



引用格式:伊勇涛,谢金栋,向晨,等.膜技术在茶香烟用香料分离、浓缩制备中的应用[J].轻工学报,2016,31(5):15-19.

中图分类号:TS426;TS264.3 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2016.5.003

文章编号:2096-1553(2016)05-0015-05

膜技术在茶香烟用香料分离、浓缩制备中的应用

Application of membrane technology in the separated and concentrated preparation of tea cigarette flavor

伊勇涛,谢金栋,向晨,李斌,操晓亮,蓝洪桥

YI Yong-tao, XIE Jin-dong, XIANG Chen, LI Bin, CAO Xiao-liang, LAN Hong-qiao

福建中烟工业有限责任公司技术中心,福建 厦门 361012

Technology Center, China Tobacco Fujian Industrial Co., Ltd., Xiamen 361012, China

关键词:

膜技术;浓缩;茶提取物;卷烟加香

Key words:

membrane technology;
concentration;
tea extract;
cigarette flavoring

摘要:以制备的茶提取液为样品,分别经过微滤、超滤和反渗透等膜技术分离处理,对各分离样品进行化学分析与感官评价.实验结果表明,对于提取液中的茶多酚,主要在微滤及大分子量超滤时具有截留作用,而对于咖啡因各级膜截留效果不明显,膜技术的分离作用可以有效提高茶香烟用香料使用品质,最佳分离条件为100 kD超滤,反渗透浓缩样品则可较好地保留香气成分,增加头香,解决常规浓缩过程香味成分损失多的问题.

收稿日期:2016-04-13

作者简介:伊勇涛(1982—),男,辽宁省铁岭市人,福建中烟工业有限责任公司工程师,硕士,主要研究方向为烟用香料和烟草化学.

通信作者:蓝洪桥(1973—),男,畲族,福建省上杭县人,福建中烟工业有限责任公司高级工程师,博士,主要研究方向为烟用香料和烟草化学.

Abstract: To prepared the tea extract using microfiltration, ultrafiltration and reverse osmosis of membrane technology, the separated sample by several membrane were analyzed and sensory evaluated. The experimental results showed that the tea polyphenols had the membrane interception mainly in microfiltration and macromolecule ultrafiltration membrane; there is no effect to separated caffeine by using separated membrane; the separation of membrane technology could effectively improve the quality when the flavor using in tobacco, and filtered the 100 kD as the bested condition of ultrafiltration; while using the reverse osmosis to concentrated samples, it could be better to retain the aroma components, to solve the common problems of concentration.

0 引言

膜技术是一种多学科交叉的分离提纯和浓缩技术,具有设备简单、可常温操作、无相变及化学变化、选择性高与能耗低等优点,适用于热敏性物质和具有生物活性等物质的处理加工^[1-4]。膜技术已广泛应用于茶提取液的深加工,由于其不向分离体系添加化学成分,不改变目标产品的色、香、味,所以具有较大的潜在应用价值^[5-7]。目前很多报道利用茶叶提取液作为卷烟添加剂,可以与烟香谐调,弥补烟香,增加卷烟烟气香气量,提高香气质,改善抽吸品质,并在一定程度上降低卷烟烟气的有害成分^[8-10],而利用膜技术精制茶香烟用香料的研究还鲜见报道。本文拟利用膜分离技术在分离、浓缩方面的作用,研究其降低茶香香味物质损失、提升卷烟口感舒适度的作用机理,以探讨以膜技术制备烟用香料的应用效果。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

铁观音茶青,采自福建安溪; Ceramen - 0500 型陶瓷管式膜中试设备、RNF - 2500 型卷式膜多功能中试设备,厦门世达膜科技有限公司产;膜组件材质 SiO_2 ;微滤膜孔径 $0.8 \mu\text{m}$;超滤膜孔径:截留分子量分别为 250 kD, 100 kD, 50 kD, 5 kD 的膜组件;反渗透膜组件。

1.2 方法

1.2.1 茶提取液制备 以铁观音茶青为原料,以 50 % 乙醇为提取溶剂,固液比为 1 : 10,在

70 °C 下提取两次,合并提取液,过 200 目纱布待用。

1.2.2 膜技术对茶提取液的精制 采用膜分离技术,对制备的茶提取液进行 $0.8 \mu\text{m}$ 微滤后,依次经过截留分子量分别为 250 kD, 100 kD, 50 kD, 5 kD 的膜组件。对各级透过液样品进行成分分析,并进行感官评价。同时利用减压浓缩与膜反渗透两种浓缩方式对各级透过液样品进行浓缩并进行对比评价。

常规减压浓缩:采用旋转蒸发仪在温度 60 °C, 130 r/min, 浓缩倍数约为 10 倍条件下进行浓缩。

反渗透浓缩:采用膜面积为 0.38 m^2 、总功率为 1.5 kW/h 的反渗透中试设备,在温度为 35 °C, 压力为 3.0 MPa 条件下,对浓缩用原料液进行反渗透膜浓缩。

1.2.3 分析检测 分别参照《YC/T 145.2—2012 烟用香精 相对密度的测定》《YC/T 145.3—2012 烟用香精折光指数的测定》《GB/T 8313—2008 茶叶中茶多酚和儿茶素类含量的检测方法》《GB/T 5009.139—2003 饮料中咖啡因的测定》的规定,对提取液进行透过率、截留率及其他理化指标的检测。

透过率:即某一种料液通过膜的绝对量/g 与膜滤前的总绝对量/g 的百分比。截留率:即某一种料液被膜截留的绝对量/g 与膜滤前的总绝对量/g 的百分比。

1.2.4 感官评价 茶青提取物以 70 % 乙醇稀释,喷加于未加香的烟丝叶组上,分别将加香烟

丝和未加香烟丝(对照烟丝仅喷洒相同量70%乙醇)卷制成烟支,并在相对湿度(60 ± 2)%,温度(22 ± 1)℃的环境下平衡48 h,然后由福建中烟评吸小组进行评吸.茶青提取物膜分离样品和浓缩样品分别按烟丝质量的1%和1%进行添加并用于评价.

2 结果与讨论

2.1 经膜处理后茶提取液的分离效果

2.1.1 系列膜处理茶提取液的透过率及澄清效果

茶提取液经过0.8 μm微滤膜过滤后,分别得到截留液和滤过液两种液体;0.8 μm微滤过液,依次经过截留分子量为250 kD,100 kD,50 kD,5 kD的膜进行超滤,得到相应的滤过液和截留液,分别计算各分离部分的透过率与截留率,结果见表1.

表1 茶青提取物系列膜分离的透过率与截留率

Table 1 The dialyzability and rejection of tea extracts by membrane technology %

膜处理	透过率	截留率
0.8 μm 微滤	97.72	1.69
250 kD 超滤	92.46	3.58
100 kD 超滤	101.09	3.67
50 kD 超滤	94.47	5.57
5 kD 超滤	90.61	11.49

注:每级膜处理最后均用相同量的溶剂进行顶洗.

茶青提取液经过高速离心去除浑浊杂质后,其料液内还含有大量的茶叶细微颗粒、悬浮杂质和茶叶内含成分相互作用而形成的大分子浑浊沉淀物质,利用微滤可将这些物质去除而达到将茶浸提液澄清的目的.通过不同截留分子量的超滤膜,利用筛分效应对原料侧组分进行选择分离与富集,可实现对难溶性大分子蛋白质、果胶、多糖和由茶叶内含成分相互作用而形成的大分子络合物的超滤.从表1可以看出,由于各个超滤膜处理能力和效率不同,各级透过率不同,但整体透过率均在90%以上,符合设备和实验设计要求.同时,浸提液颜色从深棕色转向橘黄色,并最终呈现淡黄色,在澄清度上微滤后样品明显好于提取原样.

2.1.2 系列膜处理茶提取液理化指标检测结果

分别对茶提取液系列样品进行理化指标检测,包括相对密度、折光指数、茶多酚、咖啡因指标,检测结果见表2.

由表2可以看出,就相对密度和折光指数两指标而言,各系列样品中截留液略大于透过液,各级膜对主要固形物及大分子起到相应的截留作用.茶多酚与咖啡因作为茶叶的主要特征物质,其存在对于卷烟应用有负面效果,通过检测发现:在茶多酚含量方面,0.8 μm微滤、

表2 茶提取液经系列膜分离后理化指标检测结果

Table 2 The contents of ordinary physical and chemical indexes of tea extracts separated by membrane technology

样品信息	相对密度	折光指数/nD	茶多酚含量/(mg · mL ⁻¹)	咖啡因含量/(mg · mL ⁻¹)
茶提取原液	0.935 2	1.359 4	4.70	1.04
0.8 μm 微滤 截留液	0.940 5	1.359 2	23.06	1.03
0.8 μm 微滤 透过液	0.936 9	1.359 0	4.13	1.04
250 kD 超滤 截留液	0.974 9	1.350 4	49.25	0.72
250 kD 超滤 透过液	0.951 9	1.355 3	2.77	0.85
100 kD 超滤 截留液	0.973 7	1.349 8	29.75	0.75
100 kD 超滤 透过液	0.957 0	1.353 5	1.77	0.74
50 kD 超滤 截留液	0.960 0	1.353 0	3.11	0.80
50 kD 超滤 透过液	0.958 9	1.352 8	1.65	0.76
5 kD 超滤 截留液	0.963 9	1.351 8	4.42	0.89
5 kD 超滤 透过液	0.963 2	1.350 9	0.90	0.67

250 kD 超滤、100 kD 超滤对茶多酚有较明显截留,而 50 kD 和 5 kD 超滤的截留液与透过液也存在浓度差,但相比以上膜规格浓度差较小;而在咖啡因含量方面,各级膜的截留液与透过液在含量浓度上相近,差异不大,说明以上膜规格没有起到很好的截留效果,而只在 5 kD 超滤时有一定的截留效果. 以上系列膜对于茶多酚和咖啡因含量分析结果的差异,是因为茶叶内含成分中茶多酚、儿茶素、咖啡碱等组成体系有不稳定性,易氧化聚合或相互间以氢键方式形成大分子络合物,不同的功能物质由于其分子量大小不同、分子极性不同,而表现出透过率与截留率的不同^[11].

2.2 膜分离茶提取液对卷烟感官品质的影响

将茶提取原液和系列膜分离处理后的提取液加入空白卷烟中并进行感官评价,结果见表 3.

由表 3 可知,0#茶提取原液加入卷烟中,茶特征香韵及清甜感明显,香气量丰富、厚实,但整体烟气状态偏粗糙,口腔有涩感及残留. 经过

表 3 茶提取原液和经过系列膜分离样品加入卷烟的感官评价结果

Table 3 The smoking results of cigarette that adding different tea extracts

序号	评价样品	评价结果
0#	茶提取原液	茶特征香韵明显,香气量丰富、厚实,但整体烟气状态偏粗糙,口腔有涩感和残留
1#	0.8 μm 微滤透过液	茶特征香韵明显,清甜韵增强,烟气状态改善,口腔的舒适度略有提升
2#	250 kD 超滤透过液	茶特征香韵明显,清甜韵增强,烟气状态细腻绵柔程度提升,口腔的舒适度进一步提升
3#	100 kD 超滤透过液	茶特征香韵与清甜香韵明显,香气最佳,烟气浓度适中,烟气状态绵柔细腻、口感舒适度明显改善,有回甜感
4#	50 kD 超滤透过液	青滋香和奶香凸显,细腻绵柔程度提升,但烟气浓度降低,体香部分不足
5#	5 kD 超滤透过液	青滋香和奶香凸显,烟气浓度降低,体香部分不足,茶香中味觉作用降低

膜处理后的茶提取液加入卷烟后的样品,在茶香香韵、烟气状态、口感舒适度上均有所改变,并有较明显的规律性:随样品序号增加清甜感作用程度会减少,但特征香韵中的青滋香与奶香更加凸显,烟气细腻绵柔程度提升,口腔涩感及残留逐步降低;3#样品是整体样品的评价节点、前后样品变化的关键点,整体评价结果最好,既能保留原有茶香香韵的丰富性,同时烟气状态及口感舒适度均较 0#样品有所提升.

2.3 膜技术浓缩茶提取液对卷烟感官品质的影响

选用茶提取液经过 100 kD 超膜后的透过液,分别采用常规减压浓缩和反渗透浓缩进行茶提取液浓缩样品的制备,加入空白卷烟中并进行感官评价,结果见表 4.

表 4 不同浓缩方式茶提取液加入卷烟的感官评价结果

Table 4 The smoking results of cigarette that adding different concentrating tea extracts

评价样品	评价结果
100 kD 超滤透过液	清甜感明显,香气清晰,烟气细腻柔和,但烟支前后稳定性略差,稳定性欠佳
常规减压浓缩样	香气丰富、厚实,头香略少,烟气持久性更强,烟支前后一致性较好,烟气略粗糙,口腔有残留与刺激
反渗透浓缩样品	香气的头香丰富,茶特征香韵和清甜香韵明显,烟气细腻柔和程度提升,口腔舒适,稳定性较好

由表 4 可知,经过浓缩后的样品较透过液,都能够增加香气丰富性,提升香气质的厚实感,同时能够使烟支燃烧过程中前后均一稳定. 而常规减压浓缩与反渗透浓缩相比,反渗透浓缩后样品茶香韵能更清晰地凸显,增加香气丰富性,很好地解决浓缩过程中香味损失这一普遍问题,而这正是利用了膜技术反渗透浓缩只通过物理作用、无相变的特点. 实验证明,反渗透浓缩更能很好地保留易挥发的香气成分,使整体茶香更加丰富与完整,其口腔舒适度也好于

常规减压浓缩.

3 结论

本文利用膜技术在分离、浓缩方面的作用,开展了茶提取液的进一步精制研究.通过理化指标检测,对于提取液中的茶多酚,主要在微滤及大分子量超滤时具有截留作用,而对于咖啡因各级膜截留效果不明显,降低了其在应用中的作用.对各级膜的透过液及浓缩方式进行了对比感官评价,发现了膜技术处理茶提取液作用的规律,并根据感官评价结果,筛选出100 kD超滤为最佳膜处理条件.研究表明,反渗透浓缩能够较好地保留香气成分,增加样品的头香作用.

本文通过探索膜技术制备烟用香料的应用研究证明:膜技术可在茶溶剂提取物精制的制备过程中,减少茶香香味物质损失,选择合适的膜条件,可解决提取液在应用中存在的一些负面作用,降低烟气粗糙,改善口腔残留,显著提升茶香烟用香料的应用价值.

参考文献:

- [1] 刘荣娥.膜分离技术[M].北京:化学工业出版社,1998:21.
- [2] 徐飞,李桂水,楼文君.膜分离技术在发酵液提取浓缩中的应用[J].过滤与分离,2006,16(2):26.
- [3] 胡亚芹,曹杨.超滤膜技术在多糖提取方面的应用[J].生物技术通讯,2005,16(2):228.
- [4] RAUTENBACK R, ALBRECHENT R. Membrane Process[M]. Chichester: John Wiley and Sons Ltd,1989:2-15.
- [5] CASSANO A, DRIOLI E, CALAVERNA G, et al. Clarification and concentration of citrus and carrot juices by integrated membrane process [J]. J Food Eng, 2003, 57:153.
- [6] WARCZOK J, FERRANDOM, LOPEZ F, et al. Concentration of apple and pear juices by nano-filtration at low pressures [J]. J Food Eng, 2004, 63:63.
- [7] NABETANI H. Effects of fouling layer and osmotic pressure on the performance of membrane separation system[J]. Mem Br,1997,22(5):249.
- [8] 倪跃新.铁观音茶叶挥发性致香物的制备及其在卷烟加香中的应用[J].香料香精化妆品,2012(3):4.
- [9] 马涛,曹秋娥,何雪峰,等.观音茶不同提取方法香味物质分析及其在卷烟滤嘴中的应用[J].浙江农业学报,2012,24(6):983.
- [10] 刘雯,李桂珍,何雪峰,等.铁观音茶提取物在卷烟成形纸中的应用[J].湖北农业科学,2013(8):1916.
- [11] 肖文军.茶叶深加工中高效膜分离理论与应用技术研究[D].长沙:湖南农业大学,2004:34-36.