

应用热点

气相离子迁移谱



作者:

Dr. C. Rosin, 研发应用工程师, G.A.S.公司
Dr. H.R. Gygax, 香味分析高级顾问, Gygarome
Consulting公司,

烟草中芳香化合物和添加剂的快速监测

前言

2014香烟零售总额超过700亿美元,这就意味着世界各地的一亿多个抽烟者购买了约5.6万亿根香烟。烟草和香烟是世界上最重要的日用品之一,因此通过多项指标对其进行严格监控是非常必要的。最新一项研究表明通过G.A.S.公司生产的FlavourSpec可以获得香烟的多种顶空成分的详细信息。它不仅展示了烟草的香味是如何转移到包装材料及香烟滤嘴中去的还可以鉴别出为了维持烟草固有水分,增加香烟货架期而添加的保湿剂。然而添加过多的保湿剂会导致香烟产生异味。

GC-IMS方法产生的实验结果可以更加详尽简便的与烟草香味组分相关联匹配。

实验条件

表 1: GC 条件

色谱柱	FS-SE-54-CB-1
温度	40 °C
20 min内程序升气	2 → 100 mL/min 线性升气
载气	N ₂

表2: IMS 条件

放射源:	Tritium
温度	45 °C
漂移气流速	150 mL/min
载气	N ₂
模式	正离子模式

表 3: 样品处理条件

孵化	FlavourSpec孵化自动设置 条件: 20 min @ 60 °C
样品体积	500 µL (不锈钢顶 空进样针)
注射器温度	80 °C
进样速度	0.5 mL/min

表4: 样品

样品	<ol style="list-style-type: none"> 1. cigarette filter 2. cigarette part 1 3. cigarette part 2 4. packaging part 1 5. packaging part 2
样品准备	<p>一根香烟切成3段: filter(1), cigarette part 1 (2), part 2 (3). 香烟卷 纸外侧(4), 内侧(5)</p> <p>样品装入20 mL顶空进样瓶 即可, 无需其它前处理</p>

图 1: 样品展示



香烟及包装样品直接装入顶空进样瓶即可, 无需其它前处理。

Instrumentation



G.A.S.公司生产制备的将气相的高分离度与离子迁移谱的高灵敏度完美结合。而且全自动孵化、进样功能进一步提高了工作效率。

相关信息 (点击链接)

- [FlavourSpec](#)
- [Laboratory Analytical Viewer](#)
- [GCxIMS Library Search Software](#)

结果与讨论

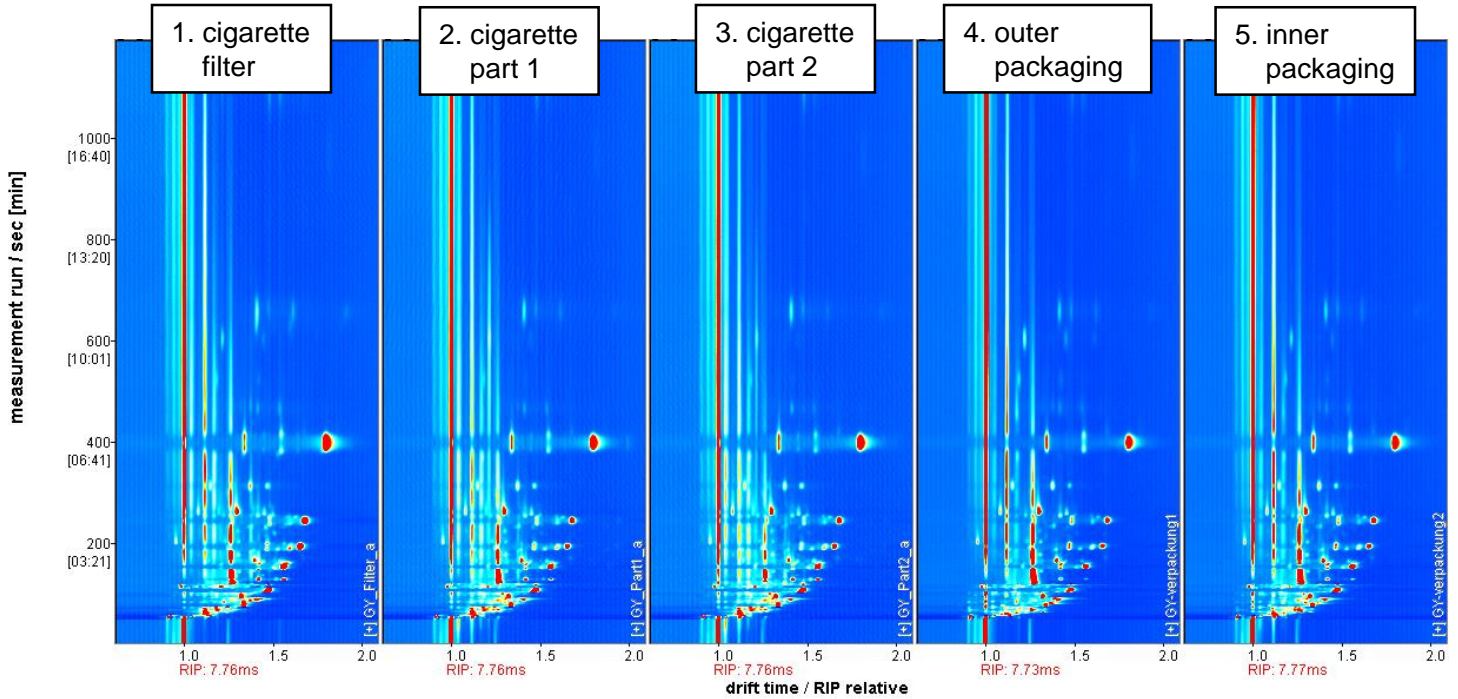


图 2: GC-IMS 测量结果2-D图谱. cigarette filter (香烟滤嘴), two pieces of the cigarette itself (香烟的两段), the outer and inner packaging material (包装材料的里侧和外侧)

I. 香味化合物的转移和鉴别

2-D GC-IMS图谱数据清晰地显示了代表每个样品复杂顶空组分的指纹图谱(图2),该指纹图谱包含了45中易挥发顶空组分,图3对其进行了评估。G.A.S. 公司研发了一种精细化的物质鉴定软件: 'GC-IMS Library Search' 该软件可以通过NIST-GC保留指数及IMS漂移时间对未知物进行鉴定。

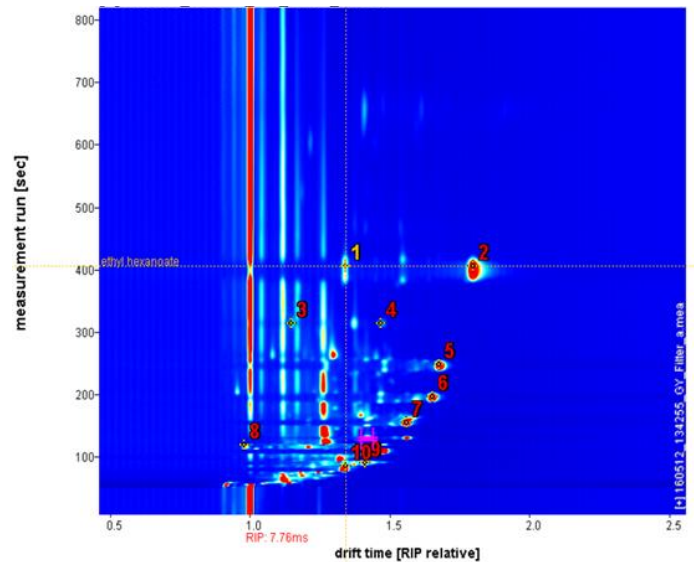


Figure 4: 通过GC-IMS Library Search鉴别的多种化合物(化合物列表见表 5).

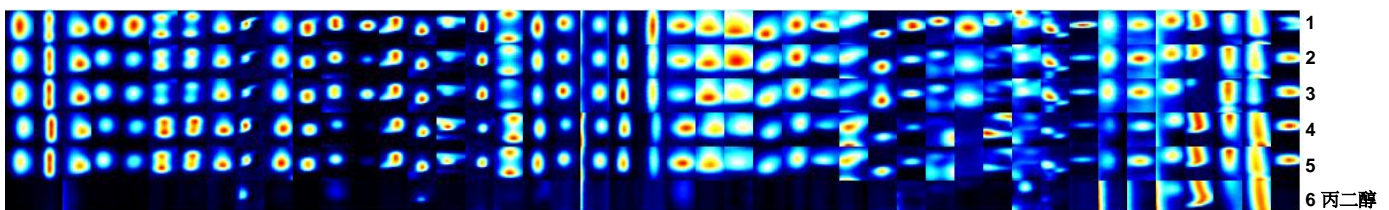


图 3: 1-5 号样品及一个添加丙二醇的香烟样品 (6) 指纹图谱中选定的45个区域的Gallery Plot。

表 5: 香烟滤嘴中鉴定的化合物

ID Compound	CAS #	Formula	MW	RI	RI/s	Dt/RIPrel
1 ethyl hexanoate	C123660	C8H16O2	144.2	1004.7	400.979	1.3435
2 ethyl hexanoate	C123660	C8H16O2	144.2	1004.7	400.979	1.8022
3 Benzaldehyde	C100527	C7H6O	106.1	948.1	315.139	1.152
4 Benzaldehyde	C100527	C7H6O	106.1	948.1	315.139	1.4689
5 ethyl pentanoate	C539822	C7H14O2	130.2	900.4	249.175	1.6801
6 Ethyl 3-methylbutanoate	C108645	C7H14O2	130.2	845.9	196.081	1.657
7 ethyl butyrate	C105544	C6H12O2	116.2	795.8	155.859	1.5613
8 Dimethyl disulfide	C624920	C2H6S2	94.2	728.1	120.463	0.9837
9 3-methylbutanal	C590863	C5H10O	86.1	651.9	91.503	1.4128
10 Ethyl Acetate	C141786	C4H8O2	88.1	627.3	85.068	1.3435

表5列举了通过'GC-IMS Library Search'鉴别的香烟滤嘴中的多种化合物，而且该指纹图谱分析结果显示了一种重要的信号峰，经鉴定，该信号是丙二醇，它是一种香料行业常用的保湿剂和香料溶剂(图 3)。

II. 通过检测添加剂对香烟自动鉴别

GC-IMS也可以鉴别区分不同市场来源的香烟。西方市场按规定不允许在烟草中添加芳香化合物，西方市场和亚洲市场的香烟结果对比如图5。结果表明西方市场生产的香烟的顶空化合物成分浓度明显偏低，而亚洲市场生产的香烟顶空组分浓度明显偏高，而且保湿剂的信号非常明显(图 5)。

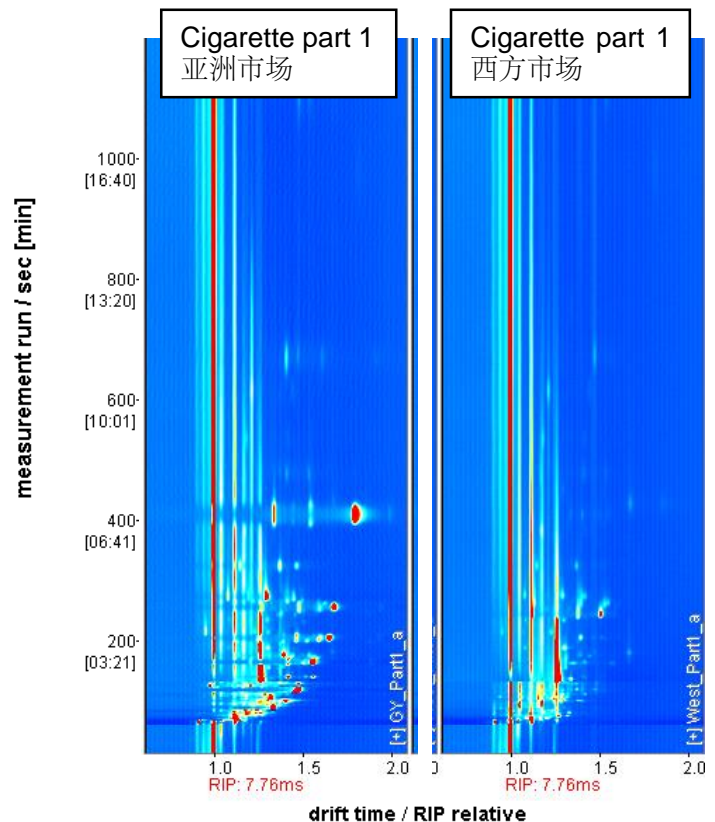


Figure 5: 亚洲和西方市场生产的香烟指纹图谱结果对比。

结论

烟草质量控制方法变化多样而且非常具有挑战性，GC-IMS 可以提供一种创新性的、高灵敏的、省时的、简单易操作的质量控制方法。以下方面的应用尤为突出：

- 香味的添加、调配及稳定性检测成品香烟（雪茄的质量控制）
- 产品寿命监测，如内部包装材料油墨等易挥发化合物的释放到香烟中。