

接装纸中甜味剂的迁移机制

Study on migration mechanism of sweeteners in tipping paper

张 钦¹ 叶明樵¹ 王 娜¹ 王 磊²

ZHANG Qin¹ YE Ming-qiao¹ WANG Na¹ WANG Lei²

(1. 湖北中烟工业有限责任公司, 湖北 武汉 438401;

2. 湖北工业大学绿色轻工材料湖北省重点实验室, 湖北 武汉 430068)

(1. Hubei China Tobacco Industry Co., Ltd., Wuhan, Hubei 438401, China; 2. Hubei Provincial Key Laboratory of Light Industrial Materials, Hubei University of Technology, Wuhan, Hubei 430068, China)

摘要:目的:解决接装纸表面口感随时间减弱的卷烟加香技术难题。方法:基于超高效液相色谱建立了同时快速测定两种甜味剂的方法,对接装纸表面甜味剂的含量变化进行分析。采用诱导迁移试验分析甜味剂的迁移情况。利用扫描电镜、透气度测定仪和表面吸水量测定仪分析镀铝接装纸表面孔隙、透气度及表面吸水量。结果:诱导迁移试验表明接装纸中甜味剂由纸张表面逐渐向纸张内部迁移。扫描电镜、透气度测定仪和表面吸水量测定仪结果表明镀铝接装纸表面具有孔隙,因而透气度高且表面吸水能力强,因此甜味剂更容易在镀铝接装纸中迁移。诱导迁移42 d后,安赛蜜和糖精钠在接装纸中的迁移率分别为48.47%和49.65%。结论:镀铝接装纸表面存在的孔隙和裂缝,使其具备高透气度及较强吸水特性,且在接装纸两侧存在浓度差,因而有利于甜味剂的迁移。

关键词:接装纸;甜味剂;卷烟口感;液相色谱;迁移率

Abstract: Objective: This study aimed to solve the problem of cigarette flavoring technology that the surface taste of splicing paper weakens over time. **Methods:** A rapid method for the simultaneous determination of two kinds of sweeteners was established based on ultra-high-performance liquid chromatography (UHPLC). The change of the content of the sweetener on the surface of the tipping paper was analyzed, and the induced migration experiment was used to analyze the migration of sweeteners. The surface porosity, air permeability and surface water absorption of aluminized splice paper were analyzed by scanning electron

microscope, air permeability tester and surface water absorption tester. **Results:** A method for rapid determination of two kinds of sweeteners simultaneously was established by UHPLC. The results of induced migration experiment showed that the sweeteners in the tipping paper migrated from the surface to the inside of the paper gradually. The results of scanning electron microscope, air permeability tester and surface water absorption tester showed that pores distributed on the surface of the aluminized tipping paper, and the high air permeability thereby led to the surface water absorption capacity. Therefore, the sweetener migrated in the aluminized tipping paper. After 42 days of induced migration, the migration rates of acesulfame and saccharin sodium in the paper were 48.47% and 49.65%, respectively. **Conclusion:** The pores and cracks spreading on the surface of the aluminized tipping paper made it have high permeability and strong water absorption, and the concentration differences between the two sides of the paper resulted in a conducive migration of the sweeteners.

Keywords: pickup paper; sweetener; cigarette taste; liquid chromatography; migration rate

为了提升卷烟产品的品质及烟民抽烟时的味觉感官效果,通常会在烟用包装材料中进行加香处理。烟用包装材料使用的卷烟加香技术主要通过对不同部位进行加香处理来完成,例如烟丝、卷烟纸、滤嘴和接装纸等部位^[1-3]。其中,在接装纸上均匀涂布甜味剂是最常用的加香方式^[4-5]。甜味剂的使用可在不改变香烟原有风格的基础上,提升卷烟的品质,使卷烟有更好的口感^[6]。然而,随着存放时间的延长,接装纸表面的甜味剂含量会发生变化,从而影响卷烟的感官品质^[7]。在卷烟厂的实际生产过程中,镀铝接装纸口感减弱尤为明显,而未镀铝接装纸的口感几乎不发生改变。

为了监测接装纸(天下名楼)中安赛蜜和糖精钠^[8]两种甜味剂的含量,研究拟建立基于超高效液相色谱法的

基金项目:湖北省科技厅自然科学基金面上项目(编号:2021CFB595)

作者简介:张钦,男,湖北中烟工业有限责任公司副主任研究员。

通信作者:王磊(1982—),男,湖北工业大学副教授,博士。

E-mail: wanglei820117@163.com

收稿日期:2022-03-26 **改回日期:**2022-07-21

同时且快速测定两种甜味剂的检测方法^[9-10],通过采用模拟接装纸中甜味剂的迁移试验,探讨接装纸表面甜味口感明显变化的原因;采用贴合成形纸的方式诱导甜味剂迁移,并检测接装纸中两种甜味剂含量随迁移时间的变化,探索其迁移的规律。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

标准品安赛蜜、糖精钠:湖北中烟工业有限责任公司;
甲醇、乙酸铵:色谱级,国药集团化学试剂有限公司;
接装纸:湖北中烟工业有限责任公司。

1.2 仪器与设备

高效液相色谱仪:LC-20AD 型,日本岛津公司;
C₁₈ 色谱柱:4.6 mm×250 mm,5 μm,日本岛津公司;
分析天平:ME204 型,瑞士 Mettler Toledo 公司;
超声波清洗器:FRQ-1006TH 型,杭州法兰特超声波科技有限公司;
扫描电子显微镜:SU-8010 型,日本日立公司;
Cobb 值测定仪:PY-H615 型,深圳市普云电子有限公司;
透气度测定仪:L&W 266 型,瑞典 L&W 公司。

1.3 试验方法

1.3.1 甜味剂含量提取方法 卷烟接装纸样品手动剥离后,准确称取约 10 g(精确至 0.000 1 g)卷烟接装纸样品

于 100 mL 刻度烧杯中,加入 100 mL 的纯净水,超声(100 Hz)提取 30 min。循环超声 7 次,萃取液过 0.22 μm 滤膜,收集样本待测。

1.3.2 标准溶液配制

(1) 标准储备液:分别称取适量安赛蜜和糖精钠标准品,用水定容至 10 mL,并配成质量浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。

(2) 混合标准溶液:取糖精钠、安赛蜜(质量浓度均 1.0 mg/mL)各 2.0 mL 并配制成 2 种物质 80 μg/mL 的混合标准溶液。

(3) 系列混合标准工作液:将混合标准工作液分别稀释为 1.0,10,20,50,80 μg/mL 的系列混合标准工作液。

1.3.3 液相色谱检测方法 色谱柱为 C₁₈ 柱,以甲醇和 20 mmol/L 乙酸铵溶液为流动相(甲醇体积分数为 5%),流量 0.7 mL/min;进样体积 20 μL;色谱柱温度 35 ℃;检测波长 214 nm。安赛蜜和糖精钠的出峰时间分别为 12.2,26.5 min。

1.3.4 感官质量评价 按照 GB/T 5606.1—2005 抽取实验室接装纸样品,制备试样。评吸前按 GB/T 16447—2004 调节样品水分。感官采用暗评记方法,由 7 人组成一个评析小组采用百分制进行评吸打分,各项目以 0.5 分为一个计分单位,分别对光泽、香气、谐调、杂气、刺激性和余味 6 个方面进行评分^[11]。感官质量评判标准如表 1 所示。

表 1 卷烟感官质量评判标准

Table 1 Evaluation criteria for sensory quality of cigarettes

分数段	光泽		香气		谐调		杂气		刺激性		余味	
	指标	最高分值	指标	最高分值	指标	最高分值	指标	最高分值	指标	最高分值	指标	最高分值
I	光泽油润	5	香气丰满、细腻	32	谐调	6	无杂气	12	无刺激	20	纯净、舒适	25
II	光泽较油润	4	香气充足、稍粗糙	28	较谐调	5	微有杂气	10	略有刺激	17	较净、较舒适	22
III	光泽较暗淡	3	香气淡薄、较粗糙	24	尚谐调	4	略有杂气	8	较有刺激	15	尚净、尚舒适	20

1.3.5 迁移检测方法 2 g 接装纸和 1.2 g 成形纸在水的作用下黏合。玻璃板压夹 1 周后,取成形纸置于 100 mL 烧杯,加入 20 mL 的纯净水,超声提取 2 h。收集萃取液,过 0.22 μm 滤膜并进行色谱分析。以甲醇和 20 mmol/L 乙酸铵溶液为流动相(甲醇体积分数为 5%),流量 0.7 mL/min;进样体积 20 μL;色谱柱温度 35 ℃;检测波长 214 nm。

1.3.6 SEM 观察 用导电胶把接装纸样品粘在样品座上,喷金 30 s 后,采用 SU-8010 型高分辨场扫描电镜对样品的微观形貌进行分析。

1.3.7 透气度和 Cobb 值测定

(1) 透气度:采用透气度仪测定纸张的透气度。将试样纸于标准温湿度的大气条件下处理至平衡;开动压缩

机,将使用压力调整为 1.47 kPa,将试片夹于环形板与密封垫之间,5 s 后记录透气度值。

(2) Cobb 值:按 GB/T 1540—2002 执行。

2 结果与讨论

2.1 甜味剂标准曲线的测量

标准样品及萃取样品的色谱图如图 1 所示,依据不同浓度的甜味剂样品测得各样品的谱图,对比测试试样的标准样品,测量样品中安赛蜜和糖精钠的出峰时间与标准样品均相同。此外,1,10,20,50,80 μg/mL 的系列标准溶液在所选定的色谱条件下进行测定,以其峰面积为横坐标,相应的质量浓度为纵坐标绘制标准曲线(图 2)。

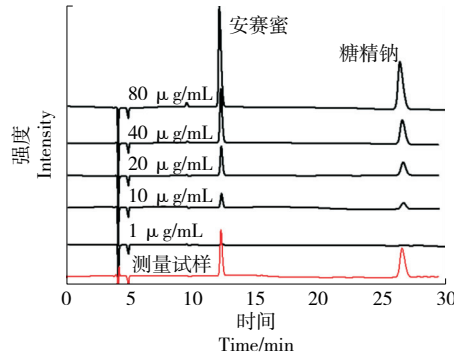


图 1 安赛蜜、糖精钠标准样品和萃取样品的色谱图
Figure 1 Schematic diagram of extracted acesulfame potassium and saccharin standard sample

结果表明两种甜味剂的标准曲线在 1~80 $\mu\text{g/mL}$ 范围内,峰面积和标准样品的质量浓度有良好线性关系,线性相关系数均大于 0.999 7。因此安赛蜜和糖精钠的标准曲线可用于标定接装纸中的甜味剂含量。

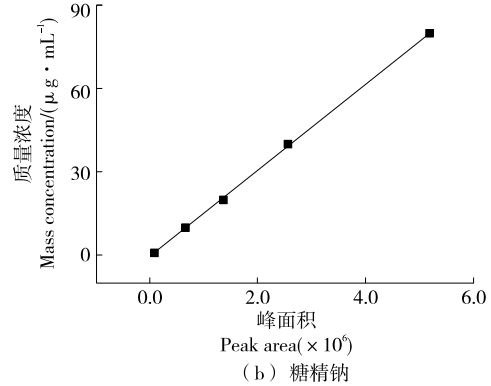
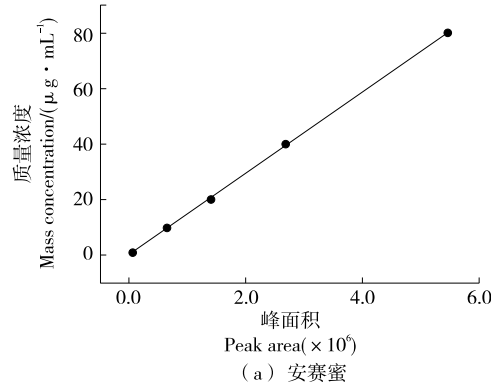


图 2 安赛蜜和糖精钠的标准曲线

Figure 2 Standard curve of acesulfame potassium and saccharin sodium

表 2 接装纸中甜味剂含量随时间的变化

Table 2 Changes of sweetener content in tipping paper over time mg/g							
甜味剂	第 2 天	第 4 天	第 6 天	第 8 天	第 10 天	第 30 天	第 60 天
安赛蜜	0.902 5	0.920 5	0.934 6	0.959 6	0.924 4	0.953 2	0.947 6
糖精钠	1.280 2	1.317 4	1.328 7	1.407 6	1.407 8	1.405 5	1.398 9

表 3 卷烟评吸结果

Table 3 Cigarette evaluation results							
指标	第 2 天	第 4 天	第 6 天	第 8 天	第 10 天	第 30 天	第 60 天
光泽	5.0	5.0	4.6	4.4	4.3	3.8	3.6
香气	32.0	30.8	27.2	25.5	23.4	22.8	22.5
谐调	6.0	6.0	5.8	5.6	5.5	5.3	5.3
杂气	11.8	11.7	11.8	11.7	11.7	11.6	11.5
刺激性	19.8	19.8	19.7	19.8	19.7	19.6	19.6
余味	25.0	24.6	23.8	23.2	22.4	21.9	21.7
总分	99.6	97.9	92.9	90.2	87.0	85.0	84.2

2.2 甜味剂在接装纸中的含量随迁移时间的变化

将涂有甜味剂的接装纸按 1.3.1 的方法处理后,用超声后的溶液进行液相色谱分析,对照图 2 的标准曲线,计算出接装纸中的甜味剂含量,所测得甜味剂含量随时间变化的情况如表 2 所示。接装纸中甜味剂的含量随放置时间的增加并无明显的变化,说明接装纸整体中的甜味剂并未消失;但随着时间的推移,感官评价甜味损失严重(表 3)。由图 3 可知,随着时间的推移,感官评价中香气和余味的分数大幅度降低。根据评析小组反映,样品在 2 个月后几乎没有甜度。因此推断,接装纸表面的口感变化由甜味剂向接装纸内部扩散所导致。

2.3 甜味剂在接装纸中的迁移率

为了研究接装纸表面甜味口感明显变化的原因,通过黏合空白成形纸对接装纸中甜味剂的迁移进行分析;在不同迁移时间点,取样测量成形纸中的甜味剂含量,以探索接装纸中甜味剂的迁移机制与规律。迁移率的计算公式:

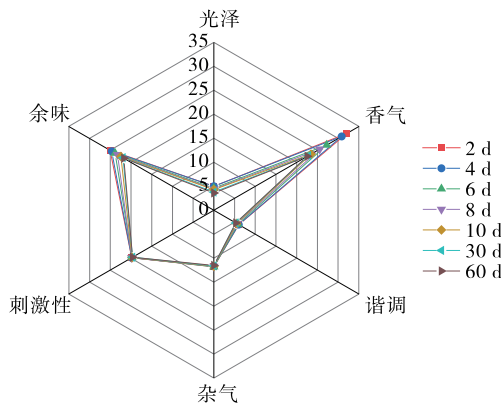


图 3 卷烟评吸结果图

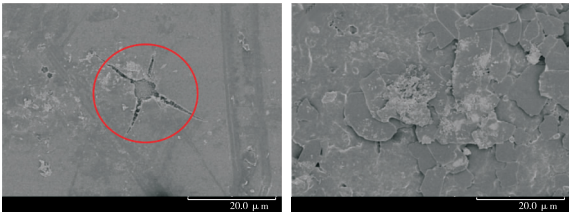
Figure 3 Cigarette evaluation results

表 4 接装纸中甜味剂随时间变化的迁移率

Table 4 Time-dependent mobility of sweetener in tipping paper

甜味剂	第 0 天	第 14 天		第 28 天		第 42 天	
	接装纸中的含量/ (mg · g ⁻¹)	成形纸中的含量/ (mg · g ⁻¹)	迁移率/%	成形纸中的含量/ (mg · g ⁻¹)	迁移率/%	成形纸中的含量/ (mg · g ⁻¹)	迁移率/%
安赛蜜	1.848 8	0.802 2	43.39	0.839 9	45.43	0.898 0	48.57
糖精钠	2.815 6	1.241 0	44.07	1.301 4	46.22	1.397 9	49.65

镀铝接装纸和未镀铝接装纸的表面微观形貌进行了观察。如图 4(a)所示,镀铝接装纸的表面出现直径为50 μm左右的孔洞;而图 4(b)显示未镀铝的接装纸表面形貌更加复杂,具有层状堆叠的结构,但未观察到明显的孔隙。由此推测,镀铝接装纸表面的孔隙和裂纹更利于甜味剂向纸张内部的迁移。



(a) 镀铝纸 (b) 未镀铝纸
图 4 镀铝纸与未镀铝纸的扫描电镜照片

Figure 4 SEM photos of aluminized and non-aluminized paper

2.5 不同接装纸透气度和表面吸水量的测定

如表 5 所示,镀铝接装纸的透气度和 Cobb 值均大于未镀铝接装纸,表明镀铝接装纸的物理特征更适合气体和液体的扩散。镀铝接装纸为甜味剂的迁移提供了通道,因此,其表面的甜味剂更容易发生向纸张内部扩散。胡少东等^[12]通过研究接装纸透气度等因素对卷烟滤嘴通风率的影响,发现成形纸透气度对卷烟滤嘴通风率影响显著,与研究结果一致。此外,陈欣等^[13]通过接触角法评价镀铝接装纸的表面润湿性能,发现其与接装纸表面的

$$v_n = \frac{C_{\text{成形纸}n}}{C_0}, \quad (1)$$

式中:

v_n ——第 n 天的迁移率,%;

$C_{\text{成形纸}n}$ ——成形纸中第 n 天的甜味剂含量,mg/g;

C_0 ——接装纸中原有的甜味剂含量,mg/g。

所得的甜味剂随时间的迁移率如表 4 所示,14 d 内,两种甜味剂均发生了快速的迁移。第 14 天后,随着时间的增加,甜味剂的迁移率增加但是增加速率较为缓慢,说明甜味剂依然在发生扩散。第 42 天,安赛蜜和糖精钠两种甜味剂的迁移率分别为 48.47%和 49.65%。

2.4 不同接装纸的微观形貌

为了进一步探究甜味剂在接装纸中的迁移机制,对

润湿性能及吸水速率密切相关。研究通过 Cobb 值揭示了镀铝接装纸的浸润性能,证实接装纸吸湿性能与离子的迁移能力呈正相关。

表 5 镀铝纸与未镀铝纸的透气度和 Cobb 值

Table 5 Air permeability and Cobb value of aluminized and non-aluminized paper

指标	透气度/(μm · Pa ⁻¹ · s ⁻¹)	Cobb 值/(g · m ⁻²)
镀铝纸	2.04	22
未镀铝纸	1.23	20

3 结论

研究建立了超高效液相色谱法同时快速测定两种甜味剂的检测方法,并利用这种方法监测了接装纸中甜味剂随时间的迁移变化。研究发现,接装纸中甜味剂的整体含量未发生明显变化,但是由纸张表面向纸张内部发生了迁移。利用成形纸诱导甜味剂迁移测量法测得了接装纸中甜味剂的迁移率,结果表明,在 42 d 后,甜味剂的迁移率接近 50%。微观形态观察、透气度和表面吸水量的测量结果揭示了甜味剂发生迁移的原因,即镀铝接装纸表面存在的孔隙和裂缝,使其具备高透气度及较强吸水特性,且在接装纸两侧存在浓度差,因而有利于甜味剂的迁移;同时研究还通过 Cobb 值揭示了镀铝接装纸更适合液体扩散,进一步验证镀铝接装纸更易发生甜味剂转移这一观点。

参考文献

- [1] 操晓亮, 张峰, 柴国璧, 等. 基于感官导向的铁观音茶叶特征香气的分析、重构及在卷烟加香中的应用[J]. 中国烟草学报, 2021, 27(4): 10-19.
CAO X L, ZHANG F, CAI G B, et al. Analysis and reconstruction of characteristic aroma of Tieguanyin tea based on sensory orientation and its application in cigarette flavoring[J]. Chinese Journal of Tobacco, 2021, 27(4): 10-19.
- [2] 韩云辉. 浅析烟用接装纸产品的卫生安全性[J]. 中国造纸, 2006, 25(6): 57-60.
HAN Y H. Analysis of hygienic safety of cigarette paper products[J]. China Pulp & Paper, 2006, 25(6): 57-60.
- [3] 兰辉程. 烟用接装纸制造技术的发展及其趋势[J]. 造纸信息, 2021(1): 87-88.
LAN H C. Development and trend of cigarette joint paper manufacturing technology[J]. China Paper Newsletters, 2021(1): 87-88.
- [4] 刘雄利, 张昊, 陈岭峰, 等. 纳米纤维素在造纸法烟草薄片涂布中的应用研究[J]. 纳米纤维素, 2018, 37(5): 20-25.
LIU X L, ZHANG H, CHEN L F, et al. The application of nanocellulose in papermaking tobacco sheet coating[J]. Nanocellulose, 2018, 37(5): 20-25.
- [5] 苏海霞. 功能性高倍甜味剂研究现状及复配注意事项[J]. 食品安全导刊, 2016(28): 79-82.
SU H X. Research status and compound precautions of functional sweeteners[J]. Food Safety Guide, 2016(28): 79-82.
- [6] 单垒, 王英名, 冯东升, 等. 香甜味烟用接装纸的研制[J]. 中国包装, 2018, 38(1): 42-43.
DAN L, WANG Y M, FENG D S, et al. Development of junction paper for sweet cigarettes[J]. China Packaging, 2018, 38(1): 42-43.
- [7] 楚文娟, 张文洁, 田海英, 等. 烟用甜味接装纸中组分的衰减特性研究[J]. 包装工程, 2021, 42(23): 130-135.
CHU W J, ZHANG W J, TIAN H Y, et al. Study on the attenuation characteristics of neotame in cigarette sweet junction paper[J]. Packaging Engineering, 2021, 42(23): 130-135.
- [8] 谈晓君, 李红洲, 杨路宽, 等. 食品中常见人工合成甜味剂及检测技术研究进展[J]. 大众科技, 2017, 19(8): 51-54.
TAN X J, LI H Z, YANG L K, et al. Research progress on common synthetic sweeteners and detection technologies in food[J]. Popular Science and Technology, 2017, 19(8): 51-54.
- [9] 赵海娟, 张文洁, 楚文娟, 等. 高效液相色谱法附蒸发光散射检测器测定烟用接装纸中 7 种甜味剂的含量[J]. 理化检验: 化学分册, 2019, 55(12): 1 436-1 441.
ZHAO H J, ZHANG W J, CHU W J, et al. Determination of seven sweeteners in cigarette paper by high performance liquid chromatography with evaporative light scattering detector[J]. Physicochemical Test-Chemistry, 2019, 55(12): 1 436-1 441.
- [10] 钟菲菲, 雷德卿, 周金沙, 等. 高效液相色谱法检测药品糖浆剂中 4 种人工合成甜味剂[J]. 食品与机械, 2022, 38(7): 75-79.
ZHONG F F, LEI D Q, ZHOU J S, et al. Determination of four kinds of illegally-added artificial sweeteners in syrups by high performance liquid chromatography[J]. Food & Machinery, 2022, 38(7): 75-79.
- [11] 甘学文, 王光耀, 邓仕彬, 等. 美拉德反应中间体对卷烟评吸品质的影响及其风味受控形成研究[J]. 食品与机械, 2017, 33(6): 46-52.
GAN X W, WANG G Y, DENG S B, et al. Effects of Maillard reaction intermediates on smoking quality and study on controlled formation of flavor[J]. Food & Machinery, 2017, 33(6): 46-52.
- [12] 胡少东, 楚文娟, 鲁平, 等. 成形纸透气度、接装纸透气度和打孔排数对卷烟滤嘴通风率的影响[J]. 轻工学报, 2020, 35(1): 85-94.
HU S D, CHU W J, LU P, et al. Effects of filter wrap's air permeability, tipping paper's air permeability and perforation row number on filter ventilation rate of the cigarette[J]. Journal of Light Industry, 2020, 35(1): 85-94.
- [13] 陈欣, 黄华发. 镀铝接装纸上机适应性能表征及应用研究[J]. 科技创新与应用, 2021, 11(16): 107-109, 114.
CHEN X, HUANG H F. Study on the characterization and application of the adaptability of aluminized splicing paper[J]. Technology Innovation and Application, 2021, 11(16): 107-109, 114.

信息窗

世卫组织发布更新后的《2022—2030 年全球食品安全战略》

2022 年 10 月 17 日, 世卫组织发布了经第 75 届世界卫生大会通过的更新后的《2022—2030 年全球食品安全战略》, 全球食品安全朝着更安全、更健康以及加强多部门合作和创新公共卫生迈进了一步。

这一新战略采用了新技术, 包括加强食品安全系统的创新方法, 解决了当前和新出现的挑战。这一新战略还反映了在与会员国和其他政府间组织、机构以及公众的全面协商过程中收到的反馈。制定了全球食品安全

战略, 旨在指导和支持成员国努力优先考虑、计划、实施、监测和定期评估行动, 不断加强食品安全系统建设和促进全球合作。该战略还设定了具体目标, 旨在通过将影响大多数 5 岁以下儿童和其他弱势群体的食源性腹泻病发病率减少 40% 来减轻食源性疾病带来的负担。其目标还包括通过 100% 的功能性协调机制来管理食源性事件, 并提高实验室的食源性疾病监测能力。

(来源: <http://news.foodmate.net>)