



许春平,周鹏飞,刘远上,等.膜分离精制薄片叶膏挥发性成分分析及卷烟纸加香应用研究[J].轻工学报,2022,37(5):61-68.
XU C P,ZHOU P F,LIU Y S,et al. Analysis of volatile components of reconstitution tobacco extract refined by membrane separation and application of cigarette paper flavoring[J]. Journal of Light Industry,2022,37(5):61-68. DOI:10.12187/2022.05.007

膜分离精制薄片叶膏挥发性成分分析及卷烟纸加香应用研究

许春平¹,周鹏飞¹,刘远上²,薛芳³,苏海洋¹,贾学伟¹,梁永伟¹,施丰成³

1. 郑州轻工业大学 食品与生物工程学院,河南 郑州 450001;
2. 河北中烟工业有限责任公司 技术中心,河北 石家庄 050000;
3. 四川中烟工业有限责任公司 技术中心/卷烟减害降焦四川省重点实验室,四川 成都 610000

摘要: 分别采用 50 nm 陶瓷膜、100 kD 有机膜和 10 kD 有机膜对薄片叶膏进行分级分离,将得到的组分进行气相色谱质谱技术(GC-MS)分析、挥发性成分主成分分析、卷烟纸加香评吸及加香卷烟烟气挥发性成分分析。结果表明:1)未分离组分(M0)、50 nm 陶瓷膜截留组分(M2)、100 kD 有机膜截留组分(M4)、10 kD 有机膜透过滤组分(M5)和 10 kD 有机膜截留组分(M6)中分别检测出 68 种、45 种、45 种、7 种和 36 种挥发性成分,其挥发性成分总量分别为 1 109.03 μg/mL、1 042.14 μg/mL、828.02 μg/mL、92.00 μg/mL、762.42 μg/mL,广泛存在于 5 个组分中的成分有烟碱、2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚);M5 组分特有的成分为 2-乙基己醇、顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷;2)M5 组分主成分分析结果与 M2 有一定程度上的相似性,与其他 3 种组分有明显差异,影响 M5 组分香味的主成分主要为 2-乙基己醇、顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷;3)M5 组分加入卷烟纸后,卷烟的感官评吸效果最好,烟气中酚类、烷烃类和苯类成分增加较多,个别香味成分(如甲基环戊烯醇酮、(+)-香橙烯等)也明显增多,加香效果显著。

关键词: 薄片叶膏;膜分离;气相色谱质谱技术;主成分分析;卷烟纸加香

中图分类号: TS41 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-1553(2022)05-0061-08

0 引言

烟草薄片叶膏是再造烟叶的重要组成部分,其制作过程主要以适宜比例的水对烟草原料进行加热浸提,将提取液经过一系列加工处理最终得到薄片叶膏。影响薄片叶膏品质的主要因素是杂质和芳香成分的含量。膜分离技术作为一种高效的分离浓缩技术,应用于薄片叶膏,可有效去除叶膏所含的蛋白

质、果胶、淀粉等大分子杂质^[1-2]。高猛峰等^[3]对薄片叶膏进行超滤和纳滤的膜分离处理后,蛋白质、果胶和淀粉的去除率分别在 60%、80%和 80%以上,除杂和澄清效果良好;优化的膜浓缩工艺将原有芳香成分增加量由 29.2%提高至 34.8%。杜锐等^[4]研究了膜分离技术在提高再造烟叶品质方面的应用效果,发现经过膜分离技术处理的烟梗、烟末萃取液中的总氮含量分别下降 62.5%和 67.8%,果胶基本去

收稿日期:2022-03-02

基金项目:河南省重大公益科技专项项目(201300110200);卷烟减害降焦四川省重点实验室资助项目(2021510000340326)

作者简介:许春平(1977—),男,河南省焦作市人,郑州轻工业大学教授,博士,主要研究方向为香精香料和烟草工程。E-mail: xuchunping05@163.com

通信作者:施丰成(1973—),男,甘肃省兰州市人,四川中烟工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟草材料。E-mail: shifc@sctobacco.com

除;利用处理后的烟梗和烟末萃取液制备的再造烟叶感官品质均有提升。张静楠等^[5]将膜分离技术应用于再造烟叶生产,可有效降低烟叶提取液中的烟叶碎渣和蛋白质含量,改善和提高了再造烟叶的感官评吸品质。吴彦等^[6]采用膜分离技术对罗汉果浸膏进行精制,并对其进行卷烟加香,得到的膜分离组分加香效果最好,香气明显,香气量小,刺激性小。

目前,利用膜分离技术分离薄片叶膏的研究较多,但对于分离后组分的香味成分分析及卷烟纸加香应用的研究鲜有报道。鉴于此,本文拟选用膜分离技术对制备的薄片叶膏进行分离,采用气相色谱质谱(GC-MS)技术分析各个组分的挥发性成分并进行主成分分析,将不同组分添加到卷烟纸上,考查其加香效果,分析加香卷烟烟气粒相物中挥发性成分对吸味产生的影响及其原因,以期薄片叶膏开发及卷烟纸加香的应用提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

主要材料:薄片叶膏、宽窄试制卷烟,四川中烟有限责任公司提供。

主要试剂:无水乙醇(AR),天津市富宇化工有限公司产;乙酸苯乙酯(色谱纯),美国SIGMA公司产;50 nm陶瓷膜、100 kD有机膜和10 kD有机膜,济南博纳生物技术有限公司产。

主要仪器:BONA-GM-22陶瓷膜小型试验机、BONA-GM-18有机膜小型试验机,济南博纳生物技术有限公司产;SB-3200DT型超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司产;Agilent 6890GC/5973MS气相色谱质谱联用仪,美国Agilent公司产;RM20 H20型孔道转盘型吸烟机,德国Borgwolt-KC公司产。

1.2 实验方法

1.2.1 薄片叶膏膜分离 取200 mL薄片叶膏置于

2000 mL的烧杯中,加入800 mL去离子水,待叶膏完全稀释后进行膜分离实验,工艺流程如图1所示。将未进行膜分离实验的组分记为M0;使用50 nm陶瓷膜去除固形颗粒杂质,得到透过组分M1和截留组分M2(500 mL);将M1使用100 kD有机膜分离,得到透过组分M3和截留组分M4(200 mL);将M3使用10 kD有机膜分离,得到透过组分M5(200 mL)和截留组分M6(100 mL)。膜分离设备在操作过程中压力为0.8 MPa,流速为1.25 L/h。

1.2.2 膜分离组分挥发性成分分析 取M0、M2、M4、M5、M6组分各10 mL于锥形瓶中,再加入30 mL二氯甲烷超声萃取30 min。将得到的二氯甲烷萃取液在分液漏斗中静置分层30 min,取下层萃取液并将其置于50 °C和常压下浓缩至1 mL,以乙酸苯乙酯作内标,使用GC-MS联用仪进行分析。

GC条件:HP-5 MS毛细管柱(60 m×0.32 mm×0.25 μm);进样口温度230 °C;汽化温度270 °C;载气He;流速1.0 mL/min;分流比10:1;进样量1 μL。升温程序为初始温度40 °C,维持5 min;以6 °C/min的速度升至140 °C,维持2 min;以3 °C/min的速度升至260 °C,维持5 min;以6 °C/min的速度升至280 °C,维持8 min。

MS条件:接口温度280 °C,离子源温度230 °C,四极杆温度150 °C,离子化方式EI,电子能量70 eV,质量扫描范围35~350 amu。

1.2.3 膜分离组分主成分分析 利用SPSS软件进行主成分分析,根据相关系数列出相关矩阵,求出特征值及其相应的特征向量,从特征根中选出几个较大的特征值及其特征向量,使其累积贡献率在80%以上。

1.2.4 膜分离组分卷烟纸加香样品感官评吸 用进样针将M0、M2、M4、M5、M6组分分别均匀涂布在卷烟纸上,涂布剂量为15 μL。将已涂布的卷烟样

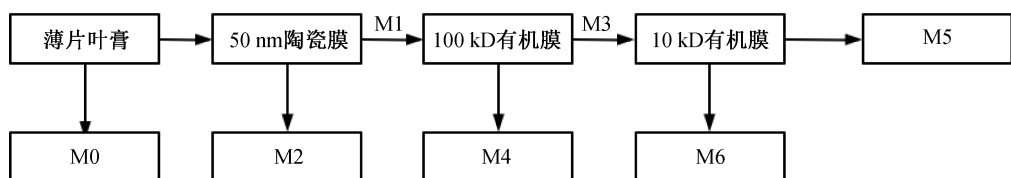


图1 薄片叶膏膜分离实验工艺流程

Fig. 1 Process flow of membrane separation experiments of reconstitution tobacco extract

品在温度 22 ℃、相对湿度 60% 的条件下平衡 48 h, 然后进行感官评吸。评吸小组由 8 位成员组成, 评吸标准参照文献[7]。

1.2.5 卷烟纸加香烟气挥发性成分分析 根据感官评吸结果选择效果最好的组分进行烟气分析。制备加香卷烟 40 支、空白卷烟 40 支, 在温度 (22±1) ℃、相对湿度 (60±2)% 的条件下平衡 48 h, 然后进行吸烟机抽吸。吸烟机实验条件: 抽吸容量 35 mL, 抽吸持续时间 2 s, 抽吸间隔 58 s。参照文献[8]用剑桥滤片捕集卷烟烟气粒相物。对剑桥滤片进行同时超声萃取, 采用 GC-MS 技术分析烟气粒相物中的挥发性成分, GC-MS 分析条件同 1.2.2。

2 结果与讨论

2.1 挥发性成分分析结果

由 GC-MS 分析得到如下结果: M0、M2、M4、M5 和 M6 这 5 个组分共检测出 76 种挥发性成分, 各组分检测量分别为 68 种、45 种、45 种、7 种和 36 种, 其挥发性成分总量分别为 1 109.03 μg/mL、1 042.14 μg/mL、828.02 μg/mL、92.00 μg/mL、762.42 μg/mL。膜分离组分中匹配度大于 80 的挥发性成分及含量如表 1 所示。由表 1 可知, 广泛存在于 5 个组分中的成分有烟碱和 2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚), 而 M5 组分特有的成分为 2-乙基己醇、顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷。与 M0 组分相比, M2、M4、M5 和 M6 组分中各个成分(烷烃除外)的种类和含量都有不同程度的减少, 这可能是因为分子质量较大的成分在膜分离过程中遭到了截留; 与 M0 组分相比, M2、M4、M5 和 M6 组分新检出芥酸酰胺、麦斯明、己二酸二(2-乙基己)酯等成分, 其原因可能是 M0 组分中成分种类较多, 且这些成分与某些含量大的成分之间保留时间相近, 含量高成分的峰将其掩盖, 导致 M0 中没有分析出或仅能分析出较少的该种成分^[6]。

2.2 主成分分析结果

对表 1 中的 40 种挥发性成分进行主成分分析, 3 个主成分的贡献率如表 2 所示、主成分的载荷矩阵如表 3 所示。由表 2 可知, 前 3 个主成分的累积贡献率为 85.921%, 说明前 3 个主成分包含了 40 种

化合物的绝大部分信息, 因此可以提取 3 个主成分概括样品香气成分的总信息量, 对样品进行综合评价^[9]。由表 3 可知, 巨豆三烯酮、棕榈酸、2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚)、亚油酸、棕榈酸乙酯等在第 1 主成分上有较高载荷, 说明第 1 主成分主要反映了上述化合物指标的信息; 同理, 第 2 主成分主要反映了 3-羟基-β-大马酮、芥酸酰胺等化合物指标的信息; 第 3 主成分主要反映了 DL-泛酰内酯、金合欢基丙酮、十二烷、异丙肾上腺素、1-亚乙基新十八氢-7a-甲基-, (1Z,3a.α,7a.β)-1H-茛萘等化合物指标的信息。

根据表 1 中 5 个样品的 40 种香气成分的相对含量、表 2 中 3 个主成分的特征值和表 3 中 40 种香气成分的载荷值计算出 5 个样品的第 1、第 2、第 3 主成分值, 然后以第 1 主成分值为 Z 坐标、第 2 主成分值为 Y 坐标、第 3 主成分值为 X 坐标作散点图(见图 2)。由图 2 可知, 5 个样品根据距离远近分为 4 个区域, 其中 M2 和 M5 主成分比较相似, 与其他 3 个组分有较大差距。结合表 3 可知, 影响 M0 组分的香味成分主要集中在第 2 主成分的正半轴、第 2 主成分负半轴和第 3 主成分负半轴, 如巨豆三烯酮、棕榈酸、天然维生素 E、2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚)、亚油酸、11,12-二羟基螺酯-1(10)-烯-2-酮、3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八烷醇酯等。影响 M2 组分的香味成分主要集中在第 1 主成分负半轴、第 2 主成分负半轴和第 3 主成分负半轴, 为十二烷、十二烷、DL-泛酰内酯、金合欢基丙酮等, 其中金合欢基丙酮^[10]具有清甜香、玫瑰香, 能赋予卷烟清香气韵。影响 M4 组分的香味成分主要集中在第 1 主成分负半轴、第 2 主成分正半轴和第 3 主成分负半轴, 为芥酸酰胺、2-(1',2'-二羟基-1'-甲基乙基)-6,10-二甲基螺环[4,5]十二碳-6-烯-8-酮、1,1-二乙氧基丙烷、1-乙基-6-甲基-2(1H)-吡啶酮、4-丁基苯胺醇等。影响 M5 组分的香味成分主要集中在第 1 主成分负半轴、第 2 主成分负半轴和第 3 主成分负半轴, 为 2-乙基己醇、顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷等。影响 M6 组分的香味成分主要集中在第 1 主成分负半轴、第 2 主成分负半轴和第 3 主成分

表1 膜分离组分挥发性成分及含量

Table 1 Volatile components and content of membrane separation fractions

μg·mL⁻¹

成分名称	含量					成分名称	含量				
	M0	M2	M4	M5	M6		M0	M2	M4	M5	M6
巨豆三烯酮	11.38	—	—	—	—	3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八烷醇酯	26.71	—	4.44	—	3.64
棕榈酸	26.48	6.73	—	—	2.06	1-亚乙基新十八氢-7a-甲基-(1Z,3a.α,7a.β)-1H-茚	—	8.38	3.74	—	—
天然维生素 E	31.04	2.76	—	—	—	己二酸二(2-乙基己)酯	—	—	—	1.86	4.40
东莨菪内酯	70.16	70.84	30.98	—	16.46	2-乙基己醇	—	—	—	0.51	—
2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚)	38.53	22.68	22.14	9.69	17.73	顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷	—	—	—	1.08	—
γ-喜马拉雅烯	3.97	—	3.74	—	—	丁酸乙酯	—	—	—	—	5.35
亚油酸	3.06	—	—	—	—	油酸酰胺	5.51	—	8.74	—	7.55
棕榈酸乙酯	6.17	—	—	—	—	邻苯二甲酸二丁酯	16.52	—	—	—	5.11
5-(十氢-5,5,8a-三甲基-2-亚甲基-1-萘基)-3-甲基-[1S-[1.α(E),4a.β,8a.α]]-2-戊烯酸	75.97	—	—	—	—	1,1,3-三乙氧基丙烷	—	—	—	—	1.27
11,12-二羟基螺酯-1(10)-烯-2-酮	25.93	8.53	—	—	4.01	1,1-二乙氧基丙烷	—	—	4.74	—	6.64
4-叔丁基苯丙酮	19.13	—	—	—	—	3,3,4,6-四甲基-2,3-2H-苯并咪唑-2-酮	—	—	—	—	2.64
间苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	4.36	—	—	—	—	1-乙基-6-甲基-2(1H)-吡啶酮	—	—	5.74	—	—
4-(3-羟基-1-丁烯基)-3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮	11.4	10.23	7.31	—	5.19	4-丁基苯胺醇	—	—	6.74	—	—
3-羟基-β-大马酮	7.08	6.38	10.74	—	2.48	4-叔丁基苯丙酮	—	—	17.48	—	—
芥酸酰胺	—	16.64	87.35	3.34	—	3-羟基-7,8-二氢-β-紫罗兰醇	—	—	11.74	—	—
十二烷	—	1.45	—	0.62	—	DL-泛酰内酯	—	7.38	—	—	—
烟碱	297.37	562.93	452.00	74.90	586.04	金合欢基丙酮	—	9.38	—	—	—
麦斯明	—	12.26	7.82	—	5.00	2,7-二甲基-5-(1-甲基乙烯基)-1,8-壬二烯	4.69	—	—	—	—
异丙肾上腺素	—	6.32	—	—	2.26	乙酸植物醇	48.26	—	—	—	—
2-(1',2'-二羟基-1'-甲基乙基)-6,10-二甲基螺环[4,5]十二碳-6-烯-8-酮	—	—	7.35	—	—	5,5-二甲基-4-(3-氧丁基)-螺环[2.5]辛烷	5.58	—	—	—	—
						总量	739.30	752.89	692.79	92.00	677.83

注:—表示未检出,下同。

表2 3个主成分的贡献率

Table 2 Contribution rate of three principal components

主成分	特征值	贡献率/%	累积贡献率/%
1	17.511	43.777	43.777
2	9.134	22.835	66.611
3	7.724	19.310	85.921

负半轴,为烟碱、丁酸乙酯、1,1,3-三乙氧基丙烷、3,3,4,6-四甲基-2,3-2H-苯并咪唑-2-酮等。

2.3 卷烟纸加香样品感官评吸结果

膜分离组分的卷烟纸加香样品感官评吸结果见表4。由表4可以看出,M5组分的感官评吸结果最佳,能增加卷烟香气,使烟气柔和、刺激性减小,还可提高余味舒适度。M0中含有蛋白质、淀粉、蜡质等

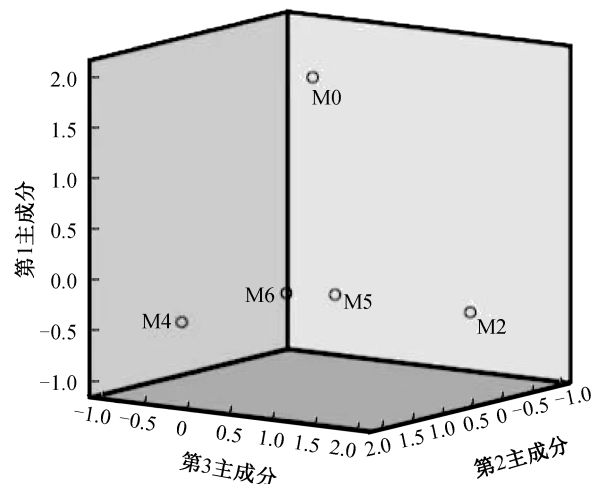


图2 膜分离组分主成分散点图

Fig. 2 Dispersion points of main components of membrane separation fractions

表3 主成分载荷矩阵
Table 3 Principal components load matrix

编号	指标	主成分			编号	指标	主成分		
		1	2	3			1	2	3
1	巨豆三烯酮	0.998	-0.035	-0.055	21	3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八烷醇酯	0.981	0.084	-0.160
2	棕榈酸	0.980	-0.073	0.171	22	1-亚乙基新十八氢-7a-甲基-(1Z,3a.α,7a.β)-1H-萘	-0.305	0.372	0.877
3	天然维生素 E	0.999	-0.040	0.033	23	己二酸二(2-乙基己)酯	-0.400	-0.532	-0.528
4	东莨菪内酯	0.622	0.255	0.715	24	2-乙基己醇	-0.299	-0.556	-0.272
5	2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚)	0.898	0.322	0.204	25	顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷	-0.299	-0.556	-0.272
6	γ-喜马拉雅烯	0.653	0.702	-0.239	26	丁酸乙酯	-0.267	-0.288	-0.405
7	亚油酸	0.998	-0.035	-0.055	27	油酸酰胺	0.155	0.616	-0.592
8	棕榈酸乙酯	0.998	-0.035	-0.055	28	邻苯二甲酸二丁酯	0.943	-0.128	-0.185
9	5-(十氢-5,5,8a-三甲基-2-亚甲基-1-萘基)-3-甲基-[1S-[1.α(E),4a.β,8a.α]]-2-戊烯酸	0.998	-0.035	-0.055	29	1,1,3-三乙氧基丙烷	-0.267	-0.288	-0.405
10	11,12-二羟基螺酯-1(10)-烯-2-酮	0.959	-0.102	0.219	30	1,1-二乙氧基丙烷	-0.405	0.346	-0.539
11	4-叔丁基苯丙酮	0.998	-0.035	-0.055	31	3,3,4,6-四甲基-2,3-2H-苯并呋喃-2-酮	-0.267	-0.288	-0.405
12	间苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	0.998	-0.035	-0.055	32	1-乙基-6-甲基-2(1H)-吡啶酮	-0.235	0.925	-0.244
13	4-(3-羟基-1-丁烯基)-3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮	0.618	0.434	0.540	33	4-丁基苯胺醇	-0.235	0.925	-0.244
14	3-羟基-β-大马酮	0.281	0.928	0.236	34	4-叔丁基苯丙酮	-0.235	0.925	-0.244
15	芥酸酰胺	-0.296	0.933	-0.071	35	3-羟基-7,8-二氢-β-紫罗兰醇	-0.235	0.925	-0.244
16	十二烷	-0.330	-0.288	0.872	36	DL-泛酰内酯	-0.197	-0.045	0.975
17	烟碱	-0.209	0.361	0.347	37	金合欢基丙酮	-0.197	-0.045	0.975
18	麦斯明	-0.475	0.445	0.682	38	2,7-二甲基-5-(1-甲基乙炔基)-1,8-壬二烯	0.998	-0.035	-0.055
19	异丙肾上腺素	-0.300	-0.152	0.852	39	乙酸植物醇	0.998	-0.035	-0.055
20	2-(1',2'-二羟基-1'-甲基乙基)-6,10-二甲基螺环[4,5]十二碳-6-烯-8-酮	-0.235	0.925	-0.244	40	5,5-二甲基-4-(3-氧丁基)-螺环[2.5]辛烷	0.998	-0.035	-0.055

表4 膜分离组分的卷烟纸加香样品感官评吸结果
Table 4 Sensory evaluation results of cigarette paper falaving by membrane separation fractions

膜分离组分	香气质	香气量	浓度	杂气	刺激性	劲头	细腻
M0	=	=	=	=	=	=	=
M2	-	-	-	-	-	+	-
M4	-	-	-	-	-	+	-
M5	+	+	=	+	+	=	+
M6	-	-	-	-	-	=	-

注: +表示比 M0 有改善; -表示比 M0 差; =表示与 M0 相当。

成分,这些成分会影响卷烟的感官品质^[11-13]; M2 中也含有一定量的蛋白质、淀粉、蜡质等成分,而且在过滤时可能会损失或破坏某些香气成分进而影响加

香效果; M4 中的蛋白质、淀粉、蜡质等大分子成分已被前一步处理中使用的 50 nm 陶瓷膜截留,但是一些香味成分也可能损失或被破坏,因此也会影响加香效果^[14]。M5 中影响吸味的大分子成分已被过滤,而且特征香味成分较纯净且含量丰富,如 2-乙基己醇、己二酸二(2-乙基己)酯,因而其感官评吸效果最佳; M6 中可能仍含有一些非香气成分或影响香气的成分,因此其加香效果欠佳。

2.4 卷烟纸加香样品烟气粒相物挥发性成分分析结果

将感官评吸效果较好的 M5 组分添加至卷烟纸中制备加香卷烟样品作为实验组,以空白卷烟样品

为对照组,分析卷烟样品烟气粒相物挥发性成分,结果如表5所示。由表5可知,对照组共检测出41种化学成分,其挥发性成分总含量为553.93 μg/mL, M5组分共检测出40种化学成分,其挥发性成分总含量为952.13 μg/mL。与对照组相比, M5组分加香卷烟烟气粒相物中含量增加的化合物主要有棕榈酸、甲基环戊烯醇酮、(+)-香橙烯、(1S,3S,6R)-(-)-4-萜烯、反式角鲨烯、3-甲基-1H-吡啶等。

棕榈酸为十六烷酸,可以中和烟气,使烟气更加柔和,余味更加舒适。甲基环戊烯醇酮是一种具有焦甜香、烘烤栗子香的重要香味成分,可以赋予卷烟独特的香味特征^[15]。(+) -香橙烯、(1S,3S,6R)-(-)-4-萜烯、反式角鲨烯都是萜烯类化合物^[16-17],是重要的香味成分。其中,反式角鲨烯是烟叶中非色素的萜烯类成分,既能增进烟叶的吸味和香气,又可通过降解转化形成致香成分。3-甲基-1H-吡啶

表5 卷烟烟气粒相物挥发性成分对比结果

Table 5 Comparison analysis results of volatile components of particulate matter in cigarette smoke μg·mL⁻¹

化合物类别	化合物名称	含量		化合物类别	化合物名称	含量	
		对照组	实验组			对照组	实验组
生物碱类	烟碱	319.39	409.37	酮类	(6R,7E,9R)-9-羟基-4,7-巨豆二烯-3-酮	—	2.08
	麦斯明	1.81	2.27		1-(6,6-二甲基双环[3.1.0]十六烷-2-烯-2-基)-乙酮	—	0.83
	二烯烟碱	1.37	1.25	酯类	亚油酸甲酯	0.97	1.21
	2,3'-联吡啶	1.46	1.92		亚麻酸甲酯	1.12	—
醇类	叶绿醇	1.37	0.89		十四甲基十五酸甲酯	2.57	—
	金合欢醇	1.46	—		己二酸二(2-乙基己)酯	13.15	298.97
	3-BR-2,6,10,15,19,23-六甲基-(all-E)-6,10,14,18,22-四氨基戊烷-2-醇	1.16	—		甘油1,2-二乙酸酯	80.87	—
	乙酸植物醇	0.90	—		一乙酸甘油酯	2.25	—
	β-D-阿洛糖	15.17	7.81		丁二酸二乙酯	1.78	—
醛类	1,6-脱水吡喃葡萄糖	—	9.21		三醋精	—	107.76
	5-羟甲基糠醛	7.85	7.84		棕榈酸甲酯	—	3.47
	2-甲基-4-(2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基)-2-丁烯醛	1.66	—		2-糠酸甲酯	—	0.58
酸类	棕榈酸	24.86	23.83	丁二酸环己基乙酯	—	2.41	
		亚油酸	5.72	4.17	酚类	邻苯二酚	3.07
	亚麻酸	5.50	6.51	4-甲基苯酚		4.19	5.14
	油酸	5.08	—	2,2'-亚甲基双-(4-甲基-6-叔丁基苯酚)		7.86	8.94
	硬脂酸	2.63	2.68	1,4-苯二酚		—	5.57
	癸酸	3.70	—	苯酚	—	0.36	
	2-甲基-1-(1,1-二甲基乙基)-2-甲基-1,3-丙二醇酯丙酸	9.14	—	烷烃类	环十二烷	—	1.50
	肉豆蔻酸	0.94	—		二十七烷	—	1.83
反油酸	—	3.91	1,1,2-三甲基-环十一烷		—	2.46	
酮类	巨豆三烯酮	1.54	1.89	烯炔类	2,6,10,14,18-五甲基-2,6,10,14,18-二十碳五烯	2.52	3.59
	2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4H-吡喃-4-酮	6.95	8.46		反式角鲨烯	1.68	3.23
	4-叔丁基苯丙酮	1.29	—		(E)-3-十四烯-5-炔	0.84	—
	6-甲基-3(2H)-吡嗪酮	4.00	—		Z-8-十六烯	0.68	—
	4-(3-羟基-1-丁烯基)-3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮	1.45	—		(Z)-3-十四烯	2.16	—
	2-羟基-5-甲基苯乙酮	0.62	—	(+)-香橙烯	—	1.47	
	反式-2(1H)-八氢-4a,7,7-三甲基-萘酮	1.20	—	(1S,3S,6R)-(-)-4-萜烯	—	0.76	
	甲基环戊烯醇酮	—	0.84	苯类	2,3-二氢苯并呋喃	—	1.70
					2-丁基-5-己基八氢-1H-茛	—	0.90
				其他	3-甲基-1H-吡啶	—	2.34
					6-(1'-羟乙基)-2,2-二甲基铬酸盐	—	1.03

为杂环类化合物,是配制茉莉花香型的重要原料,具有鲜韵花香^[18]。根据加香卷烟烟气挥发性成分分析可以推测出,卷烟中加入 M5 组分后,烟气中的烷酸、酮类、萜烯类、杂环类成分增加较多,个别香味成分也明显增多,因此卷烟品质得到了提高。

3 结论

本文将薄片叶膏经 50 nm 陶瓷膜、100 kD 有机膜和 10 kD 有机膜分离处理后共得到 5 个组分(分别为 M0、M2、M4、M5 和 M6),采用 GC-MS 对 5 个组分进行分析,分别检测出 68 种、45 种、45 种、7 种和 36 种挥发性成分,其挥发性成分总量分别为 1 109.03 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1 042.14 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、828.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、92.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、762.42 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。对挥发性成分进行主成分分析发现,M2 和 M5 组分的香味成分有一定的相似性,但与其他 3 组样品有明显差异,其中影响 M5 组分的香味主成分主要为 2-乙基己醇、顺式-1-(环己基甲基)-4-乙基-环己烷等。将 5 种组分分别添加至卷烟纸中进行感官评吸,结果表明,M5 组分的感官评吸效果最好,加香后的卷烟特征膏甜香和烟草本香明显增加,吸味更醇和,刺激性也有所改善;烟气中的酚类、烷烃类和苯类成分增加较多,个别香味成分(如甲基环戊烯醇酮、(+)-香橙烯等)也明显增多,从而使卷烟品质得到提高。

参考文献:

- [1] BHADOURIA A S, SORCI M, GU M, et al. Optimization of membrane separation processes for protein fractionation[J]. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2014, 53(13): 5103-5109.
- [2] MUOZ-ALMAGRO N, PRODANOV M, WILDE P J, et al. Obtainment and characterisation of pectin from sunflower heads purified by membrane separation techniques[J]. *Food Chemistry*, 2020, 318: 126476.
- [3] 高猛峰,赵黎明.膜集成技术在烟草薄片萃取液分离浓缩中的应用[C]//中国食品科学技术学会.中国食品科学技术学会第十七届年会论文集.西安:[出版者不详],2020:481-482.
- [4] 杜锐,李猷,袁润蕾,等.膜技术提高造纸法再造烟叶的感官品质[J].*烟草科技*,2008(2): 39-41.
- [5] 张静楠,张峻松.基于膜分离技术提高碎片浓缩液质量的研究[J].*福建分析测试*,2015,24(2):27-29.
- [6] 吴彦,俞金伟,黄东业,等.膜分离技术精制罗汉果香味成分及应用[J].*烟草科技*,2019,52(7):51-60.
- [7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.卷烟 第4部分 感官技术要求:GB 5606.4—2005[S].北京:中国标准出版社,2005.
- [8] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.卷烟 用常规分析用吸烟机测定总粒相物和焦油:GB/T 19609—2004[S].北京:中国标准出版社,2004.
- [9] 许春平,曲利利,杜欢哲,等.云烟精油陶瓷膜分离组分的关键香气成分与感官属性的相关性分析[J].*轻工学报*,2021,36(3):45-53.
- [10] 张峻松,贾春晓,毛多斌,等.金合欢基丙酮的合成与表征[J].*化学世界*,2004(2):86-88.
- [11] 李媛媛,高彦祥.膜分离技术纯化栀子黄色素的研究[J].*食品科学*,2006(6):113-117.
- [12] 苏加坤,罗娟敏,徐达,等.基于PLSR分析蛋白质与淀粉对市售卷烟感官品质的影响[J].*食品与机械*,2015,31(5):16-20.
- [13] 杨艳芹,袁凯龙,夏琛,等.分子蒸馏分离废次烟末致香成分及在烟草中的应用[J].*应用化学*,2015,32(12):1448-1454.
- [14] 郑建宇,刘晶,周桂园,等.超滤膜组合技术对烟草提取物化学成分的影响[J].*烟草科技*,2019,52(12):70-78.
- [15] 叶晓青.新型甜味剂在卷烟配方中的作用[J].*烟草科技*,2000(2):3-4.
- [16] 曹晓玉,杨佳玫,杨虹琦,等.烟草萜烯类化合物种类及其分析方法研究进展[J].*作物研*

究,2013,27(3):296-301.

学,2011,32(3):51-56.

[17] 朱显灵,潘文杰,陈懿,等.不同品种烤烟鲜叶表面提取物的主要成分分析[J].中国烟草科

[18] 温俊峰.3-甲基吡啶的合成研究进展[J].榆林学院学报,2011,21(6):13-17.

Analysis of volatile components of reconstitution tobacco extract refined by membrane separation and application of cigarette paper flavoring

XU Chunping¹, ZHOU Pengfei¹, LIU Yuanshang², XUE Fang³, SU Haiyang¹,
JIA Xuewei¹, LIANG Yongwei¹, SHI Fengcheng³

1. College of Food and Bioengineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

2. Technology Center, China Tobacco Hebei Industrial Co., Ltd., Shijiazhuang 050000, China;

3. Technology Center, China Tobacco Sichuan Industrial Co., Ltd. / Harmful Components and Tar Reduction in Cigarette Key Laboratory of Sichuan Province, Chengdu 610000, China

Abstract: 50 nm ceramic membrane and 100 kD and 10 kD organic membrane were used to separate the reconstitution tobacco extract, the obtained fractions were analyzed by GC-MS analysis, principal component analysis of volatile components, evaluation cigarette paper flavoring, and particle composition analysis of flavoring cigarette smoke. The results showed that 68, 45, 45, 7 and 36 volatile components were detected in the unseparated component (M0), 50 nm ceramic membrane interception component (M2), 100 kD organic membrane interception component (M4), 10 kD organic membrane permeation component (M5) and 10 kD organic membrane interception component (M6), respectively, and the total volatile components were 1 109.03 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 1 042.14 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 828.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 92.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 762.42 $\mu\text{g}/\text{mL}$, widely existing in the five components were nicotine, 2,2'-methylene bis-(4-methyl-6-tert-butylpheno. The unique components of M5 were 2-ethylhexanol and cis-1-(cyclohexylmethyl)-4-ethyl cyclohexane. The results of principal component analysis of M5 component were similar to M2 to a certain extent, but there were obvious differences with the other three components. The main components that affected the flavor of M5 were 2-ethylhexanol, cis-1-(cyclohexylmethyl)-4-ethyl cyclohexane. When M5 were added to cigarette paper, the sensory evaluation effect of cigarette was the best, the phenolic, alkane and benzene components in the smoked significantly increased, and the individual flavor components (such as methyl cyclopentanol ketone, (+)-vanorene, etc.) also increased, which had a significant flavoring effect.

Key words: reconstitution tobacco extract; membrane separation; GC-MS; principal component analysis; cigarette paper flavoring

(责任编辑:吴晓亭)