



## 烟用香精香料质控体系的探讨

吕健 盛志艺 董永智 徐海涛 肖协忠\*

(颐中烟草集团公司技术中心, 山东省青岛市华阳路20号, 266021)

**摘要:** 采用色谱图吻合和色谱峰总量比较相结合作为香精香料质量控制指标。通过梯度稀释后嗅香、加料评吸等手段确定质量控制限。整个控制过程具有操作简便, 计算简单, 判断依据直观, 适合烟草企业快速建立香精香料质控体系。

**关键词:** 香精香料; 指纹谱图; 谱图吻合; 质量控制

### 前言

目前国内外对香精香料的质控基本上采用传统的物理指标质控方法[1], 该方法主要以溶混度为判据, 相对密度和折光作为辅助指标, 两项同时不合格才判定不合格, 而酸值检测只作为了解项目, 不作为判定依据, 近来化学成分指标(以气相色谱检测结果为主)的检测和控制逐渐为企业所关注。

烟用香精香料化学成分质量检控方法是考察每个色谱成分的含量变化, 对于结构简单、成分较少的香精具有好的适用性, 随着香精配方日益复杂多变, 一种香精的色谱峰至少一二十个, 有的甚至多达四五十个, 而且这些成分多是来自于天然香料提取物, 除了几个主要成分含量较大外, 其它成分含量很少而且波动很大, 如果逐个定量就要把波动范围放得很宽, 失去了质控目的。

鉴于香精香料的复杂性和多样性不好具体到每个成分进行控制, 目前烟草行业普遍认同中草药指纹图谱监控技术[2]。即在对图谱分析数据进行一定处理后(内标校正等), 采用相似度计算方法(向量夹角法)进行测定值与认定值之间的相似度计算, 所得数值 $\mu$ 与相似度临界点数值 $\mu_0$ 比较进行指纹图谱是否合格的判定。相似度临界点数值 $\mu_0$ 是通过加料评吸的方法进行确认, 实际计算值大于 $\mu_0$ 的认为是合格产品, 反之则认为是不合格产品[3-4]。

### 1 质控指标的探讨

我们仔细研究了中草药指纹图谱方法, 实施过程中存在如下三方面的难度: 一是 $\mu_0$ 的确定, 要对每个香精香料进行加料评吸, 由于每种香精的核心作用物质不同, 阈值差别很大, 逐一对每种香精香料确认其合适的阈值, 其工作量将很大; 二是色谱峰数据分类困难、不易提取特征变量, 香精中的各成分之间都是相互关联、综合作用的表现, 如果全部提取色谱峰则计算量庞大, 如果单独提取部分色谱峰则可能丢失阈值小但作用大的成分; 三是计算量大, 根据向量夹角法计算公式, 其具有统计学的计算方式, 势必要编制强大的计算机辅助处理软件才能完成, 这也为这种方法的应用增加了难度。

综上所述, 对每个成分进行定量考察的方法对于复杂的香精香料无法适用, 而中草药指纹图谱法虽然可以处理各类香精香料, 耗时耗力, 不利于企业常规检测工作的开展。

为此, 我们尝试了另一种新的方案: 通过GC/MS检测, 分别计算每种香精香料的色谱峰总量, 将最近的五次合格样品取平均值 $A_0$ , 然后将每种香精香料按100%、95%、90%和85%的比例稀释(香精用丙二醇, 香料用蒸馏水), 依据配方人员嗅香和加料评吸鉴别, 确定稀释到何种浓度就会与标准样有明显差别, 再将该浓度样品进行检测, 计算出色谱峰总量 $A_{in}$ , 以此作为质量控制限, 对于以后的香精香料检测设定两条判定依据: 1. 色谱图必须与标准谱图吻合; 2. 色谱峰总量 $A > A_{in}$ 。

#### 1.1 色谱峰总量比较

以标准样品为参照, 分别测试标样和各梯度的稀释样品(100%、95%、90%、85%), 香精和香料的比较结果见表1和表2:

色谱峰总量/内标	4.64	4.46	4.17	4.01
与100%样品的比值	1.00	0.96	0.90	0.86

表2 2#料液梯度稀释后致香物含量分析

样品浓度	100%	95%	90%	85%
出峰总量	157164.00	150780.00	144886.00	138844.00
内标	1156.36	1138.45	1232.81	1252.44
色谱峰总量	156007.64	149641.55	143653.19	137591.56
色谱峰总量/内标	134.91	131.44	116.52	109.86
与100%的样品比值	1.00	0.97	0.86	0.81

## 1.2 检控指标的确定

1.2.1 嗅香评价：将这两种香精和香料系列交给配方人员判断。结果见表3。

1.2.2 检控指标的确定：依据香精香料使用人员的判断结果，我们可以得出这样的结论：当香精的有效成分被溶液稀释到85%以下时就会对使用造成问题，为不合格品，影响卷烟质量，这样再结合前面气象色谱测定的结果，85%稀释样色谱峰总量为100%标准样色谱峰总量的0.86；而香料在被稀释到90%时就不合格了，其色谱峰总量为标准样总量的0.86。经过多个香精香料样品反复稀释、嗅香、色谱分析，最后确立当色谱峰总量降低到标准样的0.90以下时就可判定该样品为不合格，当香料色谱峰总量降低到标准样的0.97以下时就可以判定为不合格。

表3 嗅香判断结果

1#香精		2#料液	
100%	—	100%	—
95%	无差别	95%	无差别
90%	无差别	90%	有差别
85%	有差别	85%	有差别

## 2 烟用香精香料化学成分质量监控方法的检验

### 2.1 加香加料评吸

评吸方案：取某单料烟卷成烟支，分成5份，一份作空白对照，其余四份分别用微量注射器加入1μl配制好的香精或香料，达到千分之一浓度。评吸顺序：空白，100%浓度加香，95%浓度加香，90%浓度加香，85%浓度加香。评吸结果与嗅香结果大致相同（见表4），即香精在被稀释到85%时失去效果，料液在被稀释到90%时失去效果。确定该香精的不合格限为 $0.90 \times 4.64 = 4.176$ ；料液的不合格限为 $0.97 \times 134.91 = 130.8627$ 。

表4：加料评吸结果

1#香精		2#料液	
100%	—	100%	—
95%	无差别	95%	无差别
90%	稍有差别	90%	有差别
85%	差别大	85%	差别大

2.2 色谱指纹图：香精香料的色谱图确实与中草药的指纹谱图相似，每一种都有其各自的特征，即使是两种性质相近的香精作出来的谱图也会有明显的差别，所以指纹谱图可以作为鉴别用的依据。

### 2.3 与物理检测方法的比较：

那么通过色谱判定的结果是否在物检中同样也可以得到呢？我们将这些稀释的梯度样品交由物检人员检测溶混度、密度和折光，检测结果见表5：

95%	合格	合格	合格	95%	合格	合格
90%	合格	合格	合格	90%	合格	合格
85%	合格	不合格	合格	85%	合格	不合格

从表5可以看出,对于香精其溶混度和折光都合格,密度在85%浓度时不合格,但是根据判定规则:香精溶混度不合格为批不合格,密度和折光同时不合格为批不合格。该梯度系列均合格。对于香料其溶混度都合格,密度只在85%不合格,而折光不测定,所以只能判定85%的样品不合格,但实际上标准样品被稀释到90%就已经不合格了。可见,依靠物理项目的检测不能发现已不符合使用要求的香精香料,需要用气相色谱加以鉴别。

### 3 结论

通过以上的验证可以看出,我们选用的这套香精香料质控体系既保证了香精香料的质又保证了香精香料的量,符合质量控制要求,而且分析过程相对简便易行,数据计算量小,省时省力,便于企业使用。

### 参考文献

- [1]张悠金,金闻博.烟用香精香料[M].合肥:中国科学技术出版社,1996
- [2]王龙星,肖红斌,梁鑫淼等.一种评价中药色谱指纹谱相似性的新方法:向量夹角法[J].药学学报,2002,37(9)
- [3]王玉,徐若飞,徐济仓等.烟用香精香料指纹图谱与质控体系的研究.2004年中烟烟草化学学组年会暨学术研讨会论文集.
- [4]王钧,赵曰利.色谱指纹图谱对香精香料质量控制的研究.2004年中烟烟草化学学组年会暨学术研讨会论文集.

【打印】 【关闭】