

UPLC-MS/MS 法测定动物源性食品中 16 种非甾体消炎药残留量

方志娟¹, 李晓芹¹, 丁洪流², 何新叶¹, 金萍², 王伟^{1*}

(1. 苏州市食品检验检测中心, 江苏苏州 215104; 2. 苏州市产品质量监督检验院, 江苏苏州 215104)

摘要 [目的] 建立超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)定量检测动物源性食品中 16 种非甾体消炎类兽药残留量的方法。[方法] 样品用甲酸-水-乙腈混合溶液提取, 净化后经 C₁₈ 色谱柱分离, UPLC-MS/MS 法测定。[结果] 样品由基质匹配标准曲线进行定量, 所检测的 16 种非甾体消炎药在 1~200 ng/g 线性关系良好($R^2 > 0.995$)。分别添加 1 倍定量限、2 倍定量限和 10 倍定量限 3 个水平的混合标准溶液进行回收率试验, 各个浓度水平加标回收率在 70%~105%, 相对标准偏差(RSD)均在 15% 以下($n=6$)。[结论] 该方法简便、稳定、准确, 具有良好的重现性, 适用于测定动物源性食品中 16 种非甾体消炎类兽药残留量。

关键词 超高效液相色谱-串联质谱法; 非甾体消炎类药物; 动物源性食品; 兽药残留

中图分类号 TS207 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2021)21-0211-04

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2021.21.054

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Determination of 16 Non-steroidal Anti-inflammatory Veterinary Drugs Residues in Animal-origin Foods by UPLC-MS/MS

FANG Zhi-juan¹, LI Xiao-qin¹, DING Hong-liu² et al (1. Suzhou Institute for Food Control, Suzhou, Jiangsu 215104; 2. Suzhou Institute of Product Quality Supervision and Inspection, Suzhou, Jiangsu 215104)

Abstract [Objective] To establish a method for the quantitative determination of 16 non-steroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs) in animal-origin foods by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). [Method] The samples were extracted with a mixture of formic acid-water-acetonitrile. After purification, the samples were separated by C₁₈ column and quantitatively detected by UPLC-MS/MS. [Result] The samples were quantified by matrix matching standard curves. The 16 NSAIDs had good linear relationships in the range of 10~200 ng/mL ($R^2 > 0.995$). The mixed standard solutions of 1, 2 and 10 times of the limits of quantification (LOQ) were added respectively for the recovery experiments, the recovery rates of each concentration level were 70%~105%, and the relative standard deviation (RSD) were all less than 15% ($n=6$). [Conclusion] The method is simple, stable, accurate and reproducible. It is suitable for the determination of 16 NSAIDs in animal-origin foods.

Key words Ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS); Non-steroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs); Animal-origin foods; Veterinary drug residue

近年来, 兽药在养殖和畜牧业中使用的越来越广泛。动物源性食品中的兽药残留一方面会限制养殖和畜牧业的健康发展, 另一方面, 随着动物体内兽药的积累和对外排泄量的增多, 会对生态环境造成严重影响, 进一步还会对人类食品安全以及身体健康造成威胁^[1]。非甾体类消炎药(non-steroidal anti-inflammatory drugs, NSAIDs)具有抗炎、退热、止痛、抗风湿、抗凝效果^[2], 临床上主要用于风湿性疾病、心血管病、肿瘤类疾病和慢性疼痛等。每天全球约有 3 000 万人使用, 每年的处方量达 5 亿, 消耗量仅次于抗生素^[3-4]。在兽药领域主要用于猪、牛、羊等动物感染性疾病引起的发热及急性炎症反应, 其在动物源性食品中的过量残留会导致食用者发生高血压、心肌梗死、心力衰竭和心律失常等疾病^[5-6]。

由于频繁大量的使用、人与动物的排泄、污水处理技术的局限性以及废弃药物的不合理处置等因素, 未被完全吸收和利用的 NSAIDs 及其代谢物以多种途径最终进入水环境, 在地表水环境中频频检出。环境污染带来的危害不容小觑, 虽然其在水环境中的残留浓度很低只有微量级别, 但是因其有源源不断的输入源头, 导致其会给水环境中非靶向水产品带来潜在环境风险, 甚至通过食物链和食物网影响人类健

康。许多国家和地区规定了非甾体类药物的最大残留量。Izadi 等^[7]提出 NSAIDs 作为环境中被识别的新兴污染物, 引发了环境研究人员的关注, 需要对其检测技术方面进行广泛的研究。Marmon 等^[8]对 NSAIDs 混合物在环境中对鱼类构成的风险进行药理学信息预测, 认为长期接触这些化合物可能会对鱼类种群造成不可忽视的影响。NSAIDs 在我国还未引起重视, 现有关于 NSAIDs 的研究文献多集中在临床和环境领域, 作为常用兽药和水体中的污染物, 水产品中 NSAIDs 相关的暴露研究很少。食用农产品的抽检未见到 NSAIDs 药物, 相关的限量指标也不全面^[9], 缺少相关动物源性食品中 NSAIDs 问题率的数据, 为食品安全监管埋下了隐患, 亟待建立有效的动物源性食品中 NSAIDs 的检测方法。

液相色谱串联质谱技术结合了色谱和质谱的优点, 将色谱的高分离能力和质谱的高选择性、高灵敏度完美结合, 是近些年来水、土、动物源性食品等基质中多类兽药残留快速测定的首选方法^[10-17]。该研究建立同时检测动物源性食品中氟灭酸、萘酮苯丙酸、双水杨酸酯、卡洛芬、酮基布洛芬、托灭酸、美洛昔康、氟尼辛、甲灭酸、双氯芬酸、吡罗昔康、萘丁美酮、舒林酸、托麦汀、吡罗昔康、替诺昔康 16 种 NSAIDs 的高效液相色谱-串联质谱方法, 对前处理过程中样品提取溶剂中乙腈和甲酸比例进行优化, 并考察净化后的基质效应, 确定基质加标法消除基质效应对定量结果的影响, 以期健全食品检验检测体系, 强化食品安全监管、保障人民群众舌尖上的安全提供技术支撑。

基金项目 苏州市科技计划项目(SS2019039, SS202038)。

作者简介 方志娟(1987—), 女, 江苏南通人, 工程师, 硕士, 从事食品检测与质量管理工作。* 通信作者, 工程师, 硕士, 从事食品安全检测与分析工作。

收稿日期 2021-06-23

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂 甲醇(质谱级,德国默克公司);甲酸(色谱纯,美国TEDIA天地公司);乙腈(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);试验中水为实验室自制一级水。16种非甾体消炎药混标(天津阿尔塔科技有限公司)。Cleanert LipoNo 15 mL萃取管(博纳艾杰尔科技公司)。猪肉和鸡蛋等样品为苏州农贸市场随机购买。

1.2 仪器与设备 Waters UPLC I-Class QTRAP® 6500+超高效液相色谱-线性离子阱-三重四级杆质谱仪,配电喷雾离子源(美国AB SCIEX公司);RiOs™超纯水仪(美国密理博公司);N-EVAP氮吹仪(美国Organomation公司);数显型涡旋混合仪(德国IKA公司);Allegra X-30R高速冷冻离心机(美国贝克曼公司)。

1.3 试验方法

1.3.1 标准溶液的配制。准确移取100 μg/mL混合标准溶液1 mL,用甲醇定容至10 mL,配制成10 μg/mL混合标准储备液,存储于棕色储液瓶中,在-18℃保存。移取适量混合标准储备液,用甲醇定容,配制成100 ng/mL的混合标准工作溶液,现配现用。

1.3.2 样品前处理。准确称取均质后的试样2 g(精确至0.01 g),至50 mL带盖塑料离心管中,加入10 mL 0.5%甲酸-90%乙腈混合溶液,涡旋混匀1 min,超声2 min。在8 000 r/min的转速下离心3 min后,取3 mL上清液加入萃取管振摇1 min,在10 000 r/min的转速下离心5 min。取上清液2 mL,氮吹至近干,用初始流动相定容至0.5 mL后,供UPLC-MS/MS分析。需同时进行空白试验。

1.3.3 基质加标标准工作曲线。称取与试样基质相应的阴性样品(精确至0.01 g),加入适量的混合标准工作溶液,按照“1.3.2”方法,与试样一起进行提取和净化。

1.3.4 色谱条件。色谱柱为Kinetex F5 1.7 μm 100 Å, 100 mm×2.1 mm;柱温40℃,进样体积5 μL,流速0.40 mL/min。流动相A为0.1%甲酸水溶液,流动相B为乙腈。梯度洗脱条件见表1。

表1 液相梯度洗脱条件

Table 1 Liquid phase gradient elution conditions

时间 Time min	流速 Flow rate mL/min	流动相 A Mobile phase A/%	流动相 B Mobile phase B/%
0	0.40	97	3
1.0	0.40	97	3
1.5	0.40	85	15
9.5	0.40	25	75
10.0	0.40	5	95
12.5	0.40	5	95
12.7	0.40	97	3
15.0	0.40	97	3

1.3.5 质谱条件。电喷雾离子源正模式(ESI+),分段多反应监测(MRM)采集,扫描窗口60 s。雾化电压5 500 V(正),-4 500 V(负);气帘气206.8 kPa;离子源温度500℃;雾化气344.7 kPa;辅助加热气413.7 kPa。

16种非甾体消炎药各化合物的信息及保留时间(RT)、离子对(Q1/Q3)、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)等质谱参数见表2。

表2 16种非甾体消炎药各化合物信息及MRM质谱采集参数

Table 2 The compound information of 16 NSAIDs and the parameters collected by MRM mass spectrometry

序号 No.	名称 Name	CAS	保留时间 RT/min	离子对 Q1(m/z)	离子对 Q3(m/z)	去簇电压 DP/V	碰撞能量 CE/V
1	氟灭酸	530-78-9	7.75	282.2	264.0/167.0	40	24/55
2	茛酮苯丙酸	31842-01-0	5.27	282.2	236.0/218.0	85	28/43
3	双水杨酸酯	552-94-3	5.58	259.2	120.0/119.0	50	22/22
4	卡洛芬	53716-49-7	6.92	274.2	193.2/228.1	88	38/19
5	酮基布洛芬	22071-15-4	5.84	255.2	209.1/76.9	66	20/60
6	托灭酸	13710-19-5	7.69	262.2	244.1/209.0	40	21/38
7	美洛昔康	71125-38-7	6.02	352.1	115.0/141.0	50	24/26
8	氟尼辛	42461-84-7	5.68	297.1	279.1/264.0	45	32/45
9	甲灭酸	61-68-7	7.42	242.1	224.1/209.0	40	21/39
10	双氯芬酸	15307-86-5	6.89	296.2	215.0/250.1	32	26/19
11	吡罗昔康	36322-90-4	4.94	332.2	95.1/164.0	50	23/24
12	萘丁美酮	42924-53-8	6.97	229.1	171.1/128.2	40	23/53
13	舒林酸	38194-50-2	5.60	357.2	233.0/340.0	80	65/28
14	托麦汀	26171-23-3	5.57	258.2	119.1/91.0	60	24/51
15	吡罗美辛	53-86-1	7.13	358.2	139.0/111.0	60	27/70
16	替诺昔康	59804-37-4	3.81	338.2	121.1/78.0	80	26/80

2 结果与分析

2.1 仪器参数优化 质谱条件中的碰撞能量对离子丰度具有较大影响,对方法灵敏度有决定性作用。碰撞能量过高时,由母离子生成的碎片过多,子离子响应过低;碰撞能量过低时,不能生成所需的子离子^[18]。该试验通过针泵将标液注入离子源进行分析,得到母离子,同时优化去簇电压。对

母离子进行二级质谱扫描,得到碎片离子信息,选取2~3个响应较高且稳定的特征性子离子,同时优化碰撞能量。优化离子源温度、雾化电压、雾化气、气帘气、辅助加热气等条件,选取合适的质谱条件。

采用0.1%甲酸水-乙腈体系,以0.4 mL/min的流速梯度洗脱。优化流动相梯度,使16种化合物的保留时间尽量

分散。16 种非甾体消炎药 MRM 模式下总离子流如图 1 所示。

2.2 样品提取方法优化 乙腈是兽药残留检测中最常用的提取溶剂,能够提取出大多数的药物,同时引入更少的杂质^[19]。该试验研究了前处理中不同乙腈:水的比例(体积比)和不同甲酸含量对猪肉和鸡蛋样品中非甾体消炎药回收率的影响。试验分为 2 组,第 1 组提取溶剂中甲酸含量固定为 0.1%,乙腈含量分别设定为 70%、80%、90%,相应的回收率情况见图 2;第 2 组提取溶剂中乙腈:水溶液体积比固定不变为 8:2,甲酸含量分别设定为 0.1%、0.2%、0.5%,相应的回收率情况见图 3。

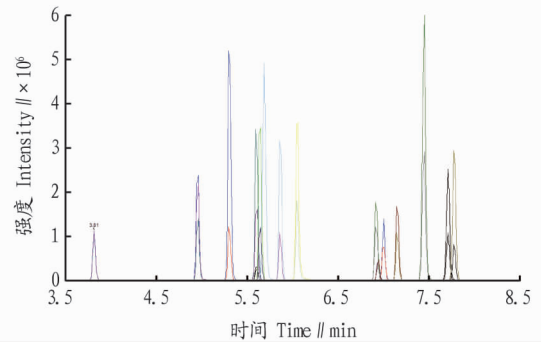


图 1 16 种非甾体消炎药 MRM 模式下总离子流图

Fig. 1 Total ion chromatograms of 16 NSAIDs at MRM mode

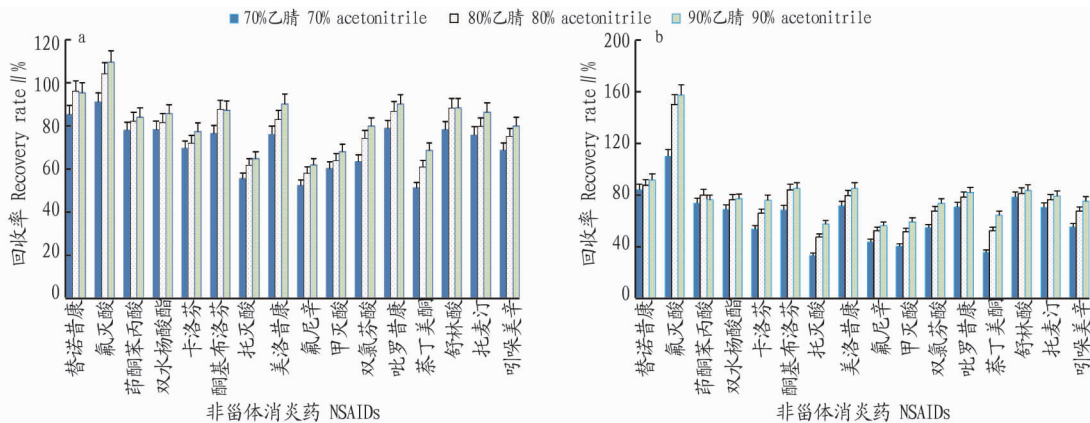


图 2 猪肉(a)和鸡蛋(b)样品提取溶剂中不同乙腈比例时 16 种非甾体消炎药回收率分布($n=6$)

Fig. 2 The recovery rate distribution of 16 NSAIDs in different proportions of acetonitrile in the extraction solvent of pork (a) and egg (b) samples

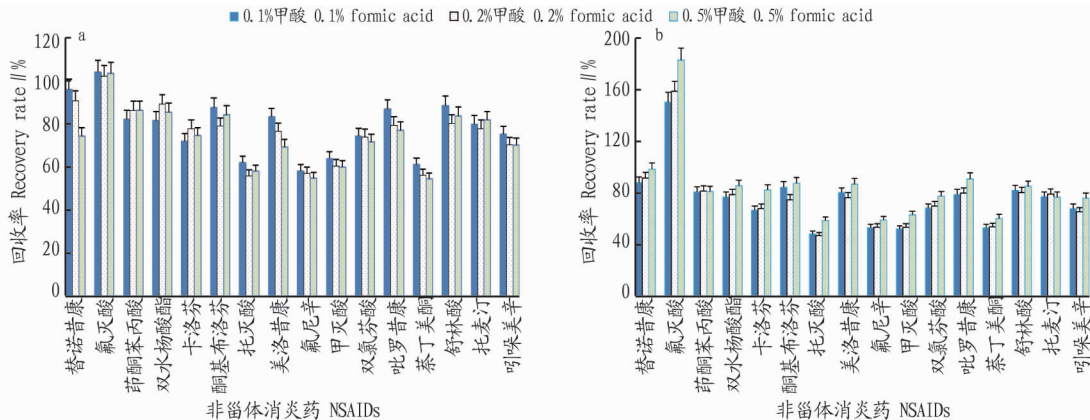


图 3 猪肉(a)和鸡蛋(b)样品提取溶剂中不同甲酸含量时 16 种非甾体消炎药回收率分布($n=6$)

Fig. 3 The recovery rate distribution of 16 NSAIDs in different formic acid contents in the extraction solvent of pork (a) and egg (b) samples

从图 2、3 可以看出,无论是猪肉还是鸡蛋样品中绝大多数非甾体消炎药在提取溶剂中乙腈:水的比例(体积比)为 9:1 时,回收率相对较高。可能是因为水相占比过高时,提取液容易混入更多的杂质,不利于净化。另外,猪肉样品中绝大多数非甾体消炎药选用 0.1% 甲酸前处理回收率相对更高;鸡蛋样品中绝大多数非甾体消炎药选用 0.5% 甲酸前处理回收率相对更高。因此建议猪肉样品选用 0.1% 甲酸-90% 乙腈溶液进行提取,鸡蛋样品选用 0.5% 甲酸-90% 乙腈溶液进行提取。

2.3 基质效应 基质效应普遍存在于质谱检测中。消除基质效应的方法比较多,如充分净化样品、用基质匹配标准曲线^[20-21]、用同位素做内标校正^[22]、加入分析保护剂^[23]等。该试验通过对猪肉和鸡蛋的空白基质匹配标准曲线与纯溶剂曲线进行比较分析,发现经过该试验方法前处理后,依然存在基质效应,尤其对氟尼辛、甲灭酸、萘丁美酮的影响较大。因此,该试验最终采用基质匹配标准曲线进行定量,即分别在猪肉和鸡蛋的空白基质中,添加一定浓度的标准溶液,经过前处理后进行测定,以此来消除基质效应对结果的影响。

2.4 方法学验证 以各目标物的定量离子的响应值为纵坐标(Y)、质量浓度为横坐标(X),绘制标准曲线,得到线性回归方程如表3所示。结果表明,16种非甾体消炎药在1~200 ng/mL线性关系良好($R^2 > 0.995$)。

在猪肉和鸡蛋中分别添加1倍定量限(2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$)、2倍

定量限(4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$)和10倍定量限(20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$)3个水平的混合标准溶液进行回收率试验,每个添加水平进行6次平行测定,具体见表3。结果表明,加标回收率在70%~105%,相对标准偏差(RSD)均在15%以下。

表3 16种非甾体药物残留的线性关系、定量限、回收率及相对标准偏差($n=6$)

Table 3 Linear relationship, quantification limit, recovery rate and relative standard deviation of 16 NSAIDs

序号 No.	化合物 Compound	回归方程 Linear relationship	线性系数 Linear coefficient (R^2)	定量限 LOQ $\mu\text{g}/\text{kg}$	加标量 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ Scalar addition 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$		加标量 4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ Scalar addition 4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$		加标量 20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ Scalar addition 20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$	
					回收率 %	RSD %	回收率 %	RSD %	回收率 %	RSD %
1	氟灭酸	$y = 405.305x + 121.814$	0.999 52	2.0	103.8	14.8	96.1	14.6	104.3	8.3
2	茛酮苯丙酸	$y = 738.661x + 313.780$	0.999 60	2.0	83.8	14.0	86.8	12.3	92.3	10.5
3	双水杨酸酯	$y = 50.839.5x + 33.191.4$	0.996 59	2.0	84.3	13.3	83.9	11.2	91.7	8.3
4	卡洛芬	$y = 46.868.6x + 25.317.1$	0.998 08	2.0	89.6	9.6	93.0	8.7	92.1	6.8
5	酮基布洛芬	$y = 395.515x + 354.867$	0.998 86	2.0	82.5	13.2	85.7	10.4	92.7	7.2
6	托灭酸	$y = 345.782x + 202.916$	0.999 70	2.0	70.5	12.0	72.4	11.5	81.9	9.8
7	美洛昔康	$y = 447.941x + 221.192$	0.997 87	2.0	84.5	8.7	81.4	8.1	86.8	6.2
8	氟尼辛	$y = 2.190.920x + 2.125.960$	0.995 92	2.0	77.9	9.6	78.3	10.8	78.2	7.8
9	甲灭酸	$y = 818.557x + 891.875$	0.998 67	2.0	76.4	9.7	77.7	11.0	87.8	9.3
10	双氯芬酸	$y = 207.354x + 245.405$	0.996 95	2.0	76.5	10.8	82.3	9.8	91.4	8.2
11	吡罗昔康	$y = 3.320.270x + 214.745$	0.997 72	2.0	88.8	11.3	85.9	10.7	90.3	8.4
12	萘丁美酮	$y = 441.782x + 238.674$	0.999 19	2.0	77.7	9.1	73.3	10.1	81.2	7.9
13	舒林酸	$y = 374.835x + 194.407$	0.999 70	2.0	85.2	13.2	86.3	8.4	93.5	7.6
14	托麦汀	$y = 527.064x + 530.711$	0.995 81	2.0	87.6	13.4	91.6	11.0	92.9	8.5
15	吡罗美辛	$y = 178.654x + 119.646$	0.998 67	2.0	87.3	12.4	90.6	12.6	95.3	8.7
16	替诺昔康	$y = 163.418x + 134.276$	0.997 81	2.0	98.1	10.3	93.4	8.2	96.2	6.6

2.5 实际样品的测定 该试验从苏州农贸市场购买了15批猪肉和15批鸡蛋样品,并用所建立的方法进行了检测,结果显示16种非甾体消炎药兽药残留全为未检出。接下来将扩大样本量,尤其是对水产类样品进行进一步筛查。除猪肉、鸡蛋样品中,该试验同时在鱼肉、虾肉和牛奶样品中进行加标,获得了较稳定的回收率。

3 结论与讨论

该研究通过对质谱条件、提取溶剂浓度等因素进行优化,采用基质匹配标准曲线减弱基质效应,建立了UPLC-MS/MS定量检测动物源性食品中16种非甾体消炎药残留量的方法。该方法前处理简单,具有较好的重现性、稳定性和准确度,为动物源性食品中16种非甾体消炎类兽药残留的检测提供了可靠的技术支持。

参考文献

- [1] 王俊菊,史艳艳,侯慧文.我国动物性食品中兽药残留的现状、问题及对策[J].中国动物保健,2021,23(3):5-7.
- [2] 梁先明,于雪梅,秦华.非甾体抗炎药的研究进展[J].中国兽药杂志,2005,39(5):36-42.
- [3] GWEE K A,GOH V,LIMA G,et al. Coprescribing proton-pump inhibitors with nonsteroidal anti-inflammatory drugs: Risks versus benefits[J]. J Pain Res,2018,11:361-374.
- [4] 赵欢欢,潘源虎,王湘如,等.兽用非甾体抗炎药的应用现状[J].动物医学进展,2020,41(2):114-119.
- [5] 陈晶燕,陈万勤,刘柱,等. HPLC-MS/MS法同时测定鸡肉中40种糖皮质激素和9种非甾体抗炎药物残留[J].质谱学报,2019,40(2):123-130.
- [6] 郝杰,姜洁,毛婷,等.分子印迹固相萃取超高效液相色谱串联质谱法测定猪肉及猪肝中14种非甾体抗炎药残留量[J].食品工业科技,2017,38(17):224-229.
- [7] IZADI P,IZADI P,SALEM R,et al. Non-steroidal anti-inflammatory drugs

in the environment: Where were we and how far we have come? [J]. Environ Pollut,2020,267:1-82.

- [8] MARMON P,OWEN S F,MARGIOTTA-CASALUCI L. Pharmacology-informed prediction of the risk posed to fish by mixtures of non-steroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs) in the environment[J/OL]. Environ Int,2021,146[2021-03-05]. https://doi.org/10.1016/j.envint.2020.106222.
- [9] 马利云.非甾体抗炎药的转化及残留检测研究[D].武汉:华中科技大学,2017.
- [10] LIANG S H,JIAN N G,CAO J K,et al. Rapid, simple and green solid phase extraction based on polyaniline nanofibers-mat for detecting non-steroidal anti-inflammatory drug residues in animal-origin food[J/OL]. Food Chem,2020,328[2021-03-05]. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127097.
- [11] LI R J,WU M C. High-throughput determination of 30 veterinary drug residues in milk powder by dispersive solid-phase extraction coupled with ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Food Anal Method,2017,10(11):3753-3762.
- [12] JANK L,MARTINS M T,ARSAND J B,et al. An LC-ESI-MS/MS method for residues of fluoroquinolones, sulfonamides, tetracyclines and trimethoprim in feedingstuffs: validation and surveillance[J]. Food Addit Contam: Part A,2018,35(10):1975-1989.
- [13] ZANG G D,FU J W,YANG Q Z,et al. Determination of three kinds of polyether drug residues in eggs by QuEChERS dSPE EMR-Lipid-LC/MS/MS[J]. Agri Biotech,2018,7(1):120-122.
- [14] KIM J,SUH J H,CHO H D,et al. Analytical method for fast screening and confirmation of multi-class veterinary drug residues in fish and shrimp by LC-MS/MS[J]. Food Addit Contam: Part A,2016,33(3):420-432.
- [15] VEACH B T,ANGLIN R,MUDALIGE T K,et al. Quantitation and confirmation of chloramphenicol, florfenicol, and nitrofurantoin metabolites in honey using LC-MS/MS[J]. J AOAC Int,2018,101(3):897-904.
- [16] YIN Z Q,CHAI T T,MU P Q,et al. Multi-residue determination of 210 drugs in pork by ultra-high-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. J Chromatogr A,2016,1463:49-59.
- [17] 李艳,徐欣然,吕晓峰,等.液相色谱-串联质谱测定鸡蛋中4种硝基咪唑类代谢残留[J].安徽农业科学,2019,47(24):199-201,229.

(下转第217页)

2.3 无机元素成分分析 烟支燃烧或者烟弹受加热产生的重金属离子主要以气溶胶的形式存在,抽吸过程中会进入人体,不利于人体的健康。从不同样品的气溶胶中主要几种重金属离子的检测数据(表5)可看出,除汞以外,4个低温烟草产品烟气中的5种重金属离子含量均明显低于10 mg传统卷烟(KB)。

表5 不同样品的气溶胶中无机元素含量

Table 5 Inorganic element content in aerosols of different samples

编号 No.	铬 Cr	镍 Ni	砷 As	镉 Cd	铅 Pb
C-1	1.9	—	1.3	4.2	—
C-2	4.4	5.3	1.4	—	1.9
M-1	5.8	15.1	2.1	—	2.8
M-2	5.8	15.1	2.1	—	2.8
KB	28.4	17.4	12.5	55.7	28.6

2.4 感官质量评价 由于加热不燃烧制品的发烟机理和结构形式均不同于传统卷烟,因此感官评价中增加了发烟量的评价指标,评价结果如表6所示,加热不燃烧制品与传统卷烟的感官抽吸主要区别于烟气量和烟香丰富性。

表6 不同样品的感官质量评价

Table 6 Sensory quality evaluation of different samples

编号 No.	发烟量 Amount of smoke	香气 Aroma	刺激性 Irritation	劲头 Strength	余味 Aftertaste
C-1	大	浓郁、丰富	微有	较强	干净
C-2	大	浓郁、略丰富	微有	中	干净
M-1	大	略丰富	较大	强	干净
M-2	大	较丰富	有	较强	干净
KB	大	饱满、丰富	较大	较强	尚干净

3 结论

传统卷烟的常规烟气释放物中焦油含量最高,而加热不燃烧制品的常规烟气释放物中水分含量最高;加热不燃烧制品烟气中的水分含量较传统卷烟有所提升,最高含量约为10 mg传统卷烟的1.79倍;加热不燃烧制品由于发烟段材料区别于传统卷烟的叶组,因此加热不燃烧样品的烟气烟碱含量低于传统10 mg卷烟,其中对照样品的常规烟气中烟碱占比为4.73%,而C-1和M-1烟碱占比分别为2.53%和2.90%,均低于10 mg传统卷烟;加热不燃烧制品的焦油释放量低于10 mg传统卷烟,其中C-1和M-2样品的焦油含量分别约为10 mg传统卷烟的20.00%和60.83%;低温烟草制品的危害性指数降低明显,其中C-2和M-2的危害指数分别为对照的17.09%和17.23%;加热不燃烧卷烟的5种重金属离子含量均明显低于10 mg传统卷烟;加热不燃烧卷烟与

传统卷烟的感官抽吸主要区别于烟气量和烟香丰富性。

参考文献

- [1] 张洪非,姜兴益,庞永强,等.两种抽吸模式下加热不燃烧卷烟主流烟气释放物分析[J].烟草科技,2018,51(9):40-48.
- [2] GONZALEZ-SUAREZ I, MARTIN F, MARESCOTTI D, et al. *In vitro* systems toxicology assessment of a candidate modified risk tobacco product shows reduced toxicity compared to that of a conventional cigarette [J]. Chemical research in toxicology, 2016, 29(1): 3-18.
- [3] SCHALLER J P, KELLER D, POGET L, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 2: Chemical composition, genotoxicity, cytotoxicity, and physical properties of the aerosol [J]. Regulatory toxicology & pharmacology, 2016, 81(S2): S27-S47.
- [4] WONG E T, KOHEL U, VELJKOVIC E, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 4: 90-Day OECD 413 rat inhalation study with systems toxicology endpoints demonstrates reduced exposure effects compared with cigarette smoke [J]. Regulatory toxicology & pharmacology, 2016, 81(S2): S59-S81.
- [5] OVIEDO A, LEBRUN S, KOHEL U, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 6: 90-Day OECD 413 rat inhalation study with systems toxicology endpoints demonstrates reduced exposure effects of a mentholated version compared with mentholated and non-mentholated cigarette smoke [J]. Regulatory toxicology & pharmacology, 2016, 81(S2): 93-122.
- [6] KOHEL U, TITZ B, SCHLAGE W K, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 7: Systems toxicological assessment of a mentholated version revealed reduced cellular and molecular exposure effects compared with mentholated and non-mentholated cigarette smoke [J]. Regulatory toxicology & pharmacology, 2016, 81(S2): S123-S138.
- [7] HAZIZA C, DE LA BOURDONNAYE G, SKIADA D, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 8: 5-Day randomized reduced exposure clinical study in Poland [J]. Regulatory toxicology & pharmacology, 2016, 81(S2): S139-S150.
- [8] MARTIN F, TALIKKA M, IVANOV N V, et al. Evaluation of the Tobacco Heating System 2.2. Part 9: Application of systems pharmacology to identify exposure response markers in peripheral blood of smokers switching to THS2.2 [J]. Regulatory toxicology & pharmacology 2016, 81(S2): S151-S161.
- [9] LÜDICKE F, PICAUVET P, BAKER G, et al. Effects of switching to the menthol tobacco heating system 2.2, smoking abstinence, or continued cigarette smoking on clinically relevant risk markers: A randomized, controlled, open-label, multicenter study in sequential confinement and ambulatory settings (Part 2) [J]. Nicotine & tobacco research, 2018, 20(2): 173-182.
- [10] OGDEN M W, MARANO K M, JONES B A, et al. Switching from usual brand cigarettes to a tobacco-heating cigarette or snus: Part 2. Biomarkers of exposure [J]. Biomarkers, 2015, 20(6/7): 391-403.
- [11] 胡启秀,蒋锦锋,赵继俊,等.卷烟抽吸模式研究现状概述[J].中国烟草学报,2013,19(3):98-102.
- [12] OGDEN M W, MARANO K M, JONES B A, et al. Switching from usual brand cigarettes to a tobacco-heating cigarette or snus: Part 3. Biomarkers of biological effect [J]. Biomarkers, 2015, 20(6/7): 404-410.
- [13] OGDEN M W, MARANO K M, JONES B A, et al. Switching from usual brand cigarettes to a tobacco-heating cigarette or snus: Part 1. Study design and methodology [J]. Biomarkers, 2015, 20(6/7): 382-390.
- [14] 于宏晓,赵砚棠,徐海涛,等.不同抽吸模式卷烟主流烟气中常规成分和某些有害成分释放研究[J].中国烟草科学,2012,33(5):90-92,103.
- [15] 谢剑平,刘惠民,朱茂祥,等.卷烟烟气危害性指数研究[J].烟草科技,2009(2):5-15.

(上接第214页)

- [18] 陈兴连,林涛,刘兴勇,等.超高效液相色谱-串联质谱法快速测定鱼和虾中多类禁、限用兽药残留[J].色谱,2020,38(5):538-546.
- [19] 熊春兰,郭平,占春瑞,等.高效液相色谱-串联质谱法同时测定水产品中8类38种兽药残留[J].分析测试学报,2013,32(2):193-198,204.
- [20] 王连珠,周昱,陈泳,等. QuEChERS 样品前处理-液相色谱-串联质谱法测定蔬菜中66种有机磷农药残留量方法评估[J].色谱,2012,30

(2):146-153.

- [21] 邱世婷,蒲凤琳,侯雪,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定9种绿叶类蔬菜中36种农药多残留的基质效应[J].农药学报,2018,20(5):661-667.
- [22] 邓晶晶,荀琰,耿昭,等.气相色谱-串联质谱法检测川产丹参中70种农药残留[J].农药学报,2020,22(5):847-856.
- [23] 许秀丽,赵海香,李礼,等.分析保护剂补偿基质效应-气相色谱-质谱法快速测定水果中40种农药残留[J].色谱,2012,30(3):267-272.