

烟草质量 安全分析

邱 军 孔凡玉 主编

中国农业科学技术出版社

非
外
借

烟草质量 安全分析

邱 军 孔凡玉 主编

中国农业科学技术出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

烟草质量安全分析 / 邱军, 孔凡玉主编. —北京: 中国农业科学技术出版社, 2017. 11

ISBN 978-7-5116-3366-8

I. ①烟… II. ①邱…②孔… III. ①烟草制品-产品质量-质量管理-安全管理 IV. ①TS47

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 307250 号

责任编辑 贺可香

责任校对 马广洋

出版者 中国农业科学技术出版社

北京市中关村南大街 12 号 邮编: 100081

电话 (010)82106638(编辑室) (010)82109702(发行部)
(010)82109709(读者服务部)

传真 (010)82106650

网址 <http://www.castp.cn>

经销者 各地新华书店

印刷者 北京建宏印刷有限公司

开本 710mm×1 000mm 1/16

印张 22.5

字数 450 千字

版次 2017 年 11 月第 1 版 2017 年 11 月第 1 次印刷

定价 58.00 元

— 版权所有 · 翻印必究 —

《烟草质量安全分析》

编 委 会

主 编 邱 军 孔凡玉

副主编 郭先锋 于卫松 曹建敏

编 者 (按姓氏笔画排序)

马 强	王大彬	王允白	王 勇
方 松	石红雁	宁 扬	冯长春
刘东阳	刘仕民	孙惠青	孙 鹏
肖 鹏	张义志	张继光	陈 旭
林樱楠	庞雪莉	徐辰生	徐 茜
鲁世军	管恩森	熊维亮	

内容简介

本书内容包括绪论和实验室基本操作与安全防护，烟草样品的采样和制样，烟叶物理特性、水分、灰分检测分析，烟草中糖类检测分析，烟草中含氮化合物与生物碱检测分析，烟草中色素检测分析，烟草有机酸及 pH 值检测分析，烟草中酚类物质检测分析，烟草不同溶剂提取物检测分析，烟草中致香物质检测分析，烟草中无机元素与重金属检测分析，烟草中农药残留检测分析，卷烟烟气检测分析等。

本书由长期从事烟草质量安全分析的专业技术人员编写，主要适用于从事烟草分析检测工作的专业人员和烟草生产的技术人员，也可作为高等院校相关专业学生的参考用书。

前 言

烟草的属性复杂而又独特，虽然在社会上处于不断的质疑之中，但仍合法地存在着。烟草质量安全问题作为烟草领域的重要命题，诸多科研工作者为之努力探索，越来越多的谜题被破解，人们的认识亦越来越清晰。烟草质量安全分析在这些工作中起到了重要的基础支撑作用，为许多问题的破解提供了科学依据，并快速发展成为烟草科研领域的一门基础学科。得益于现代分析技术尤其是色谱、波谱、质谱技术的飞速发展，烟草及烟气中化学物质的解析正变得日益精准而快速，许多以前不能解决的难题，如今在现代科技面前迎刃而解。可以说，现代科技是助力烟草质量安全学科发展的根本。

编者力求覆盖烟草质量安全分析领域现阶段的项目内容，在参阅大量文献及标准的基础上编写了本书，以求为相关技术人员提供较全面的参考，指导工农业生产。

编写过程中参阅了诸多专家的成果，在此致以衷心的感谢。

烟草质量安全分析学科目前处于飞速发展中，其内容也正不断地发展变化更新，由于作者水平有限，书中难免存在错误和不当之处，敬请读者指正。

编 者

目 录

第一章 绪论	(1)
第二章 实验室基本操作与安全防护	(6)
第一节 实验室基本操作	(6)
第二节 化学实验室的安全防护	(15)
第三章 烟草样品的采样和制样	(19)
第一节 田间试验烟草样品的采集和制备	(19)
第二节 成批烟草原料的抽样和制样	(23)
第三节 卷烟的抽样和制样	(28)
第四章 烟叶物理特性、水分、灰分检测分析	(31)
第一节 烟草物理特性检测	(31)
第二节 烟草水分检测	(50)
第三节 烟草灰分检测	(64)
第五章 烟叶中糖类检测分析	(69)
第一节 水溶性糖检测	(69)
第二节 单糖和双糖检测	(87)
第三节 淀粉检测	(98)
第四节 果胶检测：离子色谱法	(108)
第五节 纤维素和木质素检测：洗涤剂法	(114)
第六章 烟叶中含氮化合物与生物碱检测分析	(119)
第一节 烟叶中含氮化合物检测	(120)
第二节 烟草中生物碱检测	(147)
第七章 烟草中色素检测分析	(155)
第一节 烟草色素及其特点	(155)
第二节 烟草色素检测	(157)
第八章 烟草有机酸及 pH 值检测分析	(166)
第一节 有机酸检测	(166)
第二节 pH 值检测	(185)

第九章 烟草中酚类物质检测分析	(195)
第一节 烟草酚类的传统检测方法	(195)
第二节 烟草中主要多酚检测	(200)
第十章 烟草不同溶剂提取物检测分析	(205)
第一节 烟草中脂肪检测	(205)
第二节 烟草石油醚提取物检测	(208)
第三节 烟草中挥发油检测	(210)
第十一章 烟草中致香物质检测分析	(213)
第一节 烟草致香物质及其测定意义	(213)
第二节 烟草中游离态致香物质检测	(216)
第三节 烟草中糖苷结合态致香物质检测与分析	(227)
第十二章 烟草中无机元素与重金属检测分析	(232)
第一节 烟草中无机元素检测	(232)
第二节 烟草中重金属检测	(259)
第三节 烟草中无机阴离子检测	(267)
第十三章 烟草中农药残留检测分析	(270)
第一节 烟草中农药残留研究进展	(270)
第二节 烟草中农药残留检测	(273)
第十四章 卷烟烟气检测分析	(317)
第一节 烟气主要成分及其测定意义	(317)
第二节 卷烟主流烟气总粒相物及总粒相物中水分、烟碱检测	(320)
第三节 烟气主要有害成分检测	(326)
附录 A	(339)
附录 B	(343)
参考文献	(344)

第一章 绪 论

烟草作为一种特殊的经济作物，是世界上种植最广泛的商业性非食用作物，其属性复杂而又独特，世界上很难再有其他合法商品同烟草制品一样充满矛盾和争议。烟草及其制品是典型的嗜好性消费品，不是生活必需品，却拥有广大的消费人群及广泛的社会消费需求。烟草对人体健康有一定的影响，“吸烟有害健康”已成为社会的共识，但仍不影响其为众多消费者所喜好，成为部分人群的爱好的，甚至生活习惯。烟草就在这种矛盾和争议之中现实地存在着，其质量安全同其他商品相比具有自身鲜明的特点，必须在满足消费者需求的基础上，逐步降低对人体健康的危害。烟草及其制品的质量安全是一个复杂的综合性概念，包含外观质量、内在质量、物理特性和安全性等诸多方面，各方面质量指标的协调平衡程度决定着其使用价值，即可用性。过去相当长时期内，人们一般通过烟叶的外观特征，如颜色、油分等指标并结合感官评价（评吸）来评价其品质。在吸烟与健康问题被提出以后，烟草的安全性又引起了消费者的日益关注。现代科学技术的发展，为烟草质量安全的深入研究提供了有效手段及途径。目前，对烟草质量安全的科学评价已建立在系统性的全面检测分析基础之上，烟草质量安全分析作为一门重要的基础性学科应运而生。

一、烟草质量安全分析的作用

烟草质量安全分析是专门研究和评价烟草及其制品质量安全性的基础技术性学科，虽然在整个烟草学科中发展起步较晚，但学科的重要性日见加大，为烟草产业起到了有效支撑作用。烟草质量安全分析的任务是在物理、化学、生物等学科的基本理论指导下，综合运用现代科学技术，对烟草及其制品、烟气中的化学成分进行准确的定性、定量检测分析，研究有关成分的检测方法及技术，并分析探讨不同成分与烟草质量安全性的关系。

烟草质量安全分析为烟草原料的可用性评定、烟草产品的合格判定提供基础数据，保证了产品生产的规范性、严肃性，是烟草质量管理的重要手段，在烟草及其制品生产过程中起着监督控制的作用。在烟草实际生产过程中，针对不同的质量目标，其质量安全分析项目会有不同的需求，导致选择不同的质量安全分析内容。一般而言，烟草质量安全分析的过程共分为三步：首先是依据

待测样品的性质及检测的目的确定需开展检测的指标；然后根据相应选择乃至开发适宜的分析方法（若有标准则优先采用标准），根据仪器配备情况相对固化方法；最后才是对生产和加工过程中的原料、半成品或成品进行相关检测分析，并依据检测结果对烟草及其制品进行合格性判定。

烟草质量安全分析在学科领域方面从属于烟草化学，是烟草化学学科的延伸分支，它的重点主要在于检测技术，为烟草化学的发展提供技术支持。烟草和卷烟烟气的成分极其复杂，可称得上是“千变万化”，目前已鉴定出的化学成分达到 6 000 余种，根据化学性质的差异，大致可以分为碳水化合物、生物碱、烃、醇、醛酮、酚、有机酸、酯、氨基酸、甾醇、萜烯、酶和蛋白质、杂环、无机物及其他等。其中很多成分和释放物的数量极微，部分成分的存在甚至达到转瞬即逝的状态，处于极不稳定的变化中，而且各种成分之间相互影响、相互作用。因此，对分析工作者提出了高度的挑战，这些挑战的不断解决为不同学科的发展创造了良好机遇，推动了烟草学科的飞速进步。以烟草质量安全分析的结果为依据，可以检验科学研究和技术措施的有效性，以此来科学地指导烟草生产，并为工农业技术改进、新产品研发以及国家宏观决策提供科学依据。随着科学技术的不断进步与发展，烟草质量安全分析将为提高烟草及其制品质量安全水平发挥愈加重要的作用。

二、烟草质量安全分析的研究内容

烟草质量安全分析学科目前处于快速发展过程中，现阶段其主要研究内容包括：

（一）烟草及其制品化学成分的检测

包括糖类、含氮化合物、生物碱、色素、元素、致香物质等。

（二）烟草物理特性检测

包括烟叶平衡水分、厚度、叶面密度、填充值等。

（三）烟草有害物质检测

主要包括农药残留、重金属、烟草特有亚硝胺等。

（四）烟气分析

包括烟草主流烟气和侧流烟气有害成分检测。

（五）分析检测技术

发现烟草中未知化学成分，对不同化学成分的准确定性、定量分析技术，样品的预处理方法和技术，新型分析技术及仪器设备的引入、选择、优化、改进和研发等。

三、烟草质量安全分析的研究现状与发展方向

全面分析烟草和烟气的化学成分,锁定研究目标,是开展烟草质量安全分析工作的基础。由于烟草成分复杂,且许多物质含量极低并不断变化,使得准确定性和定量非常困难,对先进分析手段的需求十分迫切。目前,随着科学技术的迅猛发展,各种高灵敏度、高分辨率、高通量的仪器分析方法不断涌现,色谱、光谱、质谱等现代化分析检测技术已在烟草质量安全分析领域得到充分利用。比如气相色谱法、液相色谱法、离子色谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光度法、电化学方法等在均烟草质量安全分析中得到了广泛应用,尤其是仪器联用技术如气相色谱—质谱(GC-MS)、气相色谱—串联质谱(GC-MS/MS)、液相色谱—质谱(LC-MS)、液相色谱—串联质谱(LC-MS/MS)、电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)等的应用更是飞速推进,能够实现痕量级、结构及化学性质相似化学成分的有效分离并准确分析。样品前处理技术进一步发展,Quechers、基质分散固相萃取、分子印迹固相萃取、顶空共蒸馏、溶剂助蒸馏、固相萃取、固相微萃取、加速溶剂萃取、磁萃取、超临界萃取、微波萃取、微波消化以及微波辅助消化等新的前处理方式使烟草成分检测更简单、合理,使烟草质量安全检测技术向快速、灵敏、高效方向发展。

尤其需要指出的是,不同色谱及色谱联用技术广泛应用于烟草分析领域,许多已成为标准方法。气相色谱—热能分析法、液相色谱—质谱联用法成功应用于TSNAs的分析;高效液相色谱法应用于烟气中主要酚类化合物、羰基化合物、稠环芳烃等的分析;离子色谱法应用于烟草中单双糖及游离氨基酸、烟气中氨等的分析。全二维气相色谱飞行时间质谱仪、液相色谱飞行时间质谱仪、液相色谱核磁共振光谱联用仪等尖端仪器业已应用于烟草全组分分析,并逐渐承担起研究攻坚的职能。

目前,烟草质量安全分析领域取得了显著进步,但面对烟草及卷烟烟气中复杂的成分,尚有诸多问题没有得到解决,需要长期的不懈努力才可能得以解决。

着眼于长远,烟草质量安全分析的研究工作尚需在以下方向继续努力。

(一) 烟草及卷烟烟气的准确评价

目前仅通过其中的几个指标进行判定并不具有普遍意义,实用价值限定在一定范围,更多的是具有参考意义。因此,研究找出明确的烟草及其制品质量安全综合评价体系指标,是烟草质量安全分析研究的重点。

（二）分析检测技术的提升

以高效、低污染、低成本为前提，进一步研发高通量、高灵敏度、高选择性、多组分同时分析方法及仪器设备，实现分析检测的自动化和智能化是重要发展方向之一。

（三）烟草质量安全因子的迁移转化规律研究

目前烟草及其制品中有关农药残留、重金属等污染物的限量标准制订的依据主要来源和参考食品及农产品中的相关数据，对于烟草有害物质在烟气中的迁移转化等相关数据和特殊的摄入途径和暴露评估数据积累较少，相关标准的依据欠充分，因此以后这方面将有更多的研究，特别是研究农药残留、重金属在烟气转移率、活性成分结构和价态等方面的变化，并对这些变化进行准确评估。

（四）烟气中化学成分的进一步研究

目前，人们关注的卷烟烟气有害成分大都是性质相对稳定的，然而卷烟烟气是一种成分非常复杂的气溶胶混合物。在卷烟抽吸过程中，烟气中时刻发生着非常复杂的物理化学反应，该过程被称作烟气老化过程。在烟气老化过程中不仅有化学性质相对稳定的物质，还生成了大量的化学性质活泼不稳定的产物，如烷基自由基、烷过氧自由基、烷氧自由基、活性氧、活性氮等物质。现在越来越多的证据表明这些化合物进入人体后对健康的危害同样不可轻视，有的甚至比已知的有害成分危害更大。然而，由于这些物质性质活泼，寿命较短，并且在烟气中时刻处于动态变化中，而目前常规的分析技术无法对其进行直接在线快速测定，因而严重制约了对这类物质的研究。因此发展在线快速测定烟气中不稳定内源性有害成分的分析测定技术对于准确评价其潜在的安全风险意义重大，这也应该是今后烟气有害成分方面的研究热点和趋势。

（五）新型烟草制品质量安全风险评估

近年来，世界控烟形势日益严峻，对烟草的监管立法愈加严格，国内外市场竞争压力持续增大，导致了烟草公司寻求风险更低的烟草制品，世界各国烟草行业已把新一代烟草制品的研究开发和推向市场作为解决烟草行业未来发展的重要手段。主要有加热非燃烧型卷烟制品、无烟气烟草制品等几类。

新型烟草制品必然带来原料、加工工艺的深刻变化，特别是烟草有害物质成分随着不同的工艺要求，其变化规律和人体摄入途径等发生了较大变化，因此研究这些变化并进行科学评估是将来研究的重点。

（六）烟草功能成分综合利用

烟草作为一种模式植物，随着研究的逐渐深入，其中对人类有益的营养、

保健的功能成分研究也将成为未来的热点。利用烟草特有的化学成分，造福人类，具有广阔的开发前景。

目前，烟草全基因组序列已测定完成，进一步解析烟草营养、保健的功能基因和功能成分特征（抗氧化、降脂、降糖）及安全性特点；探索烟草功能成分在医药、保健上的应用中将会进一步深入；充分利用烟草内源有益活性成分，开发富含保健功能成分的新型烟草制品原料也将逐步展开。

第二章 实验室基本操作与安全防护

第一节 实验室基本操作

化学实验基本操作是指在进行化学实验时必须掌握的基本技能，例如，常用化学仪器的洗涤、安装和使用，仪器的洗涤、干燥，化学试剂的取用、称量和溶液配制等一系列操作方法，熟练掌握这些基本操作是学生安全进行化学实验和获得准确实验结果的保证。

一、实验室常用玻璃仪器用途及注意事项

由于实验室仪器品种繁多，用途广泛，形状各异，而且不同专业领域的分析实验室还要用到一些特殊的专用仪器，因此，很难将所有实验室仪器详细进行分类。表 2-1 列出了实验室一些常用仪器的主要用途和使用注意事项。

表 2-1 实验室常用仪器的主要用途和使用注意事项

名称	主要用途	使用注意事项
烧杯	配制溶液、溶解样品等	加热时应置于石棉网上，使其受热均匀，一般不可烧干
锥形瓶	加热处理试样和容量分析滴定	除有与上相同的要求外，磨口锥形瓶加热时要打开塞，非标准磨口要保持原配塞
平底烧瓶	加热及蒸馏液体	一般避免直火加热，隔石棉网或各种加热浴加热
圆底烧瓶	蒸馏；也可作少量气体发生反应器	一般避免直火加热，隔石棉网或各种加热浴加热
凯氏烧瓶	加热及蒸馏液体	一般避免直火加热，隔石棉网或各种加热浴加热，瓶口方向勿对向自己及他人
洗瓶	装纯化水洗涤仪器或装洗涤液洗涤沉淀	不可加热

(续表)

名 称	主要用途	使用注意事项
量筒、量杯	粗略地量取一定体积的液体用	不能加热, 不能在其中配制溶液, 不能在烘箱中烘烤, 操作时要沿壁加入或倒出溶液
容量瓶	配制准确体积的标准溶液或被测溶液	非标准的磨口塞要保持原配; 漏水的不能用; 不能在烘箱内烘烤, 不能用直火加热, 可水浴加热
滴定管	容量分析滴定操作; 分酸式、碱式	活塞要原配; 漏水的不能使用; 不能加热; 不能长期存放碱液; 碱式管不能放与橡皮作用的滴定液
移液管	准确地移取一定量的液体	不能加热; 上端和尖端不可磕破
刻度吸管	准确地移取各种不同量的液体	不能加热; 上端和尖端不可磕破
称量瓶	矮形用做测定干燥失重或在烘箱中烘干基准物; 高形用于称量准物、样品	烘烤时要打开磨口塞, 磨口塞要原配
试剂瓶: 细口瓶、广口瓶、下口瓶	细口瓶用于存放液体试剂; 广口瓶用于装固体试剂; 棕色瓶用于存放见光易分解的试剂	不能加热; 不能在瓶内配制在操作过程放出大量热量的溶液; 磨口塞要保持原配; 放碱液的瓶子应使用橡皮塞, 以免日久打不开
滴瓶	装需滴加的试剂	不能加热
漏斗	长颈漏斗用于定量分析, 过滤沉淀; 短颈漏斗用作一般过滤	不可直火加热, 玻璃漏斗可置于烘箱中烘干
比色管	比色、比浊分析	不可直火加热; 非标准磨口塞必须原配; 注意保持管壁透明, 不可用去污粉刷洗
冷凝管	用于冷却蒸馏出的液体	注意从下口进冷却水, 上口出水
研钵	研磨固体试剂及试样等用; 不能研磨与玻璃作用的物质	不能撞击; 不能烘烤
干燥器	保持烘干或灼烧过的物质的干燥; 也可干燥少量制备的产品	底部放变色硅胶或其他干燥剂, 盖磨口处涂适量凡士林; 不可将红热的物体放入, 放入热的物体后要不时开盖以免盖子跳起或冷却后打不开盖子

二、仪器的洗涤和干燥

化学实验中经常使用各种玻璃仪器和塑料器皿，如果使用不干净的仪器进行实验，往往由于污物和杂质的存在，导致较大的误差。因此实验用器皿的清洗工作是十分重要的基本操作，是做好实验的前提及实验成败的关键之一。

（一）仪器的洗涤

洗涤仪器方法很多，要根据实验的要求，污染物的性质和沾污的程度选用。

1. 用水冲洗和用水刷洗（用毛刷刷洗）

这是最常用的洗涤方法，它既可以使可溶物溶去，也可以使附在器壁上的尘土和不溶物脱落下来，但此法往往洗不去油污和有机物。

2. 用肥皂、合成洗涤剂、去污粉等洗刷

用这种方法一般可以除去油污和有机物而把仪器洗得很干净。

3. 用铬酸洗液洗

铬酸洗液是由等体积的浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液配制而成，呈棕褐色，具有很强的氧化性，对油污和有机物去除能力很强。铬酸洗液洗涤范围是：油污、有机物，对某些要求洁净程度高的玻璃器皿以及某些口小、管细不便于用毛刷刷洗，而且对洁净程度要求又较高的玻璃仪器。洗涤方法一般是往仪器里加入少量洗液，使仪器倾斜着慢慢转动，让仪器内壁全部为洗液润湿。转几圈后，把洗液倒回原瓶。若仪器沾污厉害，也可以把仪器内注满洗液进行较长时间的浸泡，用热的洗液洗涤效果更佳。

使用洗液时一定要注意安全，不要让洗液灼伤皮肤或溅到衣物上。为避免浪费和减少安全隐患，能用别的方法洗净仪器的就不必用铬酸洗涤。洗液的吸水性很强，应随时把装洗液的瓶子盖严，以防吸水降低去污能力。当洗液变为绿色时（重铬酸钾还原成硫酸铬的颜色，即铬离子的颜色）就失去了去污能力，不能继续使用了。

4. 特殊对症洗涤

应根据粘在器壁上物质的性质对症下药。采取适当的药品来处理它。例如：粘在器壁上的二氧化锰用浓盐酸处理时就很容易除去，银镜反应后的试管用稀硝酸等。

在洗涤仪器时应注意以下几点：

（1）盛有反应物的仪器一定要把反应物倒出后再洗涤。

（2）灼热的玻璃仪器应冷却至室温后，再洗涤以防炸裂。

（3）较冷的玻璃仪器不要直接用较热的水或洗液洗涤以防炸裂，应置于

室温中平衡后再洗涤。

(4) 洗涤时一般是先用水冲洗，若达不到要求再用别的方法洗涤。

(5) 不论用哪种方法洗涤，最后都要用水冲洗干净。必要时最后用蒸馏水冲洗2~3次。

(6) 凡是已洗净的仪器，不能再布或纸去擦，以免布、纸的纤维留在器壁上沾污仪器。

用蒸馏水冲洗仪器的原则是：“少量多次”。洗涤玻璃仪器洗净的标志是：器壁上不应附着不溶物或油污。加水于仪器中把水倾出后容器内壁能被水均匀地润湿（均匀地附着一层水膜），而无水的条纹和不挂水珠。

(二) 仪器的干燥

实验中使用的仪器应在清洗完毕后进行干燥，不同实验对仪器的干燥有不同的要求，应根据不同要求进行干燥，实验室常用的干燥方式主要有以下几种。

1. 晾干

不急等用的仪器，可在蒸馏水冲洗后在无尘处倒置，控去水分，自然干燥。

2. 烘干

洗净的仪器控去水分后，可置于烘箱内烘干，烘箱温度通常设为105~110℃，烘1h左右，也可放在红外灯干燥箱中烘干，此法适用于一般玻璃仪器，量器不可放于烘箱中烘干。

3. 热（冷）风吹干

对于急于干燥的仪器或不适于放入烘箱的较大的仪器可用吹干的办法。通常用少量乙醇、丙酮（或最后再用乙醚）倒入已控去水分的仪器中摇洗，然后用鼓风干燥器或电吹风机吹干。

三、天平的规范使用

(一) 托盘天平使用注意事项

(1) 称量前天平要放平稳，游码放在刻度尺的零处，调节天平左右的平衡螺母，使天平平衡。

(2) 称量时把称量物放在左盘，砝码放在右盘。砝码要用镊子夹取，先加质量大的砝码，再加质量小的砝码。

(3) 称量干燥的固体药品应放在纸上称量。

(4) 易潮解、有腐蚀性的药品（如氢氧化钠），必须放在玻璃器皿里