



基于烟末和玫瑰混合提取的新型烟用香精及其应用研究

吴彦¹,梁永伟²,薛云¹,李天笑²,孙丽莉³,许春平²,徐志强³

1. 广西中烟工业有限责任公司 技术中心,广西 南宁 530001;

2. 郑州轻工业大学 烟草科学与工程学院,河南 郑州 450001;

3. 安徽中烟工业有限责任公司 技术中心,安徽 合肥 230088

摘要:为开发新型烟用香精,将酶解预处理的低次烟叶和玫瑰干花瓣进行混合提取,采用有机溶剂加热回流法制备浸膏,通过单因素和响应面试验对混合提取的工艺参数(乙醇体积分数、烟末和玫瑰末混合比、物料比)进行优化,并对比分析单独提取和混合提取浸膏香味成分的差异及卷烟加香效果。结果表明:低次烟叶最优酶解条件为酶解温度 50 ℃、酶解时间 6 h、酶添加量 150 U/g 烟叶;各因素对香味成分含量的影响大小依次为乙醇体积分数>烟末和玫瑰末混合比>物料比,最优制备工艺条件为乙醇体积分数 69%,烟末和玫瑰末混合比 1.8:1,物料比 1:35;玫瑰样品、烟末样品、烟末和玫瑰混合提取样品检测出的挥发性成分分别有 44 种、47 种、64 种,挥发性成分总量分别为 325.19 μg/g、1 289.6 μg/g、1 642.89 μg/g,其中混合提取样品中的醇类、酯类、醛类、酮类化合物含量较单独提取明显增多,烟碱含量有所降低。将最优工艺条件下的烟末和玫瑰混合提取样品应用于卷烟加香后,卷烟的香气质有所提升,且伴有花香和甜香,香味更加丰富饱满,刺激性降低,余味更加纯净舒适,感官品质更好。

关键词:低次烟叶;玫瑰;混合提取;香味成分;烟用香精

中图分类号:TS426 **文献标识码:**A

0 引言

在卷烟产品开发过程中,往往通过外加香料来提高卷烟的吸食品质^[1-3]。烟草浸膏是从烟草中提取的具有烟草本香的一类产品,可以提高烟草主体香气,赋予卷烟更自然、饱满的香气^[4-5]。韦杰等^[6]利用复合酶处理低次烟叶制备烟草浸膏,发现烟气

浓度和劲头明显增加,烟气柔和细腻,有润感和甜感。

玫瑰精油在卷烟加香中已得到广泛的应用^[7-8],其中大马士革玫瑰精油凭借独特、优雅的花香而备受调香师的喜爱,在化妆品、食品、烟草等领域应用广泛^[9-10]。目前,玫瑰在烟用香料的研究主要是其精油的提取及卷烟调香方面^[11],然而,鲜见

收稿日期:2024-07-01;修回日期:2024-09-06

基金项目:中国烟草总公司重大科技项目(110202201005(JY-05));河南省重大科技专项(231100310200)

作者简介:吴彦(1972—),男,北京市人,广西中烟工业有限责任公司研究员,主要研究方向为卷烟增香保润和香精香料开发。

E-mail:abelabel@126.com

通信作者:徐志强(1974—),男,安徽省安庆市人,安徽中烟工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟草香料开发。

E-mail:783577002@qq.com

将大马士革玫瑰与烟末混合提取制备烟用香精方面的研究。

混合提取相比于单独提取能在一次提取过程中同时获得多种化合物,耗时短、成本低,且不同化合物之间可能会相互促进提取,提高总体提取率,改善提取效果^[12]。目前,混合提取的复合作用来源于中药理论,有研究^[13-15]表明,在混合提取中药成分时,药物有效成分的提取率有所提高,某些药物的毒性得到消除或减轻,有时还可能生成新物质,发挥新的生理活性。陈丹妮等^[16]考查了提取时间、溶剂倍量和乙醇体积分数对黄柏与紫草混合提取的影响,发现两味药中的4个指标性成分含量均较高。V. Postružnik 等^[17]对比了大麻单独提取和大麻、生姜、姜黄、小豆蔻混合提取对大麻素提取率的影响,发现混合提取时大麻素的提取率明显优于单独提取。

鉴于混合提取技术的优势,本研究拟将酶解低次烟叶和大马士革玫瑰进行混合提取制备烟用香精,利用单因素和响应面试验优化提取条件,并评价其卷烟加香应用效果,以期考查混合提取技术在制备烟用香精方面的可行性。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

库存低档次下部烟叶,四川凉山彝族自治州;大马士革玫瑰干花,安徽中烟宣城香料植物基地;空白卷烟,安徽中烟工业有限责任公司;无水乙醇、二氯甲烷,天津市富宇精细化工有限公司;无水硫酸钠,天津市永大化学试剂有限公司;乙酸苯乙酯,北京百灵威科技有限公司;中性蛋白酶(50 000 U/g),上海麦克林生化科技有限公司;纤维素酶(400 000 U/g),上海源叶生物科技有限公司;果胶酶(50 000 U/g),上海源叶生物科技有限公司。所用试剂均为分析纯。

1.2 主要仪器与设备

50S 型粉碎机,郑州凯鹏实验仪器有限公司;TDZ5-WS 型离心机,湖南湘仪实验室仪器开发有限公司;YRE-2000A 型旋转蒸发仪,巩义市予华仪器有限责任公司;MJ-22DJ 型超声波清洗机,长沙明杰仪器有限公司;6890-5973N 型气相色谱-质谱联

用(GC-MS)仪,美国安捷伦科技有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 原料预处理 将烟叶和玫瑰分别置于45℃烘箱中干燥4 h,用粉碎机打粉,将过40目筛(孔径0.42 mm)的粉末装入密封袋中密闭保存,备用。

1.3.2 烟末的酶解 精确称取(10.00±0.02) g 烟末置于托盘中,分别将中性蛋白酶0.03 g、纤维素酶0.003 8 g、果胶酶0.03 g(加酶量按150 U/g 烟末)溶于2 mL 去离子水中,均匀喷洒在烟末上,将烟末置于适宜温度恒温箱中进行酶解。酶解结束后,使用80℃烘箱灭酶处理20 min。将所得烟末按物料比1:30 加入70%(若无特指,百分数均指体积分数,下同)的乙醇溶液,水浴加热回流2 h,经冷却、离心后,取上清液,利用旋转蒸发仪将其浓缩至原始体积的1/10,待测。

1.2.3 复合酶处理烟末单因素试验 分别考查酶解温度(35℃、40℃、45℃、50℃和55℃)、酶解时间(4 h、5 h、6 h、7 h 和 8 h)、酶添加量(50 U/g、100 U/g、150 U/g、200 U/g 和 250 U/g)对感官品质和香味物质含量的影响。

1.2.4 烟末和玫瑰混合提取单因素试验 将最优酶解条件下的烟末(下文简称为烟末)和玫瑰末按1:1 质量比进行掺配(总质量为10 g),按不同物料比(1:20、1:25、1:30、1:35 和 1:40)加入70%的乙醇溶液,置于90℃水浴锅中加热回流2 h,经冷却、离心后,取上清液,利用旋转蒸发仪将其浓缩至原始体积的1/10,考查物料比对香味成分含量及感官评分的影响。

固定最优物料比和70%乙醇溶液,考查烟末和玫瑰末混合比(3:1、2:1、1:1、1:2 和 1:3)对香味成分含量及感官评分的影响,其他步骤同上。

溶剂浓度优化:固定最优物料比和混合比,考查乙醇溶液体积分数(50%、60%、70%、80%、90%)对香味成分含量及感官评分的影响,其他步骤同上。

1.2.5 响应面试验设计 在单因素试验的基础上,以乙醇体积分数(*A*)、烟末和玫瑰末混合比(*B*)、物料比(*C*)为自变量,以香味成分含量(*Y*)的最高响应值为中心点,设计3因素3水平响应面试验,采用Design Expert 10 软件设计响应面试验方案并对数据进行分析。响应面试验设计因素与水平见表1。



表 1 响应面试验因素和水平

Table 1 Experimental factors and levels of response surface method design

水平	因素		
	A/%	B	C
-1	60	1 : 1	1 : 30
0	70	2 : 1	1 : 35
1	80	3 : 1	1 : 40

1.2.6 玫瑰样品、烟末样品的制备 为对比混合提取效果,以单独提取烟末和玫瑰末作为参照样品,具体制备方法如下:分别取 6.4 g 烟末或 3.6 g 玫瑰末,均按物料比 1 : 35 加入 69% 乙醇溶液,置于 90 ℃ 水浴锅中加热回流 2 h,经冷却、离心后,取上清液,利用旋转蒸发仪将其浓缩至原始体积的 1/10,即得烟末样品或玫瑰样品,备用。

1.2.7 GC-MS 分析 取 1 g 待测样品加入 50 mL 二氯甲烷,超声萃取 30 min,在分液漏斗中静置 30 min,分液后向二氯甲烷萃取液中加入适量无水硫酸钠,置于 45 ℃ 的水浴锅中进行浓缩,浓缩至 1 mL 转至样品瓶中,加入 50 μL 质量浓度为 0.821 1 mg/mL 的乙酸苯乙酯作为内标,采用 GC-MS 法进行定量分析。

GC 条件:HP-5 MS 毛细管柱(60 mm×0.32 mm×0.25 μm);进样口温度 230 ℃;汽化温度 270 ℃;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 ℃ 维持 2 min,以 5 ℃/min 的速度升温至 140 ℃ 维持 2 min,以 3 ℃/min 的速度升温至 260 ℃ 维持 5 min,以 3 ℃/min 的速度升温至 280 ℃ 维持 10 min。

MS 条件:接口温度 280 ℃,四极杆温度 150 ℃,离子源温度 230 ℃,离子化方式 EI,电子能量 70 eV,质量扫描范围 35~500 amu。

采用 NIST 20 库检索法进行定性分析,选择匹配度≥80%的化合物,采用内标法进行定量分析。本文烟草中检测到的香味物质含量为挥发性物质含量减去烟碱含量。

1.2.8 感官评价方法 将玫瑰样品、烟末样品及混合提取样品用 75%乙醇稀释 10 倍,利用微量进样针吸取 3 μL 均匀注射到空白卷烟中,每个样品重复 3

组实验,将加香卷烟放入温度为(22±1) ℃,相对湿度为(60±3)%的恒温恒湿箱中平衡 48 h,参考《卷烟 第 4 部分:感官技术要求》(GB 5606.4—2005)^[18]的方法进行感官评价。

1.4 数据处理与分析

借助 Excel 2019 对所得数据进行汇总和整理。通过 Design expert 13 软件进行响应面设计和分析,利用 Origin 8.5 软件作图。

2 结果与分析

2.1 烟末酶解单因素试验结果分析

酶解温度、酶添加量和酶解时间对酶解温度对烟末样品感官得分及香味成分含量的影响分别见图 1—图 3。由图 1 可知,感官得分及香味成分含量

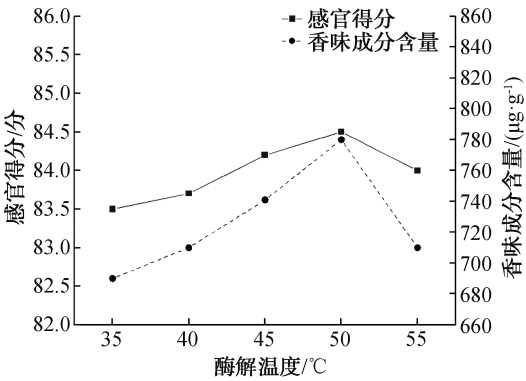


图 1 酶解温度对烟末样品感官得分及香味成分含量的影响

Fig. 1 Effect of enzymatic hydrolysis temperature on sensory score and aroma compound content of tobacco powder samples

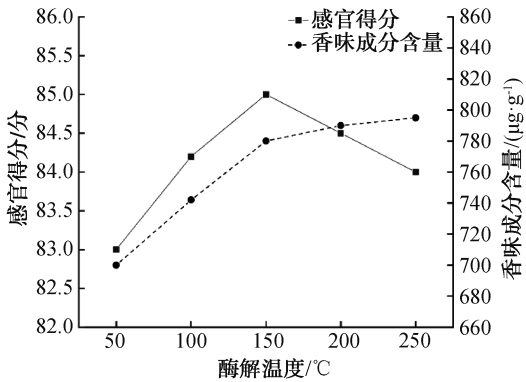


图 2 酶添加量对烟末样品感官得分及香味成分含量的影响

Fig. 2 Effect of enzyme addition on sensory score and aroma compound content of tobacco powder samples

均随酶解温度的升高呈先增大后减少的趋势,并在 50 ℃ 时达到最大值。由图 2 和图 3 可知,在酶添加量为 150 U/g 和酶解时间为 6 h 的条件下,感官得分最高;而香味成分含量则在酶添加量为 250 U/g 和酶解时间为 8 h 时达到最大值。综合考虑,最终确定的酶解条件为:酶解温度 50 ℃,酶添加量 150 U/g,酶解时间 6 h。

2.2 烟末和玫瑰混合提取单因素试验结果分析

物料比、烟末和玫瑰末混合比、乙醇体积分数对混合提取样品感官得分及香味成分含量的影响分别见图 4—图 6。由图 4 可知,当物料比为 1 : 35 时,卷烟感官得分和香味成分含量达到最大值。由图 5、图 6 可知,烟末和玫瑰末混合比与乙醇体积分数对混合提取样品感官得分及香味成分含量的影响较大,感官得分和香味成分含量分别在烟末和玫瑰末混合比 2 : 1、乙醇体积分数 70% 时达到最大值。综上可知,烟末和玫瑰混合提取适宜条件为物料比 1 : 35,烟末和玫瑰末混合比 2 : 1,乙醇体积分数 70%。

2.3 响应面试验结果分析

响应面试验结果见表 2,回归模型方差分析结果见表 3。利用 Design Expert 10 对表 2 的实验数据进行方程拟合分析,得到二次回归方程如下:

$$Y = 870.42 + 2.89A - 2.79B - 0.74C - 1.21AB + 2.33AC - 2.02BC - 5.18A^2 - 5.92B^2 - 7.39C^2$$

由表 3 可知,所选模型 $P < 0.01$,表明该模型具有极显著意义;失拟项差异不显著 ($P = 0.277 > 0.05$),表明该模型可信。根据 P 值可知, A 、 B 、 A^2 、

B^2 、 C^2 对香味成分含量影响极显著;交互项 AC 、 BC 对香味成分含量影响极显著;交互项 AB 对香味成

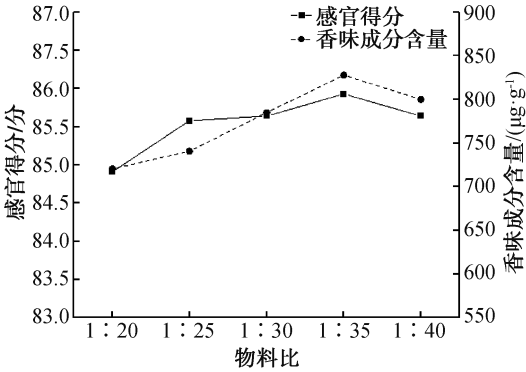


图 4 物料比对混合提取样品感官得分及香味成分含量的影响

Fig. 4 Effect of material ratio on sensory score and aroma compound content of mixed extraction samples

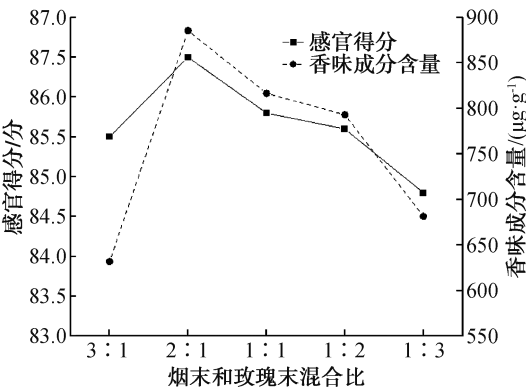


图 5 烟末和玫瑰末混合比对混合提取样品感官得分及香味成分含量的影响

Fig. 5 Effect of mixing ratio of tobacco powder to rose powder on sensory score and aroma compound content of mixed extraction samples

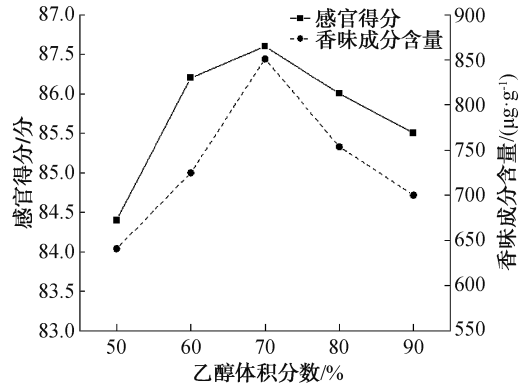


图 6 乙醇体积分数对混合提取样品感官得分及香味成分含量的影响

Fig. 6 Effect of ethanol volumw fraction on sensory score and aroma compound content mixed extraction samples

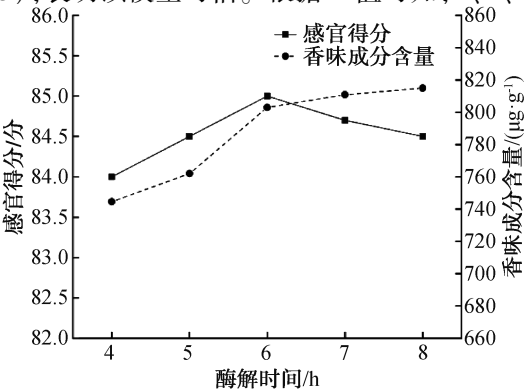


图 3 酶解时间对烟末样品感官得分及香味成分含量的影响

Fig. 3 Effect of enzymatic hydrolysis time on the sensory score and aroma compound content of tobacco powder samples

表 2 响应面试验结果

Table 2 Response surface experimental results

试验号	A	B	C	Y/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)
1	0	1	1	852.05
2	-1	-1	0	857.59
3	0	-1	-1	858.15
4	-1	0	-1	858.94
5	-1	1	0	854.71
6	0	1	-1	856.31
7	0	-1	1	861.95
8	1	0	1	861.43
9	0	0	0	870.74
10	0	0	0	871.49
11	0	0	0	870.08
12	-1	0	1	851.56
13	1	-1	0	866.35
14	1	1	0	858.64
15	1	0	-1	859.50
16	0	0	0	869.23
17	0	0	0	870.58

表 3 回归模型方差分析结果

Table 3 Analysis results of variance for regression models

方差来源	自由度	Adj SS	Adf MS	F 值	P 值	显著性
模型	9	723.543	80.394	83.734	<0.001	**
A	1	66.817	66.817	69.593	<0.001	**
B	1	62.329	62.329	64.918	<0.001	**
C	1	4.366	4.366	4.547	0.070	ns
AB	1	5.832	5.832	6.075	0.043	*
AC	1	21.669	21.669	22.569	0.002	**
BC	1	16.241	16.241	16.916	0.005	**
A ²	1	112.957	112.957	117.649	<0.001	**
B ²	1	147.664	147.664	153.798	<0.001	**
C ²	1	229.759	229.759	239.304	<0.001	**
残差	7	6.721	0.960			
失拟项	3	3.916	1.305	1.862	0.277	ns
纯误差	4	2.805	0.701			
合计	16	730.264				
$R^2 = 99.08\%$		$R^2_{\text{Adj}} = 97.90\%$				

注:ns 表示对结果影响不显著($P>0.05$),* 表示对结果影响显著($P<0.05$),** 表示对结果影响极显著($P<0.01$)。

分含量影响显著。根据 F 值可知,各因素对香味成分含量影响的大小顺序为 $A>B>C$,即乙醇体积分数>烟末和玫瑰末混合比>物料比。利用 Design Expert 10 分析模型的可信度,得到模型的决定系数 $R^2=99.08\%$,调整决定系数 $R^2_{\text{Adj}}=97.90\%$, R^2 接近 1,表明模型预测的响应值准确,适合对香味成分含量进行分析和预测。

响应面曲面图可以预测和检验自变量的响应值和自变量之间的关系^[19],如果响应面陡峭,表明因素变化对响应值影响显著;等高线图能直观反映因素交互作用对影响值的影响,圆形表示交互作用不显著,椭圆形则表示交互作用显著^[20]。各因素之间交互作用对香味成分含量影响的响应面及等高线图见图 7。由图 7 可知,乙醇体积分数与物料比、烟末和玫瑰末混合比与物料比的交互作用对香味成分含量影响极显著,乙醇体积分数、烟末和玫瑰末混合比、物料比对香味成分含量影响均呈抛物线趋势,即各因素在所选取的实验范围内,响应值存在极大值。

以香味成分含量最大化为优化目标,运用 Design Expert 10 对实验结果进行多元回归拟合分析,确定最佳的反应条件为: $A=69.174\%$, $B=1.767:1$, $C=1:34.844$,此时响应值 $Y=872.850\mu\text{g/g}$,因考虑到实际操作的方便性,将实验最佳工艺参数修正为:乙醇体积分数 69%、烟末和玫瑰末混合比 1.8:1、物料比 1:35,在此条件下,进行 3 次重复性实验,测得实际香味成分含量平均值为 $883.65\mu\text{g/g}$,与预测值较接近,表明该回归模型预测性较好。

2.4 GC-MS 结果分析

不同样品的挥发性物质及含量见表 4。由表 4 可知,玫瑰样品、烟末样品、最优工艺条件下烟末和玫瑰混合提取样品共检测出 94 种挥发性成分,包括酸类、醇类、酮类、醛类、酯类、烷烃类、烯烃类和杂环类化合物。玫瑰样品、烟末样品、最优工艺条件下混合提取样品检测出的挥发性成分分别有 44 种、47 种和 64 种,挥发性成分总量分别为 $325.19\mu\text{g/g}$ 、 $1289.6\mu\text{g/g}$ 、 $1642.89\mu\text{g/g}$;在保持提取条件相同情况下,混合提取样品中的醇类、醛类、酯类、酮类化合物含量较单独提取有所增加。而酸类、杂环类等化合物含量有所降低。推测出现该结果的原因有以下几点:1)不同成分之间的相互作用可能改变了提取的动力学,使得醇类、醛类、酮类等化合物的提取量增加^[21];2)酸类化合物与生物碱发生酸碱中和反应导致二者含量降低^[22]。此外,在混合提取样品中产生了新的物质,如去氢吐叶醇、羟基香茅醇、3-羟基- β -紫罗兰酮等,这可能是烟叶和玫瑰中的某

些成分在混合提取过程中相互作用发生氧化还原等反应,导致生成新的化学物质^[23-25];也有可能是混合提取过程中不同溶质在溶剂中的相互作用可能影响它们的溶解度,从而溶解出新的物质^[24]。

已有研究^[26]报道,醇类香气成分与香气得分呈正相关。因此,混合提取样品中醇类香气成分(苯乙醇含量(29.24 μg/g)、香紫苏醇(18.02 μg/g)、苯甲醇(2.88 μg/g)、香叶基香叶醇(4.08 μg/g))的增加有利于香气得分的提高,其中苯乙醇具有玫瑰花香,可增加卷烟中的花香和甜香^[26];香紫苏醇具有龙涎香,可使香气持久细腻^[27];苯甲醇、香叶基香叶醇具有弱花香^[28],推测上述醇类物质的增加是使烟气呈现花香的主要原因。

混合提取样品中,酮类(98.65 μg/g)和酯类(178.57 μg/g)化合物相比单独提取含量分别增加了49.7%和33.8%。酮类化合物主要为西柏烷类和类胡萝卜素转化产物,其中茄酮作为西柏烷类转化产物,具有新鲜胡萝卜香味,可增加烟草香味^[29],4,7,9-巨豆三烯-3-酮、9-羟基-4,7-巨豆二烯-3-酮、香叶基丙酮、4-羟基-β-二氢大马酮等是类胡萝卜素转化产物^[30],其中香叶基丙酮具有玫瑰的香气^[31]。大部分酯类化合物具有果香、花香、酒香等芳香性气味,具有柔和烟气的作用^[32]。

2.5 卷烟加香结果分析

将单独提取的玫瑰样品、烟末样品、最优工艺条件下烟末和玫瑰混合提取样品分别应用于卷烟

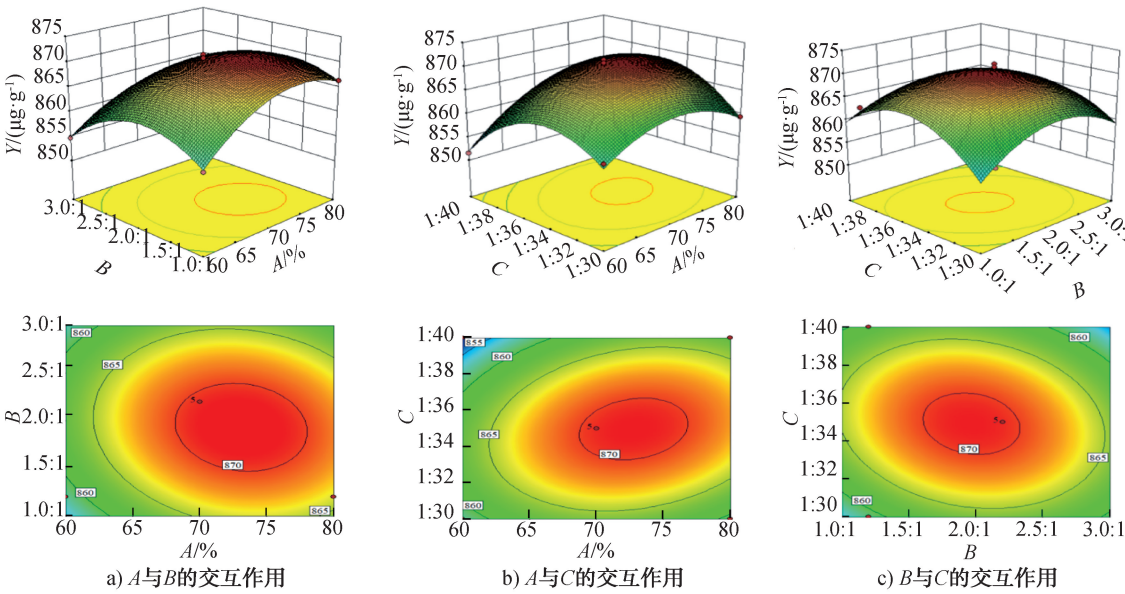


图7 各因素之间交互作用对香味成分含量影响的响应面及等高线图

Fig. 7 Response surface and contour diagram of the effect of the interaction between various factors on the aroma compound content

表4 不同样品的挥发性物质及含量

Table 4 Volatile substances and their contents in different samples

类别	化合物名称	含量/(μg·g ⁻¹)			类别	化合物名称	含量/(μg·g ⁻¹)		
		玫瑰	烟末	混合提取样品			玫瑰	烟末	混合提取样品
酸类	棕榈酸	54.72	34.43	78.58	酸类	癩酸	3.97	—	—
	亚麻酸	52.24	31.58	78.39		辛酸	5.71	—	6.60
	异亚油酸	—	16.43	—		3-羟基-4-甲氧基苯甲酸	—	—	2.73
	苯乙酸	—	3.90	7.62		3-羟基月桂酸	—	—	2.24
	苯甲酸	0.50	2.10	5.60		小计	180.21	88.44	227.70
	月桂酸	3.15	—	4.80	醇类	叶绿醇	—	20.49	16.52
	香叶酸	1.70	—	—		反式-3-(4-羟基-3-甲氧基苯基)-2-丙烯-1-醇	—	2.85	2.83
	肉豆蔻酸	4.03	—	—		β-谷甾醇	—	2.32	—
	亚油酸	27.55	—	19.68					
	硬脂酸	24.59	—	18.37					
	壬酸	2.05	—	3.09					

表 4(续)

类别	化合物名称	含量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)			类别	化合物名称	含量/($\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$)		
		玫瑰	烟末	混合提取样品			玫瑰	烟末	混合提取样品
醇类	对羟基苯乙醇	2. 52	3. 80	10. 71	酮类	2,5,5,8a-四甲基-7,8-二氢-6H-1-苯并吡喃-3-酮	—	—	7. 14
	3-羟基-7,8-二氢- β -紫罗兰醇	—	1. 84	2. 80		小计	3. 59	62. 33	98. 65
	(2 <i>E</i> ,6 <i>E</i> ,11 <i>Z</i>)-3,7,13-三甲基-10-(2-丙基)-2,6,11-环十四碳三烯-1,13-二醇	—	66. 00	36. 36	酯类	亚麻酸甲酯	—	2. 39	—
	糠醇	—	0. 76	—		棕榈酸甲酯	0. 71	3. 37	4. 55
	γ -谷甾醇	—	0. 58	—		地苈普内酯	—	2. 55	4. 05
	香紫苏醇	—	15. 78	18. 02		己二酸二(2-乙基己)酯	22. 25	32. 84	85. 97
	桦木醇	—	8. 09	6. 52		亚油酸甲酯	—	2. 88	—
	松柏醇	0. 70	—	—		棕榈酸苯乙酯	10. 61	—	—
	苯乙醇	17. 88	1. 00	29. 24		对苯二甲酸二辛酯	4. 06	2. 09	19. 93
	香茅醇	0. 13	—	—		棕榈酸 2-乙基己酯	—	5. 03	—
	苯甲醇	0. 28	—	2. 88		(9 <i>Z</i> ,12 <i>Z</i>)-十八碳-9,12-二烯酸苯乙酯	14. 97	—	18. 75
	二十四烷醇	0. 92	—	—		对苯二甲酸二丁酯	0. 45	—	—
	羟基香茅醇	—	—	3. 22		十六酸乙酯	1. 40	—	—
	香叶基香叶醇	0. 46	—	4. 08		反亚油酸甲酯	0. 76	—	—
	正二十二醇	—	—	11. 64		戊酸香茅酯	5. 49	—	3. 51
	苯基-1,2-乙二醇	2. 97	—	3. 51		乙酸香茅酯	12. 07	—	26. 81
	去氢吐叶醇	—	—	13. 84		二氢猕猴桃内酯	2. 01	—	—
	(3 <i>S</i> ,5 <i>R</i> ,8 <i>S</i> ,7 <i>Z</i> ,9)-5,6-环氧-7-巨豆烯-3,9-二醇	—	19. 39	27. 20		香叶酸异戊酯	7. 59	—	15. 00
	小计	25. 86	142. 9	189. 37		小计	82. 37	51. 15	178. 57
醛类	香草醛	0. 26	—	—	烯烃类	新植二烯	—	76. 89	71. 78
	长叶醛	—	1. 42	11. 17		愈创木烯	—	9. 66	10. 34
	小计	0. 26	1. 42	11. 17		1-二十二烯	6. 53	3. 12	—
酮类	4-(3-羟基丁基)-3,5,5-三甲基-2-环己烯-1-酮	—	12. 12	16. 12		顺式-9-二十三烯	1. 14	—	—
	2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4 <i>H</i> -吡喃-4-酮	1. 62	2. 98	6. 95		(2 <i>Z</i> ,4 <i>E</i>)-3,7,11-三甲基-2,4,10-十二碳三烯	—	—	3. 79
	9-羟基-4,7-巨豆二烯-3-酮	—	29. 51	37. 83		反式角鲨烯	2. 93	—	—
	4-羟基- β -二氢大马酮	—	4. 52	6. 15		二十一(碳)烯	0. 99	—	—
	5,6-二氢-2(1 <i>H</i>)-吡啶酮	—	3. 99	6. 21		1-己烯	0. 39	—	—
	4,7,9-巨豆三烯-3-酮	—	3. 97	3. 62		4-(4-乙基环己基)-1-戊基环己烯	—	—	4. 15
	(3 <i>E</i>)-4-(4-羟基-2,2,6-三甲基-7-氧杂双环[4. 1. 0]庚-1-基)丁-3-烯-2-酮	—	0. 88	1. 87	烷烃类	小计	11. 98	89. 68	90. 05
	3,5-二羟基-2-甲基-4 <i>H</i> -吡喃-4-酮	—	0. 82	—		二十烷	1. 76	6. 32	16. 38
	二氢茉莉酮	—	3. 54	—		十二烷	—	1. 47	2. 16
	6-羟基-4,4,7a-三甲基-5,6,7,7a-四氢苯并呋喃-2(4 <i>H</i>)-酮	0. 83	—	—		二十八烷	—	23. 52	—
	4-羟基-5-甲基-3(2 <i>H</i>)-呋喃酮	1. 14	—	3. 39		正二十一烷	11. 48	—	18. 81
	4,4-二甲基-5 α -胆甾-3-酮	—	—	2. 96		二十七烷	5. 03	—	—
	茄酮	—	—	3. 82		十九烷	—	—	10. 73
	3-羟基- β -紫罗兰酮	—	—	2. 59		十八烷	—	—	7. 03
杂环类						癸烷	—	—	1. 06
						小计	18. 27	31. 31	56. 17
					杂环类	2-(1-甲基-2-吡咯烷基)-吡啶	2. 91	—	4. 87
						2,3'-联吡啶	—	3. 19	4. 39
						2-(12-十三碳烯-1-基)呋喃	—	4. 92	6. 28
						莨菪亭	—	7. 04	9. 83
						麦司明	—	2. 93	3. 15
						2-(7-十七碳炔-1-基氧基)四氢-2 <i>H</i> -吡喃	—	3. 68	—
						新烟草碱	—	4. 48	3. 91
						烟碱	—	797. 55	758. 78
						小计	2. 91	823. 79	791. 21
						总计	325. 19	1 289. 60	1 642. 89

注:—表示未检测出。

加香,其感官评吸结果见表 5。由表 5 可知,将最优工艺条件下烟末和玫瑰混合提取样品应用于卷烟加香后,卷烟的香气质有所提升,且伴有花香和甜香,香味更加丰富饱满,刺激性减小,余味更加纯净舒适,感官品质更好。

表 5 不同样品的卷烟加香感官评吸结果

Table 5 Sensory evaluation results of cigarette flavoring for different samples

样品	光泽	香气	谐调	杂气	刺激性	余味	合计
空白样品	4.0	27.0	4.0	11.0	17.0	21.0	84.0
玫瑰样品	4.0	27.5	4.5	11.0	17.5	21.5	86.0
烟末样品	4.0	28.0	4.0	11.0	17.0	21.0	85.0
混合样品	4.0	28.5	4.5	11.0	17.5	21.5	87.0

3 结论

本文将酶解预处理的低次烟叶和玫瑰进行混合提取,采用有机溶剂加热回流法制备浸膏,通过单因素和响应面试验优化混合提取的工艺参数,并对比分析了单独提取和混合提取浸膏香味成分的差异及卷烟加香效果。结果表明:低次烟叶最优酶解条件为酶解温度 50 ℃,酶解时间 6 h,酶添加量为 150 U/g 烟叶;混合提取因素对香味成分含量的影响大小为乙醇体积分数>烟末和玫瑰末混合比>物料比,最优工艺条件为乙醇体积分数 69%,烟末和玫瑰末混合比 1.8 : 1,物料比 1 : 35;在玫瑰样品、烟末样品及最优工艺条件下烟末和玫瑰混合提取样品中检测出的挥发性成分分别有 44 种、47 种、64 种,挥发性成分总量分别为 325.19 μg/g、1 289.6 μg/g、1 642.89 μg/g,其中混合提取样品中的醇类、酯类、醛类、酮类化合物含量较单独提取样品明显增加,酸类化合物和烟碱含量有所降低。将最优工艺条件下的烟末和玫瑰混合提取样品应用于卷烟后,卷烟的香气质有所提升,刺激性降低,余味更加纯净舒适。上述结果证明,混合提取技术在制备烟用香精方面有一定的可行性和应用价值。后续研究将采用多维联用技术(如 GC×GC-TOFMS)加强复杂香气分子的精准鉴定,通过感官组学解析关键致香成分的呈香阈值及协同增强效应,探索具有香气互补性的天然植物的组合提取技术。

参考文献:

[1] 贾学伟,代玉祥,何峰,等.薄荷颗粒香料的干燥工艺及滤棒加香应用研究[J].轻工学报,2024,39(3):62-71.

[2] 吴雷,董鸿辉,张荣亚,等.基于烟气转移行为和相对气味活度值的卷烟甜香香基模块开发与应用[J].中国烟草学报,2025,31(1):1-13.

[3] 张博,王新惠,孔波,等.基于烟草废弃物的水热反应香料制备及卷烟加香应用研究[J].轻工学报,2024,39(3):72-79.

[4] 叶建斌,齐晓娜,张婷婷,等.红茶菌发酵制备特色酸香型烟草浸膏[J].食品与生物技术学报,2021,40(10):104-111.

[5] 卢真保,胡武,孙胜南.烟草浸膏的亚临界萃取及成分分析[J].香料香精化妆品,2019(6):11-13,20.

[6] 韦杰,冀志霞,陈守文.复合酶处理废次烟末制备烟草浸膏[J].现代食品科技,2012,28(2):176-181.

[7] 王晓霞,魏杰,刘劲芸,等.云南食用玫瑰精油化学成分 GC/MS 分析及其应用研究[J].云南大学学报(自然科学版),2011,33(S2):414-417,421.

[8] 徐世涛,张虹娟,魏杰,等.微胶囊玫瑰精油的制备及其卷烟加香评价[J].云南大学学报(自然科学版),2013,35(S1):293-295.

[9] 刘彦红,赵湖江,张凤仙等.云南引种大马士革玫瑰精油的 GC-MS 分析[J].广州化工,2017,45(21):117-120.

[10] 徐晓俞,李程勋,毛方华,等.福建产大马士革玫瑰精油成分 GC-MS 分析[J].福建农业科技,2022,53(4):40-47.

[11] 李学刚,刘群,朱国健,等.平阴玫瑰精油成分分析及在卷烟中的应用[J].甘肃科技,2022,38(21):52-55.

[12] 李晶,朱娜,郑飞,等.红参红景天混合物提取工艺及其抗疲劳作用[J].食品工业科技,2019,40(16):181-185,191.

[13] 王星星,李淼,康小东,等.紫苏混合挥发油提取与包合工艺研究[J].药学与临床研究,2016,24(3):238-241.

[14] 张枫.中药提取工艺对药品质量的影响分析[J].临床医药文献电子杂志,2020,7(35):196.

[15] 张雪焕,张凤清,解耸林.人参麦冬混合提取对鲁斯可皂苷元含量的影响[J].食品科技,2015,40(11):209-212.

[16] 陈丹妮,秦昆明,王彬,等.关黄柏与紫草混合提取工艺的正交试验优选[J].时珍国医国药,2015,26(8):1909-1911.

[17] POSTRUŽNIK V, ŽITEK MAKOTER T, GORIČANEC D, et al. Extraction of active compounds from mixtures of hemp (*Cannabis sativa*) with plants of the *Zingiberaceae* family[J]. *Molecules*, 2023, 28(23):7826.

[18] 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.

[19] 徐响,孙丽萍,董捷. 响应面法优化蜂胶超临界二氧化碳萃取工艺的研究[J]. 食品科学,2009,30(8):86-89.

[20] 肖怀秋,李玉珍,林亲录,等. BoX-Behnken 响应面优化冷榨花生粕酶解制备花生肽工艺[J]. 中国粮油学报,2014,29(10):106-111,117.

[21] IVANOVIC J,ZIZOVIC I,RISTIC M,et al. The analysis of simultaneous clove/oregano and clove/thyme supercritical extraction[J]. The Journal of Supercritical Fluids,2011,55(3):983-991.

[22] 艾灵,万鑫浩,胡恢权,等. 中药制剂化学稳定性及其调控策略[J]. 世界中医药,2024,19(14):2196-2202.

[23] 林惠颖,辛嘉英,么婷婷,等. 利用大豆油脱臭馏出物酶法合成植物甾醇酯[J]. 食品工业科技,2018,39(11):62-66.

[24] 杜志敏,赵晶玉,丁娅,等. 生物炭基微生物菌剂修复重金属污染土壤研究[J]. 应用化工,2024,53(5):1160-1165.

[25] 陈智. 金银花和黄芩不同煎煮方式化学成分变化及抗病毒作用比较[J]. 中华中医药杂志,2019,34(10):4575-4579.

[26] 吴彦,俞金伟,马扩彦,等. 芒果香味物质提取及其微胶囊在卷烟加香中的应用[J]. 香料香精化妆品,2018,169(4):6-11,16.

[27] 肖协忠,王放,贺英,等. 烤烟致香成分与香气质量的相关性分析[J]. 中国烟草科学,2008,29(6):1-6,11.

[28] 宁勇,王晶,陈小敏,等. 福建烟叶提取物的制备及其在卷烟中的应用[J]. 香料香精化妆品,2019,176(5):21-25.

[29] 毛亚浩,张彤彤,余君,等. 混菌发酵对雪茄烟叶化学成分及香气品质的影响[J]. 湖北农业科学,2023,62(4):140-145.

[30] 刘俊辉,杨春强,范武,等. 卷烟烟气中7种香韵特征赋予组群的筛查[J]. 烟草科技,2019,52(4):44-50.

[31] 武士杰,付秋娟,信琪,等. 白酒大曲中产香微生物筛选及提升再造烟叶品质研究[J]. 轻工学报,2024,39(4):89-96,117.

[32] 冷月,胡芸,张进,等. 基于代谢组学方法的混合香精香料差异性物质鉴定与品质分析[J]. 分析测试学报,2024,43(2):226-235.

Research on novel tobacco flavoring based on co-extraction of tobacco powder and rose petals and its application

WU Yan¹, LIANG Yongwei², XUE Yu¹, LI Tianxiao², SUN Lili³, XU Chunping², XU Zhiqiang³

1. Technical Center, China Tobacco Guangxi Industrial Co., Ltd., Nanning 530001, China;

2. College of Tobacco Science and Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China;

3. Technical Center, Anhui China Tobacco Industry Co., Ltd., Hefei 230088, China

Abstract: To develop a novel tobacco flavoring, low-grade tobacco leaves were enzymatically treated and then co-extracted with dried rose petals. The extract was prepared using an organic solvent heating reflux method. Single-factor and response surface experiments were conducted to optimize the co-extraction parameters, including ethanol volume fraction, mixing ratio of tobacco powder to rose powder, and material ratio. The differences in aroma components between individually extracted and co-extracted samples were compared, and their effects on cigarette flavoring were analyzed. The results showed that the optimal enzymatic hydrolysis conditions for low-grade tobacco leaves were: enzymatic hydrolysis temperature of 50 ℃, enzymatic hydrolysis time of 6 h, and enzyme addition of 150 U/g of tobacco. The factors influencing the content of aroma compounds were ranked as follows: ethanol volume fraction>mixing ratio of tobacco powder to rose powder>material ratio. The optimal extraction conditions were determined as: ethanol volume fraction of 69%, mixing ratio (tobacco powder:rose powder) of 1.8:1, and material ratio of 1:35. The volatile components detected in the rose sample, tobacco powder sample, and co-extracted sample were 44, 47, and 64, respectively, with total volatile contents of 325.19 μg/g, 1289.6 μg/g, and 1642.89 μg/g, respectively. The co-extracted sample exhibited significantly higher levels of alcohols, esters, aldehydes, and ketones compared to individually extracted samples, while the nicotine content was reduced. When the co-extracted sample under optimal conditions was applied to cigarettes, the sensory quality of the cigarettes improved significantly. The cigarettes displayed enhanced aroma quality with floral and sweet notes, a richer and fuller fragrance, reduced irritation, and a cleaner, more comfortable aftertaste. This study demonstrates the potential of utilizing enzymatically treated low-grade tobacco leaves and rose petals for developing high-quality tobacco flavorings with improved sensory characteristics.

Key words: low-grade tobacco leaf; rose; co-extraction; aroma component; tobacco flavoring

[责任编辑:杨晓娟 贾学伟]