 °C；电离方式：EI；电子能量：70 eV；质量扫描范围：33~500amu。

1.2.4 嗅觉阈值的测定

1.2.4.1 嗅觉阈值评价要求

嗅辨员应为 18~45 岁，嗅觉器官无疾病的男性或者女性，经嗅觉测试合格者；嗅辨员当天不能携带或使用有气味的香料和化妆品，不能食用有刺激气味的食品；嗅闻室内通风条件良好并保持 17~25 °C。

1.2.4.2 评价训练

嗅辨员首先反复嗅闻巨豆三烯酮（4 种异构体混合物）样品以掌握其香气特征，然后将制备的样品按照 1/3ⁿ 梯度进行稀释后进样，在 GC-MS/O 上采用芳香萃取物稀释分析法（AEDA）进行练习^[9-11]，嗅辨从低浓度到高浓度进行，GC 毛细管的流出物被 1:1 分流，一部分进入质谱进行结构鉴定，一部分进入嗅觉端口被嗅辨员吸闻，质谱检测与嗅辨同时进行，闻到的气味即为所检测到物质的气味，反复训练以培养嗅辨员在仪器上的嗅辨感觉及嗅辨技巧。

1.2.4.3 GC-MS/O 操作条件

GC-MS 条件参照 1.2.3；嗅辨仪条件：ODP 端口分流比：1:1；ODP 温度 300 °C，补充氮气，流速 10

mL/min。

1.2.4.4 嗅觉阈值的辨识

将利用半制备 HPLC 处理获得的含有巨豆三烯酮的馏分浓缩定量后，按照 1/3ⁿ 梯度进行稀释，得到不同浓度样品溶液，按照 1.2.4.3 操作条件进样，同时由嗅辨员在 GC-MS/O 嗅觉端口嗅辨。巨豆三烯酮在嗅觉端口的浓度按照公式（2）计算。

A = (Y1 × Y2) / (Z1 × Z2) (2)

式中：A—嗅觉端口的目标物浓度（ng/mL）；
Y1—ODP 端口的样品溶液进样量（μL）；
Y2—在样品溶液中的目标物浓度（μg/mL）；
Z1—ODP 载气流速（mL/min）；
Z2—目标物出峰时长（min）。

嗅辨员在嗅闻时只需分辨出有气味或无气味两种状态，将结果列入香料嗅觉阈值评价结果统计表中。对照显著性检验结果表^[23]判别评价结果：当答对人

数小于表中的人数时，表明该香料样品浓度在阈值之下，否则在阈值之上。重复嗅辨，直至找到相邻的两个浓度（即低浓度与高浓度之比为 1:3，下同），其中一个浓度在作用阈值以上，另一个浓度在阈值以下，初步确定该香味化合物嗅觉阈值介于上述两个浓度之间。然后，按照黄金分割法由高向低分割浓度并进行嗅辨，直至高低两个浓度处于同一个数量级，取高浓度点作为该香味化合物的嗅觉阈值。

1.2.5 OAV 值的计算

按照公式（3）计算目标香味化合物的 OAV。

OA V = (香味化合物在体系中的浓度) / (香味化合物在相应体系中的阈值) (3)

2 结果与讨论

2.1 定量分析

2.1.1 工作曲线

4 种巨豆三烯酮同分异构体的标准工作曲线线性回归方程、相关系数和线性范围见表 2。

表 2 标准曲线、相关系数及线性范围

Tab. 2 Linear equations, correlation coefficients and linear ranges

标准样品	线性方程	相关系数	线性范围 / (μg/mL)	RSD/%	回收率 /%	检出限 / (ng/mL)
巨豆三烯酮 a	y=598.2x+0.01406	0.9998	1.4872~1040.90	7.27	108	7.12
巨豆三烯酮 b	y=226.8x+0.05673	0.9996	7.8634~5302.58	3.11	93	13.49
巨豆三烯酮 c	y=202.2x+0.05715	0.9996	0.9773~1292.04	4.59	89	5.78
巨豆三烯酮 d	y=189.9x+0.03413	0.9998	2.8423~4931.87	1.38	96	11.29

从表 2 可以看出，在所测定的浓度范围内，巨豆三烯酮 4 种同分异构体标准工作曲线的相关系数都在 0.999 以上，说明 4 种样品标准回归曲线的相关性很好；其线性范围较宽，可以满足定量分析测试要求。巨豆三烯酮 4 种同分异构体的相对标准偏差分别为 7.27%、3.11%、4.59% 和 1.38%，均小于 8%；加标回收率介于 89% 和 108% 之间，说明该方法精确度好，

适合进行定量测定；4 个样品最大检测限为 13.49 ng/mL，远低于卷烟烟气中巨豆三烯酮 4 种同分异构体的含量，可以满足定量分析测试要求。

2.1.2 分析结果

将 HPLC 分离制备出的 10 个馏分分别进行 GC/MS 分析，结果表明，只在馏分 9 中检测出巨豆三烯酮。巨豆三烯酮馏分的 GC/MS 总离子流分别见图 1。

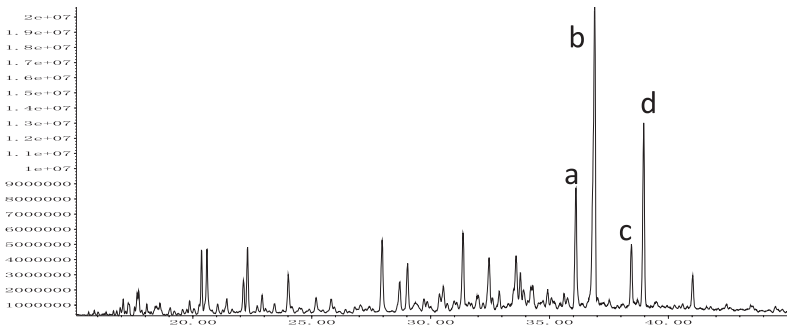


图 1 巨豆三烯酮的 GC-MS 总离子流图

Fig. 1 TIC chromatogram of megastigmatrienone by GC-MS

巨豆三烯酮的含量进行了 6 次平行测定，结果取平均值。结果表明，分析样品中巨豆三烯酮 4 种同分异构体的含量分别为 260.9 μg、1014.6 μg、127.4 μg 和 931.1 μg。因此，由公式（1）可以计算出每支卷烟主流烟气中巨豆三烯酮 4 种异构体的含量分别为 18.64 ng/mL、72.46 ng/mL、9.11 ng/mL 和 66.51 ng/mL。

2.2 嗅觉阈值的评定

将巨豆三烯酮馏分按照 1/3ⁿ 的比例进行梯度稀释，获得 4 个不同浓度的巨豆三烯酮溶液，见表 3。
按照 1.2.4.3 操作条件进样，同时由嗅辨员在 GC-MS/O 嗅觉端口嗅辨，嗅觉端口的巨豆三烯酮浓度按照公式（1）计算，结果见表 4。

表 3 巨豆三烯酮 4 种同分异构体的浓度
Tab. 3 Concentrations of four isomers of megastigmatrienone

稀释比例	巨豆三烯酮 a/(μg/mL)	巨豆三烯酮 b/(μg/mL)	巨豆三烯酮 c/(μg/mL)	巨豆三烯酮 d/(μg/mL)
1	260.9	1014.6	127.4	931.1
1/3	87.0	338.2	42.5	310.4
1/9	29.0	112.7	14.2	103.5
1/27	9.7	37.6	4.7	34.5

表 4 巨豆三烯酮的嗅觉阈值评定结果
Tab. 4 Evaluation results of odor threshold values of megastigmatrienone

香料名称	浓度 / (μg/mL)	嗅觉端口浓度 /(ng/mL)	总人数	正确人数	5% 显著水平所需最少正确人数	判别结果 *
巨豆三烯酮 a	260.9	5.65	13	12	11	↑
	87.0	1.88	13	11	11	↑
	29.0	0.63	13	9	11	↓
	9.7	0.21	13	7	11	↓
巨豆三烯酮 b	1014.6	18.45	13	12	11	↑
	338.2	6.15	13	11	11	↑
	112.7	2.05	13	11	11	↑
	37.6	0.68	13	8	11	↓
巨豆三烯酮 c	127.4	3.86	13	12	11	↑
	42.5	1.29	13	10	11	↓
	14.2	0.43	13	7	11	↓
	4.7	0.14	13	5	11	↓
巨豆三烯酮 d	931.1	18.40	13	12	11	↑
	310.4	6.13	13	11	11	↑
	103.5	2.04	13	11	11	↑
	34.5	0.68	13	8	11	↓

注：* 阈值以上标记为↑，阈值以下标记为↓，下同。

表 4 结果显示, 巨豆三烯酮 4 种同分异构体的嗅觉阈值范围分别为 0.63 ~ 1.88 ng/mL、0.68 ~ 2.05 ng/mL、1.29 ~ 3.86 ng/mL 和 0.68 ~ 2.04 ng/mL。按照黄金分割法由高浓度向低浓度进行分割, 获得黄金分割点浓度的溶液, 其中巨豆三烯酮 4 种同分异构体浓度分别为 51.1 μg/mL、66.3 μg/mL、74.9 μg/mL 和 60.8 μg/mL。然后, 再次进行嗅辨, 结果见表 5。

综合表 4 和表 5 评价结果, 巨豆三烯酮 a 的嗅觉阈值介于 0.63 ~ 1.11 ng/mL, 巨豆三烯酮 b 介于 1.21

~ 2.05 ng/mL, 巨豆三烯酮 c 介于 2.27 ~ 3.86 ng/mL, 巨豆三烯酮 d 介于 0.68 ~ 1.20 ng/mL。其中, 巨豆三烯酮 b 和 c 的嗅觉阈值上下两个浓度处于同一数量级, 可以确定此二者的嗅觉阈值; 而巨豆三烯酮 a 和 d 尚未处于同一数量级, 还需按照黄金分割法由高浓度向低浓度对其进一步分割, 分别获得二者浓度分别为 37.4 μg/mL 和 44.5 μg/mL 的溶液, 再次进行嗅辨, 评定结果见表 6。

表 5 巨豆三烯酮的嗅觉阈值评定结果

Tab. 5 Evaluation results of odor threshold values of megastigmatrienone

香料名称	浓度 /(μg/mL)	嗅觉端口浓度 /(ng/mL)	总人数	正确人数	5% 显著水平所需最少正确人数	判别结果
巨豆三烯酮 a	51.1	1.11	13	11	11	↑
巨豆三烯酮 b	66.3	1.21	13	8	11	↓
巨豆三烯酮 c	74.9	2.27	13	9	11	↓
巨豆三烯酮 d	60.8	1.20	13	12	11	↑

表 6 巨豆三烯酮 a 和 d 的嗅觉阈值评定结果

Tab. 6 Evaluation results of odor threshold values of megastigmatrienone a and d

香料名称	浓度 /(μg/mL)	嗅觉端口浓度 /(ng/mL)	总人数	正确人数	5% 显著水平所需最少正确人数	判别结果
巨豆三烯酮 a	37.4	0.81	13	11	11	↑
巨豆三烯酮 d	44.5	0.88	13	12	11	↑

由表 5 和表 6 可知, 巨豆三烯酮 a 的嗅觉阈值介于 0.63 ~ 0.81ng/mL, 巨豆三烯酮 d 介于是 0.68 ~ 0.88ng/mL, 此二者嗅觉阈值上下两个浓度已处于同一数量级。

因此, 综合以上分析结果, 巨豆三烯酮 4 种同分异构体的嗅觉阈值分别为 0.81 ng/mL、2.05 ng/mL、

3.86 ng/mL 和 0.88 ng/mL。

2.3 香气活力值的确定

根据巨豆三烯酮在卷烟烟气中的嗅觉阈值及含量, 分别计算其在卷烟烟气中的 OAV, 结果见表 7。

表 7 巨豆三烯酮的 OAV

Tab. 7 OAV of megastigmatrienone

名称	含量 /(ng/mL)	嗅觉阈值 /(ng/mL)	OAV
巨豆三烯酮 a	18.64	0.81	23.01
巨豆三烯酮 b	72.46	2.05	35.35
巨豆三烯酮 c	9.11	3.86	2.36
巨豆三烯酮 d	66.51	0.88	75.58

表 7 结果显示, 巨豆三烯酮 a、b、c 和 d 的 OAV 均大于 1, 说明其对黄金叶“大金圆”卷烟香气具有显著贡献; 4 种香味化合物对卷烟香气的贡献大小顺序为: 巨豆三烯酮 d> 巨豆三烯酮 b> 巨豆三烯酮 a> 巨豆三烯酮 c。

3 结论

采用同时蒸馏萃取法萃取黄金叶“大金圆”卷烟烟气主流粒相物, 经酸碱洗涤和反相萃取后, 再利用半制备高效液相色谱法进行分离, 制备含有巨豆三烯酮的馏分。以此馏分为研究对象, 采用 GC-MS/O 技术进行嗅觉阈值测定, 结果显示, 巨豆三烯酮 a、b、c 和 d 的嗅觉阈值分别为 0.81 ng/mL、2.05 ng/mL、3.86 ng/mL 和 0.88 ng/mL。同时, 采用内标法进行定量分析, 结果表明主流烟气中 4 种同分异构体的含量分别为 18.64 ng/mL、72.46 ng/mL、9.11 ng/mL 和 66.51 ng/mL。由此, 获得相应的 OAV 分别为 23.01、35.35、2.36 和 75.58, 表明 4 种同分异构体对黄金叶“大金圆”卷烟香气均有显著贡献, 贡献大小顺序为: 巨豆三烯酮 d> 巨豆三烯酮 b> 巨豆三烯酮 a> 巨豆三烯酮 c。该技术解决了传统方法无法准确测定存在多种同分异构体或化学性质不稳定的香味物质 OAV 的问题。

参考文献

- [1] 何聪聪, 苏柯冉, 刘梦雅, 等. 基于 AEDA 和 OAV 值确定西瓜汁香气活性化合物的比较 [J]. 现代食品科技, 2014, 30(7): 279-285.
HE Congcong, SU Keran, LIU Mengya, et al. Identification of Aroma-active Compounds in Watermelon Juice by AEDA and OAV Calculation [J]. Modern Food Science and Technology, 2014, 30(7): 279-285.
- [2] Jeleń H, Majcher M, Ginja A, et al. Determination of compounds responsible for tempeh aroma [J]. Food Chem, 2013 Nov 1, 141(1): 459-65.
- [3] 徐占成, 王双, 徐姿静, 等. 色谱闻香技术 GC/O 在蒸馏酒中的应用 [J]. 酿酒科技, 2011(6): 42-44.
XU Zhancheng, WANG Shuang, XU Zijiang, et al. Application of GC/O Technology in Distilled Spirits [J]. Liquor-making Science & Technology, 2011(6): 42-44.
- [4] 宋焕禄, 夏玲君. 香味检测技术 -GC/O 的应用 [J]. 食品与发酵工业, 2006(1): 83-87.
SONG Huanlu, XIA Lingjun. Aroma Detecting Technique-Application of the GC-olfactometry [J]. Food and Fermentation Industries, 2006(1): 83-87.
- [5] Kenji Kumazawa, Hideki Masuda. Identification of potent odorants in different tea varieties using flavor dilution technique [J]. J Agric Food Chem, 2002(50): 5660-5663.
- [6] 邓莉, 邢海鹏, 郝学财, 等. 自制吸附萃取搅拌棒结合气相色谱嗅觉计 (GC/O)、气质联用仪 (GC/MS) 分析肉味香精呈香组分 [J]. 香料香精化妆品, 2010 (6): 6-11.
DENG Li, XING Haipeng, HAO Xuecai, et al. The Identification of Volatile Meat Flavor Components using Self-made SBSE, GC/O and GC/MS [J]. Flavour Fragrance Cosmetics, 2010 (6): 6-11.
- [7] 范文来, 徐岩, 李记明, 等. 应用 GC-O 和 GC-MS 研究蛇龙珠葡萄酒游离态挥发性香气成分 [J]. 食品与发酵工业, 2011, 37(11): 183-188.
Fan Wenlai, XU Yan, LI Jiming, et al. Identification of Aroma-active Compounds in Cabernet Gernischt Wine by Gas Chromatography-olfactometry (GC-O) Coupled with Gas Chromatography-mass Spectrometry (GC-MS) [J]. Food and Fermentation Industries, 2011, 37(11): 183-188.
- [8] 牛丽影, 郁萌, 刘夫国, 等. 香橡精油的组成及香气活性成分的 GC-MS-O 分析 [J]. 食品与发酵工业, 2013, 39(4): 186-191.
NIU Liying, YU Meng, LIU Fuguo, et al. Composition and aroma-active components determination of Xiangyuan (Citrus wilsonii Tanaka) essential oil by GC-MS-O [J]. Food and Fermentation Industries, 2013, 39(4): 186-191.
- [9] 王晓欣, 范文来, 徐岩. 应用 GC-O 和 GC-MS 分析酱香型习酒中挥发性香气成分 [J]. 食品与发酵工业, 2013, 39(5): 154-160.
WANG Xiaoxin, FAN Wenlai, XU Yan. Characterization of volatile aroma components in Chinese soy sauce aroma type Xijiu liquor by GC-O and GC-MS [J]. Food and Fermentation Industries, 2013, 39(5): 154-160.
- [10] 陈丽君. 采用 GC-MS/O 分析精油和烟草中致香物质 [D]. 复旦大学, 2011.
CHEN Lijun. Identification of aroma active compounds in essential oils and tobacco leaves using gas chromatography-mass spectrometry/olfactometry (GC-MS/O) [D]. Fudan University, 2011.
- [11] 高建宏. 不同香型烟叶中关键致香物质的 GC-MS/O 分析与鉴别 [D]. 复旦大学, 2012.
GAO Jianhong. Analysis and Identification of Key aroma active compounds in different types tobacco leaves Using Gas Chromatography-Mass Spectrometry/olfactometry (GC-MS/O) [D]. Fudan University, 2012.
- [12] 沈进. 陈化烟叶致香成分分析及陈化烟香仿制研究 [D]. 华东理工大学, 2014.
SHEN Jing. Research on analysis and simulation of aroma compounds of aged tobacco [D]. East China University of Science and Technology, 2014.
- [13] Amoore J E, Hautala E. Odor as an aid to chemical safety: odor thresholds compared with threshold limit values and volatilities for 214 industrial chemicals in air and water dilution [J]. J of Applied Toxicology, 1983, 3(6): 272.
- [14] Rigal S. Odour and flavour in waters: quantitative method for a new European standard water [J]. Sci and Tech, 1995,

- 31(11): 237.
- [15] Lo Y, Koziel J A, Cai L, et al. Simultaneous Chemical and Sensory Characterization of VOCs and Semi-VOCs Emitted from Swine Manure Using SPME and Multidimensional Gas Chromatography-Mass Spectrometry-Olfactometry[J]. Research Gate, 2007(2): 653.
- [16] 叶协锋, 李正, 刘旭峰, 等. 烤烟巨豆三烯酮含量与中性香气成分含量关系分析 [J]. 土壤通报, 2009, (5): 1167-1170.
YE Xiefeng, LI Zheng, LIU Xufeng, et al. Analysis of the Relationship Between the Contents of Megastigmatrienone and Neutral Aroma Constituents [J]. Chinese Journal of Soil Science, 2009, (5): 1167-1170.
- [17] 叶协锋, 刘国顺, 凌爱芬, 等. 烤烟巨豆三烯酮含量与土壤理化性状的典型相关分析 [J]. 生态学报, 2009, 29(8): 4223-4230.
YE Xiefeng, LIU Guoshun, LING Aifen, et al. Canonical correlation between contents of megastigmatrienone in flue-cured tobacco leaves and soil physical properties and nutrient conditions [J]. Acta Ecologica Sinica, 2009, 29(8): 4223-4230.
- [18] 洪华俏, 郭紫明, 易克, 等. 卷烟主流烟气的中性香气成分分析 [J]. 湖南农业大学学报 (自然科学版), 2008, 34(2): 164-167.
HONG Huaqiao, GUO Ziming, YI Ke, et al. Analysis of neutral flavor components in mainstream cigarette smoke [J]. Journal of Hunan Agricultural University, 2008, 34(2): 164-167.
- [19] Martens M, Blalen G A, Russwurm H Jr. Flavour science and technology[M]. NewYork: John Wiley and Sons Ltd.1987.
- [20] Zareen S. Khana, Rakesh Kumar Ghoshb, Rushali Giramea, et al. Optimization of a sample preparation method for multiresidue analysis of pesticides in tobacco by single and multi-dimensional gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A. 2014, 1343: 200-206.
- [21] 王建林, 杨少龙, 许炎妹, 等. 巨豆三烯酮的合成及表征 [J]. 光谱学与光谱分析, 2005, (3): 467-469.
WANG Jianlin, YANG Shaolong, XU Yanmei, et al. Synthesis and Character of Megastigmatrienone [J]. Spectroscopy and Spectral Analysis, 2005, (3): 467-469.
- [22] 吴彦辉, 薛立新, 许自成等. 烤烟巨豆三烯酮研究现状与展望 [J]. 中国农业科技导报. 2013, 15(3): 150-156.
WU Yanhui, XUE Lixin, XU Zicheng, et al. Research Status and Prospects of Megastigmatrienone in Flue-cured Tobacco [J]. Journal of Agricultural Science and Technology. 2013, 15(3): 150-156.
- [23] GB/T 22366—2008 感官分析方法学采用三点选配法 (3-AFC) 测定嗅觉、味觉和风味察觉阈值的一般导则 [S].
GB/T 22366—2008 Sensory analysis—Methodology—General guidance for measuring odour, flavor and taste detection thresholds by a three-alternative forced-choice (3-AFC) procedure [S].

Determination of odor active values of megastigmatrienone in cigarette mainstream smoke by GC-MS/O

YANG Jing¹, MAO Duobin¹, CHEN Zhifei², SUN Zhitao², HAO Hui, JIA Chunxiao¹,
LI Chenggang², WANG Gaojie², MA Yuping²

1 School of Food and Biological Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;

2 Technology Center, China Tobacco Henan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450000, China

Abstract: Simultaneous distillation and extraction was applied to handle cigarette mainstream smoke particles, and fractions containing megastigmatrienone were prepared using Semi-preparation HPLC. Contents and odor threshold values of megastigmatrienone in tobacco smoke were determined by GC-MS/O respectively, and odor active values (OAV) were obtained. Results showed that: 1) Odor threshold value of four isomers of megastigmatrienone was 0.81 ng/ml, 2.05 ng/ml, 3.86 ng/ml and 0.88 ng/ml respectively. 2) OAVs of four isomers of megastigmatrienone were in the order of megastigmatrienone d (75.58) > megastigmatrienone b (35.35) > megastigmatrienone a (23.01) > megastigmatrienone c (2.36). 3) Odor threshold values of flavoring substances which possessed unstable chemical properties or several isomers could be determined accurately by using GC-MS/O technology, and hence the odor active values (OAV) in the cigarette smoke. The technology boasted accurate determination of OAVs of flavoring substances compared with traditional methods.

Keywords: GC-MS/O; odor active value; odor threshold values; megastigmatrienone

Citation: YANG Jing, MAO Duobin, CHEN Zhifei, et al. Determination of odor active values of megastigmatrienone in cigarette mainstream smoke by GC-MS/O[J]. Acta Tabacaria Sinica, 2016, 22(6)