

# GC-MS/MS 同时测定卷烟主流烟气粒相物中 29 种单环氮杂环类成分

姬厚伟, 惠非琼, 刘舒畅, 赵 杨, 张 丽, 王 芳, 魏建科,  
王伟国, 银 芳, 谢顺萍, 叶 冲

(贵州中烟工业有限责任公司技术中心, 贵州 贵阳 550009)

**摘要:** 本研究建立了超声萃取-气相色谱-三重四极杆串联质谱(GC-MS/MS)法同时测定卷烟主流烟气粒相物中吡啶类、吡嗪类、吡咯类等 29 种单环氮杂环类成分。在标准抽吸模式下, 采用剑桥滤片捕集卷烟主流烟气粒相物中单环氮杂环类化合物; 添加 3,5-二氯-2-氟吡啶和 2,5-二溴吡嗪内标后, 采用优化后的超声萃取条件, 在选择反应监测(SRM)模式下进行 GC-MS/MS 分析, 以内标法定量。结果表明, 待测组分在线性范围内具有良好的线性关系, 线性相关系数( $R^2$ )均大于 0.999; 方法的检出限(LOD)和定量限(LOQ)分别为 1.0~7.8 ng/cig 和 2.0~15.6 ng/cig; 加标回收率为 91.9%~108.8%, 相对标准偏差(RSD)为 0.3%~6.9%。采用本方法测定了 12 种不同类型卷烟主流烟气总粒相物中 29 种单环氮杂环类成分, 其中吡啶类约占 60%、吡咯类约占 15%、吡嗪类约占 10%。该方法简便、高效、灵敏, 适用于不同规格卷烟主流烟气总粒相物中吡啶类、吡嗪类、吡咯类等单环氮杂环成分的测定。

**关键词:** 气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS); 超声萃取; 卷烟主流烟气; 单环氮杂环化合物; 粒相物

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 1004-2997(2026)02-0204-15

DOI: 10.7538/zpxb.2025.0102

CSTR: 32365.14.zpxb.2025.0102

## Simultaneous Determination of Twenty-Nine Monocyclic Nitrogen-Containing Heterocyclic Compounds in Particulate Matters of Mainstream Cigarette Smoke by Gas Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

Ji Hou-wei, Hui Fei-qiong, Liu Shu-chang, Zhao Yang, Zhang Li, Wang Fang, Wei Jian-ke,  
Wang Wei-guo, Yin Fang, Xie Shun-ping, Ye Chong

(Technology Center, China Tobacco Guizhou Industrial Co., Ltd, Guiyang 550009, China)

**Abstract:** Nitrogen heterocyclic compounds in tobacco are an important type of alkaline flavor substances in mainstream cigarette smoke. More than 1 600 nitrogen-containing heterocyclic compounds have been identified in tobacco smoke. Among them, the main monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds include 116 pentacyclic pyrroles, 365 hexacyclic pyridines, and 106 pyrazines, etc. These semi-volatile monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds play a significant role in the flavor of the smoke. Therefore, the qualitative and quantitative analysis of monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds in cigarette smoke is of great significance

for the sensory quality evaluation of cigarettes. A new analytical method based on ultrasonic solvent extraction coupled with gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) was established for the simultaneous determination of 29 volatile and semi-volatile monocyclic nitrogen heterocyclic components (including pyridines, pyrazines, pyrroles, etc.) in the particulate matters in mainstream cigarette smoke. Under the standard smoking mode, monocyclic nitrogen heterocyclic components in the particulate phase of mainstream cigarette smoke were captured using Cambridge filters. After adding 3,5-dichloro-2-fluoropyridine and 2,5-dibromopyrazine as internal standards, the particulate matters captured by Cambridge filter pads were subjected to ultrasonic extraction with methanol and analyzed by GC-MS/MS using a polar capillary chromatographic column (60 m×0.25 mm, 0.25 μm) under the selective reaction monitoring (SRM) mode. The results showed that the excellent linear relationships ( $R^2 \geq 0.999$ ) were observed over the linear range. The limits of detection (LODs) and the limits of quantification (LOQs) of 29 analytes were 1.0-7.8 ng/cig and 2.0-15.6 ng/cig, respectively. The recoveries and the relative standard deviations (RSDs) of the 29 analytes were 91.9%-108.8% and 0.3%-6.9%, respectively. This method was used to determine 29 single-ring nitrogen heterocyclic components in the total particulate matters of mainstream cigarette smoke from 12 different cigarette brands. Consistent with the analytical purpose, the target analytes were successfully quantified in all tested samples. There are certain differences among the 29 monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds in the mainstream smoke particles of different cigarette brands, mainly due to the influence of cigarette types, cigarette blending and designs of cigarette auxiliary materials. The contents of 29 monocyclic nitrogen heterocyclic components in the mainstream smoke particulate phase are positively correlated with their tar content of the cigarettes. Eleven components, including pyridine, 2-methylpyridine, 2-methylpyrazine, 3-methylpyridine, 2,5-dimethylpyridine, 2,4-dimethylpyridine, 3-ethylpyridine, pyrrole, 2-acetylpyrrole, pyrro-2-formaldehyde and indole, account for about 80%. Among them, pyridines account for about 60%, pyrroles account for about 15%, and pyrazines account for about 10%. The proposed method is simple, efficient, sensitive, making it suitable for the determination of the release amount of the 29 monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds in the particulate phase of mainstream smoke from different types of cigarettes. This method provides new technical support for the evaluation of tobacco leaf internal quality, the flavor characteristics of tobacco flavors, the style features of cigarettes, and the optimization of cigarette material design.

**Key words:** gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS); ultrasonic extraction; cigarette mainstream smoke; monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compound; particulate matter

氮杂环化合物是卷烟主流烟气中一类重要的碱性香味物质,目前在烟草烟气中已鉴定出1600多种氮杂环化合物,其中单环氮杂环化合物主要包括116种五元吡咯类、365种六元吡啶类和106种吡嗪类等,这类半挥发性单环五元和六元氮杂环化合物对烟气的香味起着重要作用<sup>[1-2]</sup>,其来源主要是由烟草中氨基酸和糖类的Maillard反应,以及烟草中氨基酸、蛋白质、生物碱和

Amadori化合物等物质的热解反应生成<sup>[3-10]</sup>。吡咯类化合物会使烟气产生坚果香、木质香及甜味;吡啶类化合物可增强烟草香,是烟草特有香气形成的基础,如3-乙基吡啶、2-甲基吡啶、2,6-二甲基吡啶和2-乙烯基吡啶是彰显卷烟烘焙香的决定性成分<sup>[11]</sup>;吡嗪类化合物是体现烟草和烟气特征香气和风味最重要的一类氮杂环化合物,如烷基吡嗪类可提供可可香和坚果香,2-乙酰吡

嗪可提供坚果香和爆米花香等<sup>[1]</sup>,而烟叶中2,3-二甲基吡嗪、四甲基吡嗪的含量与烟叶感官质量的香气量、香气浓度呈较显著的正相关<sup>[12]</sup>。因此,卷烟烟气中单环氮杂环化合物的定性定量分析对评价卷烟感官质量具有重要意义。

单环氮杂环化合物是一类挥发性、半挥发性成分,且含量较低。目前,分析烟草及其制品和卷烟烟气中单环氮杂环化合物的方法主要有气相色谱法<sup>[13-15]</sup>、气相色谱-质谱法<sup>[16-21]</sup>、液相色谱法<sup>[22]</sup>、液相色谱-串联质谱法<sup>[23]</sup>和质谱法<sup>[24]</sup>等。其中,气相色谱法和气相色谱-质谱法的定量分析通常需要富集浓缩,操作繁琐耗时;液相色谱法受色谱柱分离度及检测器的限制,不适用于挥发性、半挥发性成分的多组分检测;质谱法快捷高效,但存在一定的定量分析局限;而气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)法因高灵敏度和强抗干扰能力,已广泛应用于食品、生物和环境等多个领域<sup>[25]</sup>。郭琼等<sup>[26]</sup>建立了GC-MS/MS法同时测定卷烟主流烟气中95种醛酮类香味成分,考察细支、中支和常规卷烟主流烟气中醛酮类成分的释放特征。刘洋等<sup>[27]</sup>采用管式炉加热-溶剂吸收结合GC-MS/MS法同时定量测定28种加热卷烟烟气中酮类香味物质,对比分析不同口味加热卷烟烟气中酮类香味成分的含量差异。任宗灿等<sup>[28]</sup>基于保留指数建立了241种烟草香味成分的GC-MS/MS分析方法。郑阳等<sup>[29]</sup>利用固相萃取结合GC-MS/MS法定量分析烟草制品中23种酯类香料,为烟草中酯类物质的检测提供技术手段。窦思颖等<sup>[30]</sup>采用GC-MS/MS法定量分析卷烟主流烟气中16种痕量多环芳烃,该方法前处理简单、结果准确且重复性好。吴永良等<sup>[31]</sup>采用GC-MS/MS法定测定卷烟主流烟气中7种酚类化合物,操作简单、分析时间短、准确可靠、灵敏度高。姬厚伟等<sup>[32]</sup>基于超声萃取-GC-MS/MS技术同时测定卷烟主流烟气中8种生物碱的释放量,该方法操作简便、灵敏度高。吴若昕等<sup>[33]</sup>采用GC-MS/MS法同时测定香精和烟草中16种致香成分。然而,基于GC-MS/MS同时定量测定卷烟烟气中单环氮杂环化合物的方法则鲜有报道。

基于此,本研究将采用GC-MS/MS法同时测定卷烟主流烟气颗粒物中29种挥发性、半挥发性单环氮杂环类成分,旨在为卷烟主流烟气中单环

氮杂环成分释放量的测定提供检测手段,同时为评价烟叶质量、香精香料风味特征、卷烟风格特征及设计优化卷烟材料提供技术支持。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与装置

TSQ 8000 EVO型气相色谱-三重四极杆质谱联用仪:美国Thermo Fisher公司产品;RM200型转盘吸烟机、剑桥滤片(直径44 mm):德国Borgwaldt kc公司产品;AG104型电子天平(感量0.0001 g):瑞士Mettler Toledo公司产品;数显型多管式涡旋混合器:美国Talboys公司产品;超声波清洗仪:昆山超声波清洗机有限公司产品。

### 1.2 样品与试剂

12个市售卷烟样品的详细信息列于表1。

表1 市售卷烟信息  
Table 1 Information of commercial cigarette samples
























序号 No.	类型 Type	规格 Specification	焦油量 Tar/mg	烟碱 Nicotine/mg	一氧化碳 CO/mg
1	烤烟型	细支烟	3	0.3	3
2	烤烟型	细支烟	3	0.3	4
3	烤烟型	细支烟	5	0.5	5
4	烤烟型	细支烟	6	0.6	5
5	烤烟型	细支烟	7	0.7	5
6	烤烟型	细支烟	8	0.7	6
7	烤烟型	中支烟	8	0.7	6
8	烤烟型	中支烟	8	0.8	8
9	烤烟型	粗支烟	10	1.0	11
10	烤烟型	粗支烟	10	1.0	10
11	烤烟型	粗支烟	11	1.1	12
12	烤烟型	粗支烟	11	1.2	12

二氯甲烷:色谱纯,天津市登科化学试剂有限公司产品;环己烷、异丙醇:均为色谱纯,天津市富宇精细化工有限公司产品;甲醇、正己烷:均为色谱纯,天津市科密欧化学试剂有限公司产品;29种单环氮杂环化合物标准品:北京百灵威科技有限公司产品;3,5-二氯-2-氟吡啶、2,5-二溴吡嗪:德国Sigma-Aldrich公司产品。具体的样品信息列于表2。




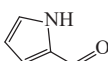


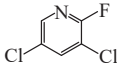
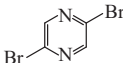
### 1.3 标准溶液配制

准确称取约0.01 g 3,5-二氯-2-氟吡啶(IS-1)和0.02 g 2,5-二溴吡嗪(IS-2),置于50 mL容量瓶

表2 29种单环氮杂环化合物标准品和2种内标信息

序号 No.	类别 Category	化合物 Compound	纯度 Purity/%	结构式 Structural formula
1	吡啶类	吡啶	99	
2		2-甲基吡啶	98	
3		2,6-二甲基吡啶	99	
4		2-乙基吡啶	98	
5		2-乙基-6-甲基吡啶	99	
6		3-甲基吡啶	98	
7		4-甲基吡啶	98	
8		2,5-二甲基吡啶	98	
9		2,4-二甲基吡啶	98	
10		2,3-二甲基吡啶	98	
11		2,4,6-三甲基吡啶	99	
12		3-乙基吡啶	98	
13		4-乙基吡啶	98	
14		2-乙酰基吡啶	98	
15	吡嗪类	吡嗪	99	
16		2-甲基吡嗪	98	
17		2,5-二甲基吡嗪	99	
18		2,6-二甲基吡嗪	98	
19		2-乙基吡嗪	98	
20		2,3-二甲基吡嗪	98	
21		2,3,5-三甲基吡嗪	98	
22		2-乙基-3-甲基吡嗪	99	
23		四甲基吡嗪	98	

续表

序号 No.	类别 Category	化合物 Compound	纯度 Purity/%	结构式 Structural formula
24		2-乙酰基吡嗪	97	
25	吡咯类	吡咯	99	
26		2-乙酰基吡咯	99	
27		吡咯-2-甲醛	99	
28	其他	噻唑	99	
29		吲哚	99	
IS-1	内标	3,5-二氯-2-氟吡啶	98	
IS-2		2,5-二溴吡嗪	99	

中,加入甲醇定容,得到浓度分别为 0.2、0.4 g/L 的混合内标标准溶液。

分别准确称取一定量的每种单环氮杂环化合物标准样品,置于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容,得到 29 种单环氮杂环化合物的一级混合标准贮备液;准确移取 5 mL 一级混合标准贮备液,用甲醇定容至 25 mL,得到二级混合标准贮备液;准确移取 5、10、20、50、100、200、500  $\mu\text{L}$  二级混合标准贮备液于 7 个 20 mL 容量瓶中,分别加入 100  $\mu\text{L}$  混合内标溶液,用甲醇定容,摇匀,得到不同浓度梯度的系列标准溶液。

#### 1.4 实验条件

**1.4.1 色谱条件** DB-FFAP 毛细管柱 (60 m $\times$ 0.25 mm, 0.25  $\mu\text{m}$ ); 进样口温度 250  $^{\circ}\text{C}$ ; 载气为氦气 (纯度  $\geq 99.999\%$ ), 流速 1.2 mL/min, 恒流模式; 分流比 10:1; 进样量 1  $\mu\text{L}$ ; 升温程序: 初始温度 80  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 1 min, 以 2  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 110  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 2 min, 然后以 20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 240  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 15 min。

**1.4.2 质谱条件** 电子电离源 (EI), 电离能量 70 eV, 离子温度 280  $^{\circ}\text{C}$ , 传输线温度 280  $^{\circ}\text{C}$ , 碰撞气为氩气 (纯度  $> 99.999\%$ )。分别对 29 种单环氮杂环化合物和 2 种内标物质标准样品进行全扫描, 以每种化合物的最大  $m/z$  离子作为母离子, 采用 product 扫描模式, 优化碰撞能量, 建立

选择反应监测 (SRM) 模式, 使用内标法进行定量分析。29 种单环氮杂环化合物和 2 种内标物质优化后的保留时间、定量和定性离子对及碰撞能量列于表 3。

#### 1.5 样品前处理

按照 GB/T 19609—2004<sup>[34]</sup>和 GB/T 16450—2004<sup>[35]</sup>标准规定的方法抽吸卷烟, 采用 1 张  $\phi 44$  mm 剑桥滤片捕集 5 支卷烟的总粒相物; 将捕集有总粒相物的剑桥滤片置于 50 mL 具塞锥形瓶中, 加入 50  $\mu\text{L}$  混合内标溶液与 10 mL 甲醇萃取剂, 超声提取 15 min; 静置平衡后, 移取 1.0 mL 萃取液于样品瓶中, 待 GC-MS/MS 分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 色谱柱的优化

本实验考察了 DB-FFAP (60 m $\times$ 0.25 mm, 0.25  $\mu\text{m}$ )、DB-624 (60 m $\times$ 0.32 mm, 1.8  $\mu\text{m}$ ) 和 DB-5MS (60 m $\times$ 0.25 mm, 0.25  $\mu\text{m}$ ) 3 种不同极性色谱柱对烟气中 29 种单环氮杂环化合物的分离效果, 示于图 1。结果表明, 非极性 DB-5MS 色谱柱的分离效果最差, 其中吡咯-2-甲醛响应较低且出峰拖尾; 中等极性 DB-624 色谱柱的分离效果次之, 2,5-二甲基吡嗪和 2,6-二甲基吡嗪, 2,4-二甲基吡啶和 2,5-二甲基吡啶均无法分离; 极性 DB-FFAP

表3 29种单环氮杂环化合物和内标物质的保留时间及SRM参数

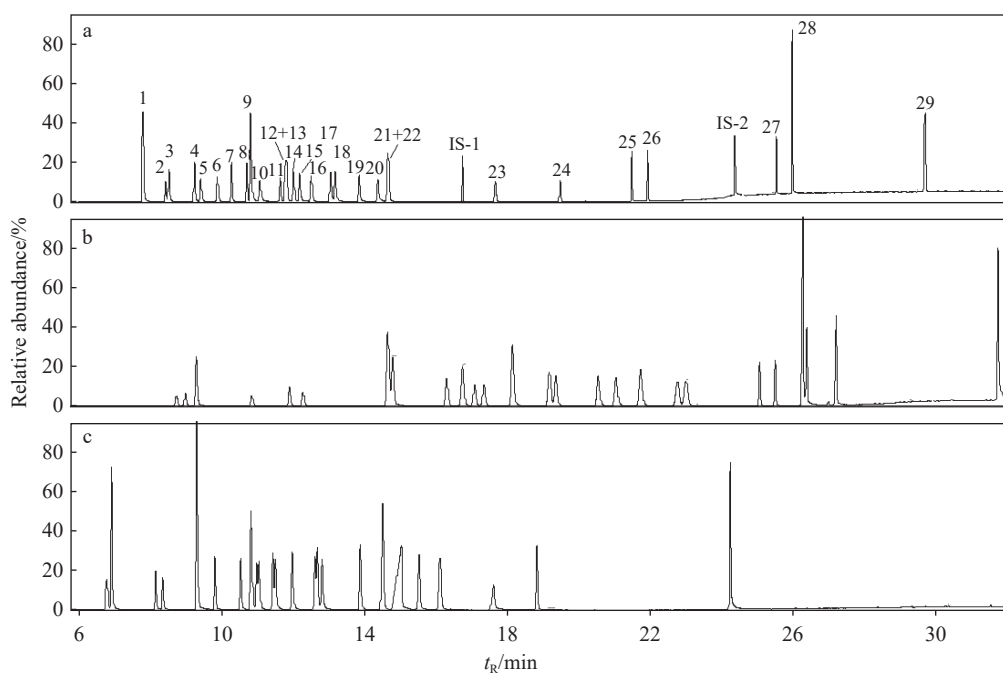
Table 3 Retention time and SRM parameters of 29 kinds of monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds and internal standard substance

序号 No.	化合物 Compound	保留时间 $t_R$ /min	定量离子对 Quantitative ion pair		定性离子对 Qualitative ion pair	
			离子对 Ion pair ( $m/z$ )	碰撞能量 CE/eV	离子对 Ion pair ( $m/z$ )	碰撞能量 CE/eV
1	吡啶	7.80	79/52	10	52/50	10
2	吡嗪	8.44	80/53	10	53/26	10
3	2-甲基吡啶	8.53	93/66	10	66/40	10
4	2,6-二甲基吡啶	9.24	107/65	20	106/77	10
5	噻唑	9.42	85/58	10	58/57	10
6	2-甲基吡嗪	9.89	94/67	10	67/42	10
7	2-乙基吡啶	10.28	106/78	10	107/78	20
8	2-乙基-6-甲基吡啶	10.70	120/92	10	93/66	10
9	3-甲基吡啶	10.82	93/66	10	65/39	10
10	4-甲基吡啶	11.11	93/66	10	66/39	10
11	2,5-二甲基吡嗪	11.63	108/42	10	42/41	30
12	2,5-二甲基吡啶	11.78	107/77	20	79/51	20
13	2,6-二甲基吡嗪	11.82	108/42	10	42/40	30
14	2-乙基吡嗪	12.02	107/79	10	108/39	30
15	2,4-二甲基吡啶	12.18	107/79	10	106/77	10
16	2,3-二甲基吡嗪	12.52	108/67	10	67/42	10
17	2,3-二甲基吡啶	13.05	107/65	20	106/77	10
18	2,4,6-三甲基吡啶	13.18	121/79	10	79/51	20
19	3-乙基吡啶	13.85	107/92	10	92/65	10
20	4-乙基吡啶	14.37	107/79	10	92/65	10
21	2,3,5-三甲基吡嗪	14.60	122/81	10	81/42	10
22	2-乙基-3-甲基吡嗪	14.62	121/93	10	80/54	10
IS-1	3,5-二氯-2-氟吡啶	16.80	165/130	10	130/110	10
23	四甲基吡嗪	17.66	136/54	10	54/39	10
24	吡咯	19.47	67/41	10	41/40	10
25	2-乙酰基吡啶	21.48	79/52	10	78/51	10
26	2-乙酰基吡嗪	21.92	122/80	10	94/39	20
IS-2	2,5-二溴吡嗪	24.60	238/157	10	157/130	10
27	2-乙酰基吡咯	25.52	109/94	10	94/66	10
28	吡咯-2-甲醛	25.96	95/66	20	66/39	10
29	吡啶	29.68	117/89	20	90/89	10

色谱柱的分离效果最好, 出峰尖锐且信号响应较高。因此, 选择 DB-FFAP 色谱柱对化合物进行分离。

## 2.2 萃取溶剂的优化

对于同一样品, 在超声萃取 15 min 时, 考察甲醇、异丙醇、二氯甲烷、正己烷、环己烷和乙



注: a. DB-FFAP; b. DB-624; c. DB-5MS

图1 采用不同极性色谱柱时标准样品的TIC图

Fig. 1 TIC chromatograms of standard sample using different polarity chromatographic columns

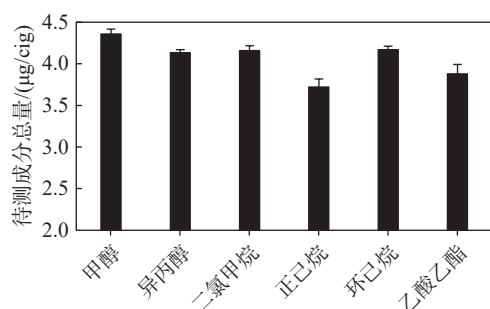


图2 不同萃取溶剂对萃取效率的影响

Fig. 2 Effects of different extraction solvents on extraction efficiency

酸乙酯6种溶剂的萃取效率,结果示于图2。可知,甲醇的萃取效率最高,其次是二氯甲烷和环己烷,而正己烷的萃取效率最差。因此,选择甲醇作为萃取溶剂。

### 2.3 萃取方式和时间的优化

卷烟主流烟气粒相物的萃取方法主要有振荡萃取、超声萃取等。本研究考察了涡旋振荡、超声萃取2、5、15、20、30 min对卷烟主流烟气粒相物中29种待测成分的萃取效果,结果示于图3。可知,在2~15 min,随着萃取时间的增加,测定结果呈上升趋势;在15~30 min,随着萃取

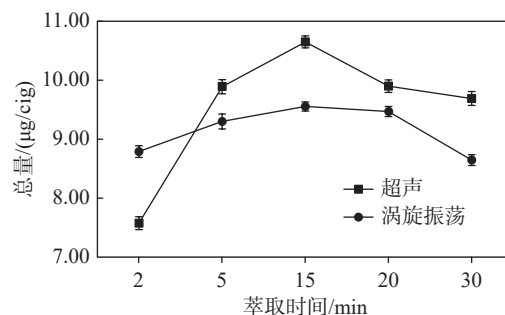


图3 不同萃取方式和萃取时间对萃取效率的影响

Fig. 3 Effect of different extraction methods and extraction time on extraction efficiency

时间的增加,测定结果呈下降趋势;萃取5 min后,相同时间下超声萃取的效果均优于涡旋振荡。因此,选择超声萃取15 min。

### 2.4 方法评价

2.4.1 标准曲线、检出限和定量限 在优化的实验条件下,分别对7个不同浓度单环氮杂环化合物系列混合标准溶液进行GC-MS/MS分析。以3,5-二氯-2-氟吡啶和2,5-二溴吡嗪为内标,采用内标法定量,以待测物浓度为横坐标,待测物与内标的峰面积比为纵坐标进行线性回归分析,线性方程及相关系数列于表4。可知,29种单环

表4 29种单环氮杂环化合物的线性范围、线性回归方程、相关系数、检出限和定量限

Table 4 Linearity ranges, linear regression equations, correlation coefficients, LODs and LOQs of 29 kinds of monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds

序号 No.	化合物 Compound	线性范围 Linear range/(mg/L)	回归方程 Regression equation	相关系数 Correlation coefficient ( $R^2$ )	检出限 LOD/(ng/cig)	定量限 LOQ/(ng/cig)	基质效应 ME/%
1	吡啶	0.038~3.76	$y=1.6121x-0.0498$	0.9995	1.5	3.8	11.25
2	吡嗪	0.013~1.32	$y=1.2277x-0.0209$	0.9997	2.5	5.0	10.64
3	2-甲基吡啶	0.011~1.09	$y=0.9311x-0.0066$	0.9995	2.0	4.0	12.51
4	2,6-二甲基吡啶	0.011~1.09	$y=0.7515x-0.0047$	0.9994	4.4	10.9	12.61
5	噻唑	0.014~1.35	$y=2.5216x-0.0333$	0.9992	2.7	5.4	12.26
6	2-甲基吡嗪	0.012~1.32	$y=1.3169x-0.0137$	0.9995	2.5	4.9	12.46
7	2-乙基吡啶	0.011~1.09	$y=2.7300x-0.0139$	0.9993	2.0	4.0	9.57
8	2-乙基-6-甲基吡啶	0.010~1.05	$y=1.9579x-0.0103$	0.9995	2.0	4.0	8.88
9	3-甲基吡啶	0.040~4.00	$y=0.6088x-0.0196$	0.9997	7.8	15.6	18.34
10	4-甲基吡啶	0.010~1.05	$y=0.6697x-0.0128$	0.9994	2.0	4.0	16.88
11	2,5-二甲基吡嗪	0.011~1.15	$y=0.8641x-0.0103$	0.9999	2.3	4.6	11.31
12	2,5-二甲基吡啶	0.011~1.09	$y=0.6155x-0.0064$	0.9999	2.2	4.4	12.68
13	2,6-二甲基吡嗪	0.015~1.54	$y=0.6385x-0.0129$	0.9997	3.0	6.0	8.49
14	2-乙基吡嗪	0.012~1.20	$y=0.8537x-0.0066$	0.9995	4.8	12.0	13.38
15	2,4-二甲基吡啶	0.011~1.09	$y=0.5916x-0.0073$	0.9997	4.4	10.9	15.97
16	2,3-二甲基吡嗪	0.012~1.20	$y=1.4576x-0.0159$	0.9998	4.9	12.2	8.04
17	2,3-二甲基吡啶	0.012~1.16	$y=0.3582x-0.0044$	0.9998	4.9	12.2	10.47
18	2,4,6-三甲基吡啶	0.011~1.09	$y=1.1192x-0.0065$	0.9998	4.3	10.8	13.75
19	3-乙基吡啶	0.011~1.09	$y=1.0011x-0.0094$	0.9999	2.2	4.4	18.25
20	4-乙基吡啶	0.010~1.05	$y=0.5234x-0.0031$	0.9999	4.2	10.5	18.76
21	2,3,5-三甲基吡嗪	0.012~1.20	$y=0.4209x-0.0043$	0.9998	4.8	12.0	11.07
22	2-乙基-3-甲基吡啶	0.011~1.15	$y=0.8287x-0.0028$	0.9999	4.6	11.5	12.58
23	四甲基吡嗪	0.014~1.42	$y=3.2772x-0.0256$	0.9997	2.8	5.7	5.34
24	吡咯	0.012~1.16	$y=1.8498x-0.0222$	0.9993	4.6	11.5	-15.78
25	2-乙酰基吡啶	0.013~1.26	$y=5.5232x-0.0222$	0.9995	1.5	2.5	9.49
26	2-乙酰基吡嗪	0.016~1.60	$y=2.2318x-0.0205$	0.9995	3.0	6.0	14.97
27	2-乙酰基吡咯	0.010~1.00	$y=16.7860x+0.0626$	0.9995	1.0	2.0	11.17
28	吡咯-2-甲醛	0.025~2.50	$y=4.0361x-0.0210$	0.9996	1.0	2.0	8.81
29	呋喃	0.016~1.60	$y=17.8226x+0.1274$	0.9996	1.6	3.2	4.93

氮杂环化合物的线性关系良好,线性相关系数( $R^2$ )为0.9992~0.9999。通过稀释低浓度标准溶液后进行GC-MS/MS分析,以信噪比( $S/N$ )=3和 $S/N=10$ 确定各化合物的检出限和定量限分别为1.0~7.8 ng/cig和2.0~15.6 ng/cig。

由于烟气成分的基质较复杂,基质效应(matrix effect, ME)可能会影响方法的准确度和灵敏度,

因此本实验开展基质效应评价<sup>[36-37]</sup>。以纯溶剂配制的标准溶液的回归方程斜率为 $k_1$ ,基质标准溶液的回归方程斜率为 $k_2$ ,则ME计算公式示于式(1):

$$ME = \left( \frac{k_2}{k_1} - 1 \right) \times 100\% \quad (1)$$

其中,  $|ME| < 20\%$ 为弱基质效应;  $20\% \leq |ME| \leq$

50%为中等基质效应;  $|ME| > 50\%$ 为强基质效应。由表4可知, 29种目标分析物的 $|ME|$ 均 $< 20\%$ , 表现为较弱的基质效应, 可忽略。

**2.4.2 回收率和精密度** 选择1个已测定过主流烟气气相物中29种单环氮杂环成分的卷烟样品作为加标实验样品, 按低、中、高3种添加水平进行加标回收率实验, 每个添加水平平行测定6次, 结果列于表5。可知, 29种单环氮杂环化合物的平均加标回收率为91.9%~108.8%, 平均相对标准偏差(RSD)在0.3%~6.9%之间, 表

明该方法精密度高、重复性好, 可满足卷烟主流烟气气相物中29种单环氮杂环成分的检测需求。

## 2.5 实际样品测定

采用本方法测定12种不同品牌卷烟主流烟气气相物中29种单环氮杂环成分的释放量, 结果列于表6。可知, 因不同品牌卷烟的规格、配方及辅料设计的差异, 其主流烟气气相物中29种单环氮杂环成分的含量存在差异; 29种成分的释放量和释放总量均与其焦油释放量成正

表5 卷烟主流烟气中29种单环氮杂环化合物释放量测定的精密度与回收率( $n=6$ )

Table 5 Precision and recovery of 29 kinds of monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds in mainstream cigarette smoke ( $n=6$ )

序号 No.	化合物 Compound	实际样品含量 Content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	添加量 Added/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	测定值 Measured content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	回收率 Recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
1	吡啶	2.06	0.60	2.642	97.0	1.4
			1.44	3.503	100.2	4.2
			2.94	4.941	98.0	3.7
2	吡嗪	0.13	0.05	0.180	100.2	2.7
			0.13	0.265	103.6	6.5
			0.26	0.389	99.5	2.3
3	2-甲基吡啶	0.85	0.17	1.021	100.5	1.9
			0.41	1.245	96.3	3.2
			0.83	1.649	96.3	3.8
4	2,6-二甲基吡啶	0.16	0.09	0.253	102.8	2.5
			0.21	0.358	94.4	0.3
			0.43	0.570	95.3	2.2
5	噻唑	0.05	0.05	0.098	96.5	2.7
			0.13	0.181	100.9	4.7
			0.26	0.311	100.4	2.9
6	2-甲基吡嗪	0.46	0.20	0.653	96.5	1.2
			0.47	0.913	96.4	3.4
			0.97	1.406	97.5	0.9
7	2-乙基吡啶	0.22	0.09	0.308	98.1	3.0
			0.21	0.420	95.1	2.3
			0.43	0.631	95.6	5.8
8	2-乙基-6-甲基吡啶	0.09	0.04	0.129	98.7	2.4
			0.10	0.187	96.6	2.4
			0.20	0.286	98.1	3.1
9	3-甲基吡啶	2.51	0.62	3.177	107.5	1.4
			1.50	3.943	95.5	1.3
			3.06	5.438	95.7	4.8

续表

序号 No.	化合物 Compound	实际样品含量 Content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	添加量 Added/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	测定值 Measured content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	回收率 Recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
10	4-甲基吡啶	0.28	0.08	0.359	98.9	2.3
			0.20	0.467	93.4	1.8
			0.41	0.679	97.2	1.6
11	2,5-二甲基吡啶	0.07	0.05	0.122	103.5	0.6
			0.11	0.172	92.9	2.8
			0.23	0.286	93.7	5.8
12	2,5-二甲基吡啶	0.29	0.09	0.386	106.7	1.2
			0.21	0.485	92.7	2.5
			0.43	0.695	94.1	4.0
13	2,6-二甲基吡啶	0.19	0.12	0.316	105.1	0.8
			0.30	0.473	94.4	2.4
			0.60	0.773	97.1	0.3
14	2-乙基吡啶	0.06	0.05	0.110	100.6	0.9
			0.12	0.175	96.1	0.8
			0.24	0.294	97.3	0.5
15	2,4-二甲基吡啶	0.36	0.17	0.536	103.4	4.5
			0.42	0.750	92.8	2.2
			0.85	1.162	94.4	3.6
16	2,3-二甲基吡啶	0.08	0.05	0.131	101.0	1.1
			0.12	0.194	94.7	1.6
			0.24	0.310	96.0	6.2
17	2,3-二甲基吡啶	0.19	0.09	0.279	98.9	0.7
			0.22	0.396	93.6	3.6
			0.45	0.609	93.1	5.3
18	2,4,6-三甲基吡啶	0.29	0.09	0.375	94.4	1.1
			0.21	0.494	97.1	5.4
			0.42	0.696	96.7	4.8
19	3-乙基吡啶	0.63	0.09	0.726	106.7	1.7
			0.21	0.827	93.8	1.7
			0.43	1.043	96.0	3.0
20	4-乙基吡啶	0.08	0.04	0.120	100.0	6.9
			0.10	0.177	97.0	2.3
			0.21	0.281	95.7	3.4
21	2,3,5-三甲基吡啶	0.08	0.05	0.133	106.0	2.9
			0.12	0.195	95.8	1.3
			0.24	0.317	98.8	1.9
22	2-乙基-3-甲基吡啶	0.04	0.05	0.088	96.0	6.0
			0.11	0.144	94.5	1.9
			0.23	0.260	95.7	6.5

续表

序号 No.	化合物 Compound	实际样品含量 Content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	添加量 Added/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	测定值 Measured content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )	回收率 Recovery/%	相对标准偏差 RSD/%
23	四甲基吡嗪	0.02	0.03	0.051	103.3	2.5
			0.07	0.092	102.9	5.1
			0.14	0.158	98.6	4.4
24	吡咯	0.56	0.18	0.727	92.8	1.4
			0.44	0.978	95.0	0.6
			0.90	1.389	92.1	6.3
25	2-乙酰基吡啶	0.16	0.10	0.263	103.0	2.6
			0.24	0.421	108.8	4.0
			0.49	0.677	105.5	2.2
26	2-乙酰基吡嗪	0.05	0.13	0.178	98.5	3.2
			0.30	0.364	104.7	3.2
			0.62	0.684	102.3	4.7
27	2-乙酰基吡咯	0.62	0.16	0.779	99.4	3.3
			0.39	1.025	103.8	4.4
			0.79	1.439	103.7	3.1
28	吡咯-2-甲醛	0.81	0.41	1.227	101.7	2.9
			0.97	1.826	104.7	2.5
			1.99	2.864	103.2	5.9
29	吡啶	2.01	0.26	2.249	91.9	2.2
			0.61	2.583	93.9	1.7
			1.25	3.201	95.3	1.2

表6 12种不同品牌卷烟主流烟气颗粒物中29种单环氮杂环化合物的含量

Table 6 Content of 29 kinds of monocyclic nitrogen-containing heterocyclic compounds in the particulate matter of mainstream cigarette smoke from 12 different cigarette brands

序号 No.	类别 Category	化合物 Compound	含量 Content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )											
			1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>	6 <sup>#</sup>	7 <sup>#</sup>	8 <sup>#</sup>	9 <sup>#</sup>	10 <sup>#</sup>	11 <sup>#</sup>	12 <sup>#</sup>
1	吡啶类	吡啶	0.46	0.55	1.29	2.17	2.06	2.46	2.66	2.79	3.63	4.40	4.09	4.85
2		2-甲基吡啶	0.21	0.23	0.52	0.90	0.85	0.97	1.01	1.12	1.29	1.61	1.60	1.81
3		2,6-二甲基吡啶	0.06	0.06	0.11	0.16	0.16	0.18	0.17	0.18	0.21	0.27	0.27	0.34
4		2-乙基吡啶	0.07	0.07	0.14	0.23	0.22	0.25	0.27	0.28	0.33	0.38	0.40	0.45
5		2-乙基-6-甲基吡啶	0.03	0.03	0.06	0.08	0.09	0.09	0.09	0.09	0.07	0.14	0.15	0.18
6		3-甲基吡啶	0.75	0.86	1.75	2.36	2.51	2.60	2.71	3.15	2.66	3.33	3.34	4.76
7		4-甲基吡啶	0.09	0.09	0.18	0.26	0.28	0.30	0.28	0.36	0.28	0.32	0.30	0.45
8		2,5-二甲基吡啶	0.11	0.11	0.21	0.29	0.29	0.32	0.30	0.34	0.32	0.39	0.40	0.54
9		2,4-二甲基吡啶	0.12	0.12	0.24	0.34	0.36	0.38	0.33	0.39	0.35	0.43	0.45	0.61
10		2,3-二甲基吡啶	0.04	0.08	0.14	0.19	0.19	0.21	0.25	0.27	0.22	0.25	0.27	0.35
11		2,4,6-三甲基吡啶	0.07	0.07	0.17	0.22	0.29	0.30	0.09	0.09	0.27	0.37	0.37	0.51
12		3-乙基吡啶	0.23	0.26	0.49	0.60	0.63	0.62	0.71	0.78	0.67	0.71	0.78	1.21
13		4-乙基吡啶	0.03	0.03	0.06	0.07	0.08	0.09	0.11	0.13	0.09	0.08	0.09	0.12
14		2-乙酰基吡啶	0.08	0.09	0.13	0.17	0.16	0.18	0.20	0.23	0.18	0.19	0.23	0.28

续表

序号 No.	类别 Category	化合物 Compound	含量 Content/( $\mu\text{g}/\text{cig}$ )												
			1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>	5 <sup>#</sup>	6 <sup>#</sup>	7 <sup>#</sup>	8 <sup>#</sup>	9 <sup>#</sup>	10 <sup>#</sup>	11 <sup>#</sup>	12 <sup>#</sup>	
15	吡嗪类	吡嗪	0.05	0.06	0.09	0.13	0.13	0.17	0.16	0.17	0.21	0.22	0.24	0.25	
16		2-甲基吡嗪	0.10	0.16	0.25	0.53	0.46	0.57	0.61	0.69	0.68	0.70	0.83	0.75	
17		2,5-二甲基吡嗪	0.03	0.04	0.05	0.08	0.07	0.08	0.18	0.18	0.09	0.10	0.13	0.10	
18		2,6-二甲基吡嗪	0.07	0.10	0.12	0.21	0.19	0.20	0.24	0.24	0.27	0.28	0.39	0.30	
19		2-乙基吡嗪	0.02	0.03	0.04	0.07	0.06	0.07	0.09	0.10	0.09	0.08	0.10	0.10	
20		2,3-二甲基吡嗪	0.04	0.05	0.05	0.08	0.08	0.08	0.06	0.07	0.09	0.10	0.12	0.11	
21		2,3,5-三甲基吡嗪	0.03	0.04	0.05	0.08	0.08	0.07	0.08	0.08	0.10	0.10	0.15	0.12	
22		2-乙基-3-甲基吡嗪	0.03	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03	0.05	0.05	0.03	0.02	0.03	0.03	
23		四甲基吡嗪	0.01	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03	
24		2-乙酰基吡嗪	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.06	0.07	0.04	0.04	0.05	0.05	
25		吡咯类	吡咯	0.16	0.27	0.20	0.28	0.56	0.54	0.44	0.38	0.33	0.46	1.35	1.10
26			2-乙酰基吡咯	0.20	0.28	0.43	0.58	0.62	0.62	0.80	0.72	0.67	0.71	0.80	0.92
27			吡咯-2-甲醛	0.30	0.34	0.6	0.64	0.81	0.90	0.93	1.15	0.60	0.71	0.87	1.50
28		其他	噻唑	0.04	0.04	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.07	0.07	0.07	0.08
29	吡啶		0.91	1.10	1.03	1.59	2.01	1.83	2.10	2.85	1.28	1.63	2.59	3.03	
总量			4.38	5.26	8.55	12.47	13.4	14.24	15.07	17.04	15.15	18.12	20.50	24.93	

相关。从释放总量来看,细支烟释放总量最小,中支烟次之,粗支烟最大;29种成分中,吡啶类约占释放总量的60%,吡咯类约占15%,吡嗪类约占10%,其他类约占15%,示于图4。从单个成分释放量来看,每种品牌卷烟主流烟气气相物中释放量相对较高的主要有吡啶、2-甲基吡啶、2-甲基吡嗪、3-甲基吡啶、2,5-二甲基吡啶、2,4-二甲基吡啶、3-乙基吡啶、吡咯、2-乙酰基吡咯、吡咯-2-甲醛和吡啶,约占释放总量的80%。

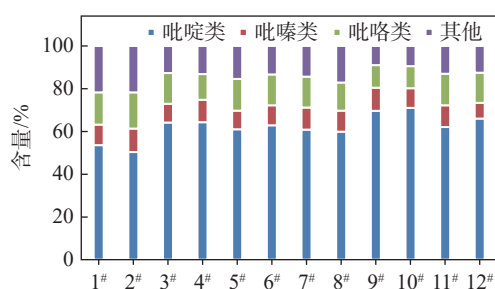


图4 实际样品测定结果

Fig. 4 Results of the actual samples

### 3 结论

本研究建立了超声溶剂萃取-GC-MS/MS法同时测定卷烟主流烟气气相物中吡啶类、吡嗪类、吡咯类等29种挥发性、半挥发性单环氮杂

环类成分。通过优化前处理、色谱和质谱条件及方法验证,本方法的重复性和回收率较好,适用于不同类型卷烟主流烟气气相物中挥发性、半挥发性单环氮杂环类成分的定量测定,可为烟叶内在质量评价、香精香料风味特征评价、卷烟风格特征评价及卷烟材料设计优化提供技术支持。

### 参考文献:

- [1] RODGMAN A, PERFETTI T A. The chemical components of tobacco and tobacco smoke second edition[M]. Taylor & Francis Group LLC, 2013.
- [2] SCHMELTZ I, HOFFMANN D. Nitrogen-containing compounds in tobacco and tobacco smoke[J]. *Chemical Reviews*, 1977, 77(3): 295-311.
- [3] 朱龙杰, 张华, 吴洋, 陈晶波, 曹毅, 廖惠云, 王瑞, 朱怀远, 沈晓晨, 毛淑蕊. 碱性体系下美拉德反应产物中关键香味成分的种类及质量分数[J]. *烟草科技*, 2020, 53(6): 41-47, 80.  
ZHU Longjie, ZHANG Hua, WU Yang, CHEN Jingbo, CAO Yi, LIAO Huiyun, WANG Rui, ZHU Huaiyuan, SHEN Xiaochen, MAO Shurui. Types and contents of key aroma components produced by alkaline Maillard reaction[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2020, 53(6): 41-47, 80(in Chinese).

- [4] LIAO S, CHENG X, ZHU L, XU J, JIANG J, WANG S. Revealing the mechanism of nicotine pyrolysis: insights from DFT calculations[J]. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 2023, 176: 106-245.
- [5] 刘正聪, 陆舍铭, 高茜, 招云芳, 温亚东, 朱瑞芝, 任卓英, 缪明明. PY/GC-MS 法研究烟碱热裂解产物[J]. *精细化工*, 2009, 26(5): 480-484.
- LIU Zhengcong, LU Sheming, GAO Qian, ZHAO Yunfang, WEN Yadong, ZHU Ruizhi, REN Zhuoying, MIAO Mingming. Investigation of the pyrolysis products of nicotine by PY/GC-MS[J]. *Fine Chemicals*, 2009, 26(5): 480-484(in Chinese).
- [6] 王瑶, 康世平, 张萌萌, 张凤侠, 何媛, 孙赵麟, 彭军仓, 吴成春, 孟任祥. 烤烟烟丝在不同热解温度下半挥发性产物的变化趋势研究[J]. *分析仪器*, 2020(6): 127-132.
- WANG Yao, KANG Shiping, ZHANG Mengmeng, ZHANG Fengxia, HE Yuan, SUN Zhaolin, PENG Juncang, WU Chengchun, MENG Qianxiang. Study on the trend of semi volatile products of tobacco at different pyrolysis temperatures[J]. *Analytical Instrumentation*, 2020(6): 127-132(in Chinese).
- [7] 李巧灵, 刘江生, 邓小华, 黄朝章, 苏明亮, 许寒春, 李跃锋, 谢卫, 蔡国华. 烟草热解燃烧过程香味成分的释放变化[J]. *烟草科技*, 2014, 47(11): 62-66.
- LI Qiaoling, LIU Jiangsheng, DENG Xiaohua, HUANG Chaozhang, SU Mingliang, XU Hanchun, LI Yuefeng, XIE Wei, CAI Guohua. Changes of aroma component released in process of tobacco pyrolysis and combustion[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2014, 47(11): 62-66(in Chinese).
- [8] 董宁宁. 不同温度条件下卷烟的热裂解 GC/MS 研究[J]. *质谱学报*, 2003, 24(1): 283-286.
- DONG Ningning. Pyrolysis research on cigarette at different temperatures by GC/MS[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2003, 24(1): 283-286(in Chinese).
- [9] 陈芝飞, 杨峰, 齐海英, 刘强, 郜海民, 郝辉, 孙志涛, 陈顺辉, 蔡莉莉, 芦昶彤, 席高磊, 张俊岭. 1-L-色氨酸-1-脱氧-D-果糖的合成及其热裂解[J]. *中国烟草学报*, 2017, 23(6): 1-10.
- CHEN Zhifei, YANG Feng, QI Haiying, LIU Qiang, GAO Haimin, HAO Hui, SUN Zhitao, CHEN Shunhui, CAI Lili, LU Changtong, XI Gaolei, ZHANG Junling. Synthesis and pyrolysis of 1-L-tryptophan-1-deoxy-D-fructose[J]. *Acta Tabacaria Sinica*, 2017, 23(6): 1-10(in Chinese).
- [10] 张士怡, 李瑞, 张豫丹, 来苗, 赵铭钦. 两种 Amadori 衍生物的合成及其热降解产物研究[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(17): 69-78.
- ZHANG Shiyi, LI Rui, ZHANG Yudan, LAI Miao, ZHAO Mingqin. Synthesis and thermal degradation products of two amadori derivatives[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2019, 40(17): 69-78(in Chinese).
- [11] 陈芝飞, 杨靖, 马宇平, 孙志涛, 蔡莉莉, 郝辉, 贾春晓, 李成刚, 郑峰洋, 毛多斌. 基于活性阈值的卷烟烟气中重要碱性香气成分剖析[J]. *烟草科技*, 2017, 50(3): 39-46.
- CHEN Zhifei, YANG Jing, MA Yuping, SUN Zhitao, CAI Lili, HAO Hui, JIA Chunxiao, LI Chenggang, ZHENG Fengyang, MAO Duobin. Activity threshold analysis of important basic aroma components in cigarette smoke[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2017, 50(3): 39-46(in Chinese).
- [12] 胡建军, 周冀衡, 李文伟, 冯晓民. 烤烟香味成分与其感官质量的典型相关分析[J]. *烟草科技*, 2007, 40(3): 9-15, 22.
- HU Jianjun, ZHOU Jiheng, LI Wenwei, FENG Xiaomin. Canonical correlation between flavor components and smoking quality of flue-cured tobacco[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2007, 40(3): 9-15, 22(in Chinese).
- [13] 王维生, 谈宇, 李钢, 郑赛晶, 刘百战. 应用 GC/AED 技术分离检测主流烟气颗粒物中含氮成分[J]. *广西大学学报(自然科学版)*, 2013, 38(3): 544-549.
- WANG Weisheng, TAN Yu, LI Gang, ZHENG Saijing, LIU Baizhan. Application of GC/AED for the isolation and determination of compounds containing N element in particulate matter of mainstream smoke[J]. *Journal of Guangxi University (Natural Science Edition)*, 2013, 38(3): 544-549(in Chinese).
- [14] 崔韬, 何书杰, 毛多斌. 不同类型烟叶中碱性香味成分的分析研究[J]. *农产品加工(学刊)*, 2011(4): 83-85.
- CUI Tao, HE Shujie, MAO Duobin. Analysis of alkaline aroma components in different types of tobacco leaves[J]. *Academic Periodical of Farm Products Processing*, 2011(4): 83-85(in Chinese).
- [15] 李俊杰, 周妍, 焦亮, 戚大伟, 费婷, 吴达, 刘百战. 顶空-程序升温气相-气相色谱-氮化学发光检测器/质谱法测定雪茄烟叶中 13 种碱性香味化合物的含量[J]. *理化检验-化学分册*, 2024, 60(11): 1 085-1 092.
- LI Junjie, ZHOU Yan, JIAO Liang, QI Dawei, FEI Ting, WU Da, LIU Baizhan. Determination of 13 alkaline aromatic compounds in cigar tobacco leaves by gas chromatography-nitrogen chemiluminescence detector/mass

- spectrometry with headspace-programmable temperature vaporizing[J]. *Physical Testing and Chemical Analysis (Part B (Chemical Analysis))*, 2024, 60(11): 1 085-1 092 (in Chinese).
- [16] 邓其馨, 苏明亮, 黄延俊, 林艳, 谢卫, 刘泽春, 谢复炜, 聂聪, 刘惠民, 谢剑平. 不同滤嘴通风中细支卷烟烟气主要中性和碱性香味成分逐口释放规律[J]. *中国烟草学报*, 2022, 28(1): 17-26.
- DENG Qixin, SU Mingliang, HUANG Yanjun, LIN Yan, XIE Wei, LIU Zechun, XIE Fuwei, NIE Cong, LIU Huimin, XIE Jianping. Puff-by-puff release of main neutral and alkaline aromatic components in slim and medium-sized cigarettes smoke from different filter ventilation[J]. *Acta Tabacaria Sinica*, 2022, 28(1): 17-26(in Chinese).
- [17] 朱先约, 崔迟, 谢玉龙, 李星亮, 蔡君兰, 李怀奇, 花蕾, 谭涛, 王洪波, 张晓兵, 翟玉俊, 彭桂新. 滤嘴通风对卷烟主流烟气主要氮杂环类碱性香味成分释放量的影响[J]. *烟草科技*, 2019, 52(8): 52-59.
- ZHU Xianyue, CUI Chi, XIE Yulong, LI Xingliang, CAI Junlan, LI Huaiqi, HUA Lei, TAN Tao, WANG Hongbo, ZHANG Xiaobing, ZHAI Yujun, PENG Guixin. Effects of filter ventilation on releases of major nitrogen-containing heterocyclic basic aroma components in mainstream cigarette smoke[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2019, 52(8): 52-59(in Chinese).
- [18] 纪旭东, 何山, 赵赛月, 田数, 陈晨, 李力群, 郭春生, 张峻松. 不同风格类型卷烟碱性香味成分差异化研究[J]. *西南农业学报*, 2020, 33(3): 651-657.
- JI Xudong, HE Shan, ZHAO Saiyue, TIAN Shu, CHEN Chen, LI Liqun, GUO Chunsheng, ZHANG Junsong. Differentiation of alkaline aroma components in cigarettes of different styles and types[J]. *Southwest China Journal of Agricultural Sciences*, 2020, 33(3): 651-657(in Chinese).
- [19] 耿永勤, 蒋次清, 李忠. 气相-选择离子监测-质谱法测定卷烟主流烟气中碱性成分[J]. *质谱学报*, 2007, 28(3): 141-147.
- GENG Yongqin, JIANG Ciqing, LI Zhong. Determination of basic compounds in main-stream smoke by GC-SIM-MS[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2007, 28(3): 141-147(in Chinese).
- [20] 黄兰, 徐迎波, 田振峰, 李鲁, 朱栋梁, 朱晓兰. 气相色谱-质谱/选择离子监测法分析烟草中的重要香味物质[J]. *烟草科技*, 2012, 45(1): 34-42.
- HUANG Lan, XU Yingbo, TIAN Zhenfeng, LI Lu, ZHU Dongliang, ZHU Xiaolan. Analysis of important aroma components in tobacco by GC-MS with selective ion mode[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2012, 45(1): 34-42(in Chinese).
- [21] LU X, ZHAO M, KONG H, CAI J, WU J, WU M, HUA R, LIU J, XU G. Characterization of cigarette smoke condensates by comprehensive two-dimensional gas chromatography/time-of-flight mass spectrometry (GC×GC/TOFMS). Part 2: basic fraction[J]. *Journal of Separation Science*, 2004, 27(1/2): 101-109.
- [22] YAMINI Y, SEIDI S, POURALI A, REZAZADEH M. Electrical field-stimulated liquid-phase microextraction for trace analysis of pyridine and its derivatives in cigarette extract[J]. *Journal of the Iranian Chemical Society*, 2015, 12(3): 503-511.
- [23] SAHA S, MISTRI R, RAY B C. Determination of pyridine, 2-picoline, 4-picoline and quinoline from mainstream cigarette smoke by solid-phase extraction liquid chromatography/electrospray ionization tandem mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography A*, 2010, 1 217(3): 307-311.
- [24] 孙世豪, 谢剑平, 宗永立, 郭寅龙. 主流烟气中碱性成分的LPME/MALDI-FTMS分析[J]. *烟草科技*, 2007, 40(11): 54-58.
- SUN Shihao, XIE Jianping, ZONG Yongli, GUO Yinlong. Analysis of basic components in mainstream cigarette smoke with LPME/MALDI-FTMS[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2007, 40(11): 54-58(in Chinese).
- [25] 陈晓水, 侯宏卫, 边照阳, 唐纲岭, 胡清源. 气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)的应用研究进展[J]. *质谱学报*, 2013, 34(5): 308-320.
- CHEN Xiaoshui, HOU Hongwei, BIAN Zhaoyang, TANG Gangling, HU Qingyuan. Research progress on application of GC-MS/MS[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2013, 34(5): 308-320(in Chinese).
- [26] 郭琼, 王晓瑜, 潘立宁, 杨乾栩, 谢复炜, 郭吉兆, 刘惠民, 陈满堂, 朱保昆, 张伟. GC-MS/MS法分析不同规格卷烟主流烟气醛酮类成分释放量[J]. *烟草科技*, 2022, 55(1): 56-69.
- GUO Qiong, WANG Xiaoyu, PAN Lining, YANG Qianxu, XIE Fuwei, GUO Jizhao, LIU Huimin, CHEN Mantang, ZHU Baokun, ZHANG Wei. Effects of cigarette size on releases of aldehydes and ketones in mainstream smoke analyzed by GC-MS/MS[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2022, 55(1): 56-69(in Chinese).
- [27] 刘洋, 顾丽莉, 蔡洁云, 杨发容, 李伟雪, 王惠平, 顾健龙. GC-MS/MS同时测定加热卷烟烟气中的酮类香味成分[J]. *质谱学报*, 2024, 45(3): 447-456.

- LIU Yang, GU Lili, CAI Jieyun, YANG Farong, LI Weixue, WANG Huiping, GU Jianlong. Simultaneously determination of the ketone flavor composition in the heated tobacco product by GC-MS/MS[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2024, 45(3): 447-456 (in Chinese).
- [28] 任宗灿, 陈黎, 史天彩, 王晓瑜, 崔华鹏, 谢复炜, 刘惠民. 非极性柱下保留指数结合 GC-MS/MS 分析烟草香味成分[J]. *烟草科技*, 2020, 53(8): 24-35.  
REN Zongcan, CHEN Li, SHI Tiancai, WANG Xiaoyu, CUI Huapeng, XIE Fuwei, LIU Huimin. Analysis of aroma components in tobacco by GC-MS/MS with non-polar column based on retention index[J]. *Tobacco Science & Technology*, 2020, 53(8): 24-35(in Chinese).
- [29] 郑阳, 许秀丽, 纪顺利, 袁飞, 黄志强, 杨丙成, 张峰. 固相萃取结合气相色谱-串联质谱法测定烟草制品中 23 种酯类香料[J]. *色谱*, 2016, 34(5): 512-519.  
ZHENG Yang, XU Xiuli, JI Shunli, YUAN Fei, HUANG Zhiqiang, YANG Bingcheng, ZHANG Feng. Analysis of 23 esters of flavor additive in tobacco products by gas chromatography-tandem mass spectrometry coupled with solid-phase extraction[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2016, 34(5): 512-519(in Chinese).
- [30] 窦思颖, 张华, 刘琪, 沈海峰, 张媛, 朱怀远, 廖惠云, 姚忠. 基质溶剂校正结合高温离子源 GC-MS/MS 同时分析烟气中 16 种多环芳烃[J]. *质谱学报*, 2024, 45(4): 567-576.  
DOU Siying, ZHANG Hua, LIU Qi, SHEN Haifeng, ZHANG Yuan, ZHU Huaiyuan, LIAO Huiyun, YAO Zhong. Simultaneous analysis of 16 polycyclic aromatic hydrocarbons in cigarette smoke based on matrix solvent correction combined with high-temperature ion source GC-MS/MS[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2024, 45(4): 567-576(in Chinese).
- [31] 吴永良, 李燕垣, 彭云铁. 气相色谱-串联质谱法测定卷烟主流烟气中 7 种酚类化合物[J]. *质谱学报*, 2018, 39(3): 376-384.  
WU Yongliang, LI Yanyuan, PENG Yuntie. Determination of seven phenolic compounds in mainstream cigarette smoke by gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2018, 39(3): 376-384(in Chinese).
- [32] 姬厚伟, 张丽, 刘剑, 王芳, 满杰, 刘纳纳, 韩伟, 彭黔荣. 气相色谱-串联质谱法测定卷烟主流烟气中 8 种生物碱[J]. *中国烟草学报*, 2016, 22(6): 32-40.  
JI Houwei, ZHANG Li, LIU Jian, WANG Fang, MAN Jie, LIU Nana, HAN Wei, PENG Qianrong. Simultaneous determination of eight alkaloids in mainstream cigarette smoke by gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Acta Tabacaria Sinica*, 2016, 22(6): 32-40 (in Chinese).
- [33] 吴若昕, 肖晓明, 邢立霞, 马立超, 田志章, 李登科, 张春涛. 气相色谱-串联质谱法同时测定香精和烟草中 16 种致香成分[J]. *香料香精化妆品*, 2020(1): 9-15.  
WU Ruoxin, XIAO Xiaoming, XING Lixia, MA Lichao, TIAN Zhizhang, LI Dengke, ZHANG Chuntao. Simultaneous determination of sixteen aroma components in flavors and tobacco by gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *Flavour Fragrance Cosmetics*, 2020(1): 9-15(in Chinese).
- [34] GB/T 19609—2024 卷烟用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油[S]. 北京: 中国标准出版社, 2024.
- [35] GB/T 16450—2004 常规分析用吸烟机 定义和标准条件[S]. 北京: 中国标准出版社, 2005.
- [36] 钱建瑞, 张玉芬, 李晓伟, 武亚明, 张晓芳, 吴迪. GPC-QuEChERS-GC-MS/MS 法测定胡椒油树脂、胡椒精油中 4 种农药残留及其膳食风险评估[J]. *质谱学报*, 2025, 46(2): 233-241.  
QIAN Jianrui, ZHANG Yufen, LI Xiaowei, WU Yaming, ZHANG Xiaofang, WU Di. Determination of four pesticide residues in pepper oleoresin and pepper essential oil using GPC-QuEChERS-GC-MS/MS and dietary risk assessment[J]. *Journal of Chinese Mass Spectrometry Society*, 2025, 46(2): 233-241(in Chinese).
- [37] 夏寒, 仝凯旋, 朱浙辉, 谢瑜杰, 吴兴强, 常巧英, 张红医, 范春林, 陈辉. 一步式 QuEChERS-气相色谱-三重四极杆质谱法快速测定风干牦牛肉中 15 种 N-亚硝胺[J]. *色谱*, 2024, 42(5): 465-473.  
XIA Han, TONG Kaixuan, ZHU Zhehui, XIE Yujie, WU Xingqiang, CHANG Qiaoying, ZHANG Hongyi, FAN Chunlin, CHEN Hui. Rapid determination of 15 N-nitrosamines in air-dried yak meat using one-step QuEChERS-gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2024, 42(5): 465-473(in Chinese).

(收稿日期: 2025-07-28; 修回日期: 2025-09-17)