

一种烤烟精制香型电子烟烟液的挥发性香气成分分析

梁丽恩

(增城华栋调味品有限公司, 广东 广州 511447)

摘要: 采用直接进样, SPME进样以及经过二氯甲烷萃取后进样三种处理方法对一种烤烟精制香型的电子烟烟液中的挥发性香气成分进行GC-MS分析, 共检测出46种挥发性成分, 共有的挥发性成分有8种, 分别是: 乙酸、丙二醇、DL-薄荷醇、苯甲醇、苯甲酸、三醋酸甘油酯、甘油和苯甲酸。茄酮、新植二烯、可替宁、异烟碱天然存在于烤烟中。吡啶和吡嗪化合物具有烤香; 苯乙醇和大马士酮带来清甜香; 异-胡薄荷醇、新薄荷醇、胡薄荷酮增加了清凉的润喉感。这款电子烟烟液蕴含了烟草、清凉及甜香的风格。

关键词: 烤烟精制香型; 电子烟烟液; 挥发性香气

Analysis of volatile aroma components in a kind of flue-cured tobacco refined fragrance electronic cigarette liquid

Liang Lien

(Zengcheng Handyware Seasoning Co., Ltd., Guangzhou 511447, China)

Abstract: The volatile aroma components in a kind of flue-cured tobacco refined-flavor e-cigarette liquid were analyzed by GC-MS using three processing methods: direct injection, SPME injection and methodicalness extraction followed by injection. A total of 46 volatile aroma components were detected. There are 8 common volatile components, namely: acetic acid, propensity glycerin, DL-menthol, benzyl alcohol, benzoic acid, triacetin, glycerol and benzoic acid. Solanone, neophytadiene, cotinine and isonicotinine are naturally present in flue-cured tobacco. Pyridine and pyrazine compounds have a toasty aroma; phenethyl alcohol and damasosterone provide a refreshing aroma; iso-pulegol, neomenthol, and pulegone add a cool throat feel. This e-cigarette liquid contains tobacco, cool and sweet flavors.

Keywords: Refined flavor of flue-cured tobacco; E-cigarette liquid; Volatile aroma components

电子烟是一种模仿卷烟的电子产品, 有着与卷烟一样的外观、烟雾、味道和感觉。它是

通过雾化等手段,将尼古丁等变成蒸汽后,让用户吸食的一种产品,电子烟烟液是电子烟的重要组成部分。目前市面上出售的电子烟液品种多样,电子烟烟液作为电子烟模拟传统卷烟的核心,为了满足不同吸食者的爱好,在电子烟烟液中添加各种香精。其中一个主流是将烟草中提纯的烟碱配合多种植物、水果提取物及香精调制不同口味,以迎合吸食电子烟人群的需要。电子烟烟液的挥发性香气成分是决定其感官品质及让消费者满意的关键因素。

本文主要对一种烤烟精制香型的电子烟烟液中的挥发性香气成分进行分析,样品来源于同事玩赏抽吸的一款电子烟烟液,其香型为烤烟精制香型,初步评估应该为一种或几种烤烟提取物加果香型香精调配而成,分析的方法主要通过气相色谱质谱法进行香气分析,其中对该样品分别做了直接进样,SPME进样以及经过二氯甲烷萃取后进样,并将所得数据进行解析,得到一些列数据见表1:电子烟烟液不同检测方法中挥发性成分。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

烤烟精制香型电子烟烟液来源于国内某品牌;二氯甲烷为色谱纯;无水硫酸钠为分析纯;美国Agilent公司7890B/5977B气相色谱-质谱联用仪;SPME固相微萃取设备及SPME5030萃取针,Supelco公司;C7-C30正构烷混合物标准物及氯化钠购自安谱公司。

1.2 方法

1.2.1 色谱条件

色谱柱:安捷伦DB-WAX(50m x 200 μ m x 0.2 μ m)毛细柱;

进样口温度:280 $^{\circ}$ C,不分流;

升温程序:60 $^{\circ}$ C保持2min,以3.5 $^{\circ}$ C/min升温至200 $^{\circ}$ C,以4 $^{\circ}$ C/min升至240 $^{\circ}$ C,保持30min。

1.2.2 质谱条件

EI离子源,电子能量70eV;

四级杆温度150 $^{\circ}$ C;

离子源温度230 $^{\circ}$ C;

传输线温度280 $^{\circ}$ C;

质量扫描范围:18-450amu;

1.2.3 数据处理软件: NIST11谱库检索。

1.3 样品的提取处理

1.3.1 直接进样样品(简单标为记样品A):用10 μ L手动进样针取样品1 μ L上机检测;

1.3.2 SPME进样处理（简单标为记样品B）：取样品1-2g于20mL顶空瓶，加入适量NaCl，超声提取5min,共两次，恒温磁力搅拌解析20min后上机检测；

1.3.3 二氯甲烷萃取样品（简单标为记样品C）：取2g样品用二氯甲烷萃取，收集二氯甲烷相加水硫酸钠除去水分，浓缩约0.2mL后上机检测。

1.3.4 保留指数测定：

在与样品分析方法一致的情况下，用0.01%的C7-C30的正构烷标样测定保留时间，数据用于计算保留指数。

2 结果与讨论

2.1 实验结果

图1-图3为三种样品处理方式分别获得的烤烟精制香型电子烟烟液的总离子流图TIC图：

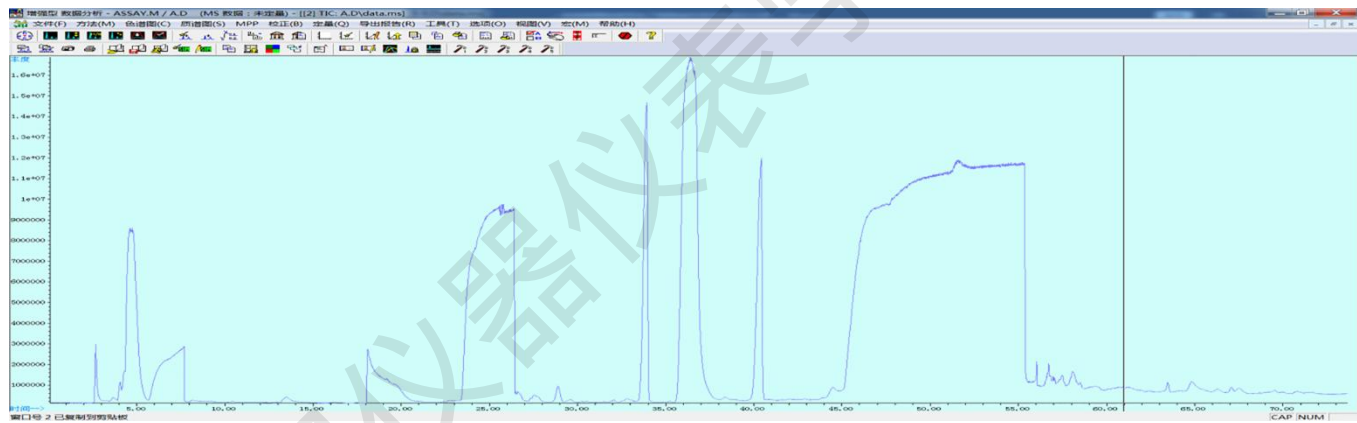


图 1 进样方式（样品 A）-直接进样方式获得的总离子流图

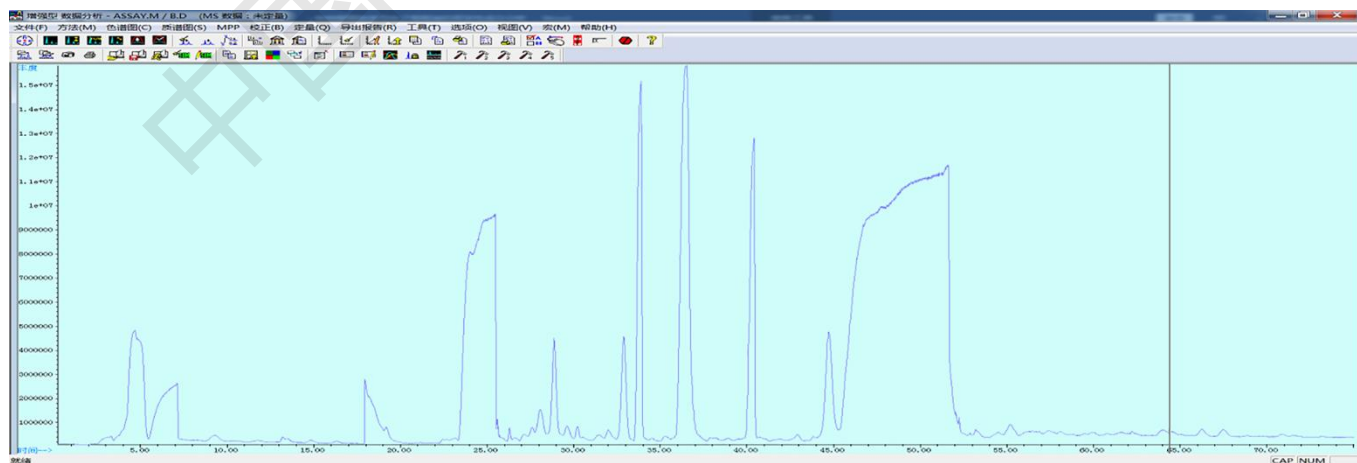


图 2 进样方式（样品 B）-SPME 固相微萃取进样方式获得的总离子流图

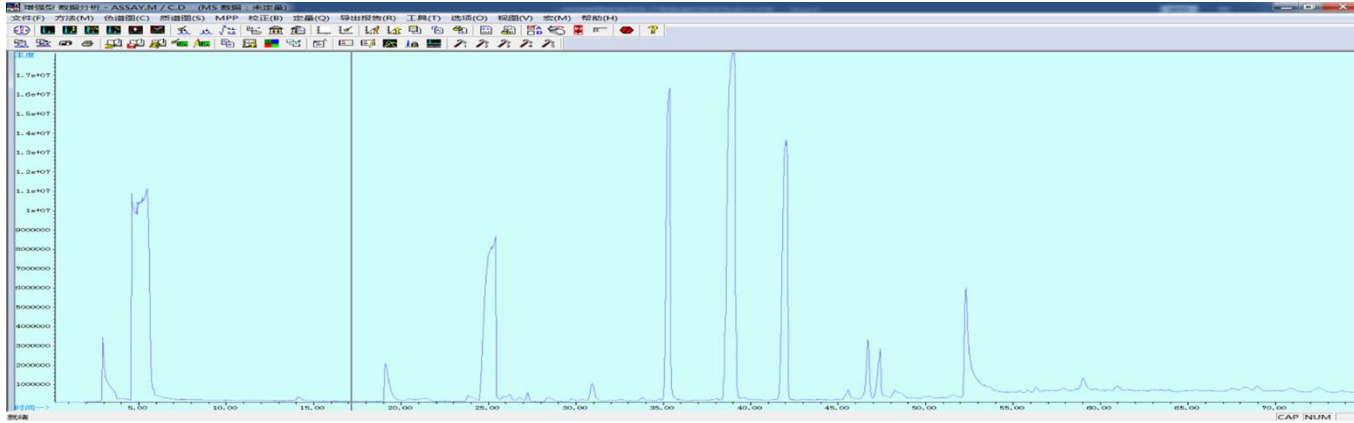


图3 进样方式（样品C）-二氯甲烷萃取后进样获得的总离子流图

2.2 数据处理

三种不同样品处理方法检测到的挥发性成分见表1：电子烟烟液不同处理方法中挥发性成分。从表1可知，三种处理方法共检测出46种挥发性成分，直接进样样品（简单标为记样品A）共检测出16种挥发性成分，SPME进样处理（简单标为记样品B）共检测出31种挥发性成分，二氯甲烷萃取样品（简单标为记样品C）共检测出28种挥发性成分。

表1 电子烟烟液不同处理方法中挥发性成分

PK	RT	Name		RIL	RI _{cal}	CAS	Formula	Qual	Area %		
									A	B	C
1	4.245	Acetic acid, ethyl ester	乙酸乙酯	612	-	000141-78-6	C ₄ H ₈ O ₂	92	0.148	0.264	-
2	4.69	Ethanol	乙醇	427	-	000064-17-5	C ₂ H ₆ O	91	3.314	3.728	-
3	7.705	Water	水	-	-	007732-18-5	H ₂ O	1	2.316	2.748	-
4	8.181	Allyl alcohol	烯丙醇	540	-	000107-18-6	C ₃ H ₆ O	87	0.018	-	-
5	9.368	alpha-Pinene	α-蒎烯	937	941	000080-56-8	C ₁₀ H ₁₆	97	-	0.117	-
6	10.24	Pyridine	吡啶	746	-	000110-86-1	C ₅ H ₅ N	91	0.007	-	0.035
7	11.84	beta-Pinene	β-蒎烯	979	964	000127-91-3	C ₁₀ H ₁₆	96	-	0.035	-
8	12.92	3(2H)-Furanone, dihydro-2-methyl-	2-甲基四氢呋喃-3-酮	809	-	003188-00-9	C ₅ H ₈ O ₂	86	0.007	-	-
9	14.85	dl-Limonene	消旋柠檬烯	1030	1011	000138-86-3	C ₁₀ H ₁₆	98	-	0.041	-
10	16.11	2,6-Dimethylpyrazine	2,6-二甲基吡嗪	917	-	000108-50-9	C ₆ H ₈ N ₂	83	0.008	-	0.041
11	16.38	o-Cymene	邻伞花烃	1022	1015	000527-84-4	C ₁₀ H ₁₄	95	-	0.034	-
12	17.95	Acetic acid	乙酸	610	-	000064-19-7	C ₂ H ₄ O ₂	91	1.683	1.651	2.676

13	19.44	Furfural	糠醛	833	-	000098-01-1	C ₅ H ₄ O ₂	96	-	0.061	0.18
14	19.78	Ethyl acetoacetate	乙酰乙酸乙酯	944	-	000141-97-9	C ₆ H ₁₀ O ₃	94	-	-	0.533
15	21.17	Acetylfuran	2-乙酰基呋喃	911	-	001192-62-7	C ₆ H ₆ O ₂	86	-	0.012	-
16	21.62	Propanoic acid	丙酸	700	-	000079-09-4	C ₃ H ₆ O ₂	93	-	-	0.024
17	22.19	2,3-Dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-4H-pyran-4-one	2,3-二氢-3,5 二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮	1151	-	028564-83-2	C ₆ H ₈ O ₄	92	-	-	0.032
18	22.54	Benzaldehyde	苯甲醛	962	954	000100-52-7	C ₇ H ₆ O	72	-	0.021	0.051
19	22.67	Methyl ethyl ether	甲乙醚	421	-	000540-67-0	C ₃ H ₈ O	72	-	-	0.48
20	25.47	1,2-Propanediol	丙二醇	740	-	000057-55-6	C ₃ H ₈ O ₂	91	14.929	14.999	17.606
21	25.48	Butyrolactone	丁内酯	915	-	000096-48-0	C ₄ H ₆ O ₂	93	-	-	0.108
22	26.3	Furfuryl alcohol	糠醇	859	-	000098-00-0	C ₅ H ₆ O ₂	98	-	0.056	0.273
23	26.61	iso-Pulegol	异-薄荷醇	-	-	021290-09-5	C ₁₀ H ₁₈ O	95	-	0.022	0.056
24	27.57	neo-Menthol	新薄荷醇	1168	1179	000491-01-0	C ₁₀ H ₂₀ O	98	-	0.149	0.149
25	28.07	p-Menth-3-ene	对薄荷-3-烯	988	965	000500-00-5	C ₁₀ H ₁₈	93	-	0.487	-
26	28.19	Benzyl formate	甲酸苄酯	1080	1067	000104-57-4	C ₈ H ₈ O ₂	98	-	-	0.257
27	28.43	2-Furanmethanol, 5-methyl-	5-甲基-2-呋喃甲醇	958	-	003857-25-8	C ₆ H ₈ O ₂	87	-	-	0.049
28	28.9	Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,2.beta.,5.alpha.)-(+/-)-	DL-薄荷醇	-	-	015356-70-4	C ₁₀ H ₂₀ O	91	0.132	1.188	1.056
29	29.66	Pulegone	胡薄荷酮	1237	1233	000089-82-7	C ₁₀ H ₁₆ O	96	-	0.208	-
30	30.23	Benzyl acetate	乙酸苄酯	1164	1158	000140-11-4	C ₉ H ₁₀ O ₂	98	-	0.123	0.121
31	31.47	Longifolene	长叶烯	1405	-	000475-20-7	C ₁₅ H ₂₄	97	-	0.103	-
32	32.07	Piperitone	胡椒酮	1253	1243	000089-81-6	C ₁₀ H ₁₆ O	94	-	0.155	-
33	32.8	(e)-Solanone	茄酮	-	-	054868-48-3	C ₁₃ H ₂₂ O	97	-	1.254	-
34	33.89	Benzyl alcohol	苯甲醇	1036	1029	000100-51-6	C ₇ H ₈ O	97	2.403	3.796	12.302
35	35.25	Phenylethyl Alcohol	苯乙醇	1116	1113	000060-12-8	C ₈ H ₁₀ O	97	0.006	-	0.377
36	35.32	.beta.-Damascenone	大马士酮	1386	1401	023726-93-4	C ₁₃ H ₁₈ O	93	-	0.061	-
37	36.5	Nicotine	烟碱	1361	1387	000054-11-5	C ₁₀ H ₁₄ N ₂	97	10.271	8.169	24.93

38	40.6	Triacetin	三醋酸甘油酯	-	-	000102-62-5	C ₇ H ₁₂ O ₅	83	2.248	3.681	14.644
39	41.32	Cotinine	可替宁	1721	1700	000486-56-6	C ₁₀ H ₁₂ N ₂ O	98	-	-	3.159
40	43.85	4-vinyl-2-methoxy-phenol	4-乙烯基-2-甲氧基 苯酚	1640	1632	998066-30-2	C ₉ H ₁₀ O ₂	83	-	0.037	-
41	44.75	Neophytadiene	新植二烯	1837	1813	000504-96-1	C ₂₀ H ₃₈	99	-	2.013	-
42	44.93	2,3-Dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-4H-pyran-4-one	2,3-二氢-3,5-二羟基 -6-甲基-4(H)-吡喃 -4-酮	1151	-	028564-83-2	C ₆ H ₈ O ₄	87	-	-	1.813
43	51.61	Glycerol	甘油	-	-	000056-81-5	C ₃ H ₈ O ₃	86	59.811	54.403	2.187
44	52.06	Benzoic acid	苯甲酸	1170	1165	000065-85-0	C ₇ H ₆ O ₂	95	2.7	0.283	12.277
45	53.09	Palmitic acid	棕榈酸	1968	19	000057-10-3	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	92	-	-	2.991
46	54.51	2,3'-Dipyridyl	异烟碱	1556	1587	000581-50-0	C ₁₀ H ₈ N ₂	94	-	0.102	1.596

经过对上述数据进行分析整理，发现三种处理方法中共同检测到的挥发性成分有8种，分别是：乙酸、丙二醇、DL-薄荷醇、苯甲醇、苯甲酸、三醋酸甘油酯、甘油和苯甲酸。方法A和方法B共同检测到的挥发性成分有3种；方法A和方法C共同检测到的挥发性成分有3种；方法B和方法C共同检测到的挥发性成分有7种。做出韦恩图见图4：三种检测方法中挥发性物质韦恩图。

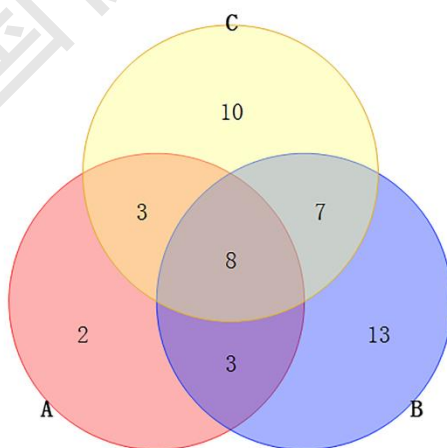


图4 三种检测方法中挥发性物质韦恩图

3 结论与讨论

本实验样品为烤烟精制香型电子烟烟液，从分析结果中发现了几种烤烟中天然存在的物

质，分别是：茄酮、新植二烯、可替宁、异烟碱。另外吡啶和吡嗪化合物具有烤香；苯乙醇和大马士酮为样品增添了和谐的清甜香；异-胡薄荷醇、新薄荷醇、胡薄荷酮有可能来自某种或某两三种薄荷油，给样品增加了清凉的润喉感，在溶剂的加持下，本样品糅合了烟草、清凉、甜香的风格，确实是一款不错的电子烟烟液产品。

本实验可以改进的地方：

3.1、色谱柱目前使用的是极性柱，能够检测到的挥发性物质有一定的限制，如果能够用非极性色谱柱再进行一次检测，两组数据作对比，可能会更丰富。

3.2、本实验对同一个样品采用了三种不同的处理方法进行分析，三种方法得到的挥发性物质的数量是不一样的，此次实验印证了分析宝典的一种说法：“没有一种方法能够一次获得全部的物质”。因此，想要深入分析一种物质的致香成分，需要通过多种途径，并将所得数据加以整理。

3.3、电子烟液中的溶剂如丙二醇、甘油、三醋酸甘油酯等会对样品中的挥发性成分的检测和定量造成一定的干扰，这一方面可以参考文献报道加以深入研究。

最后，将本样品的图片（见图 5 烤烟精制香型电子烟烟液样品图）附上，以向本样品的研发人员及提供样品的同事表示深切的谢意！



图 5 烤烟精制香型电子烟烟液样品图

参考文献:

- [1] 李保江.全球电子烟市场发展、主要争议及政府管制[J].中国烟草学报, 2014,(4): 101-107.
- [2] GB 2760-2014 食品安全国家标准食品添加剂使用标准[S]. 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,2014.

- [3] 韩书磊,陈欢,刘彤,等.气相色谱法同时测定电子烟烟液中主要化学成分含量[J]. 安徽农业科学, 2014,42(24):8344-8347.
- [4] 王萍娟,冯守爱,吴彦,等.烟草味电子烟油中挥发性成分分析[J].香料香精化妆品,2014,(06):27-31.
- [5] 许春平,王充,李萌姗,等.不同口味电子烟烟液挥发性成分的主成分分析[J].化学研究与应用,2017,29(05):610-616.
- [6] 杨继,段沅杏,赵伟,等.顶空-固相微萃取-气相色谱/质谱分析电子烟烟液中的挥发性成分[J].烟草科技,2015 (04):42-48.
- [7] 温光和,杨雪燕,潘红成,等.电子烟雾化液挥发性成分分析及开发思路探讨[J].香料香精化妆品, 2016,(03):6-10,17.
- [8] 樊艳.SPME-GC-MS 结合 ROAV 分析腐乳中的主体风味物质[J].食品工业科技, 2021,42(08): 227-234.