

# 基于感官导向的苹果浓缩汁膜分离精加工产品开发

务文涛<sup>1</sup>, 杨春强<sup>2</sup>, 崔凯<sup>2</sup>, 史清照<sup>2</sup>, 董振山<sup>1</sup>, 徐石磊<sup>1</sup>, 李炎强<sup>2</sup>, 张文娟<sup>2</sup>

1. 广西中烟工业有限责任公司 技术中心, 广西 南宁 530001;

2. 中国烟草总公司郑州烟草研究院 烟草行业烟草香料基础研究重点实验室, 河南 郑州 450001

**摘要:** 为开发多元化的苹果浓缩汁香料产品并提高该产品的功能聚焦度, 利用多级膜分离对自主研发的苹果浓缩汁进行精细化加工, 结合感官评价定位风格特征突出的苹果特色风味组群并进行重组试验, 利用热裂解-气相/质谱(Py-GC/MS)模拟分析感官评价结果较好的重组产品在卷烟燃吸过程中的香气释放情况。结果表明: 利用3级膜依次对苹果浓缩汁进行分离, 其中50 nm膜截留液在改善口感、增甜方面的作用突出, 50 kDa膜截留液能够提升卷烟香气、丰富性, 2 nm膜截留液凸显果香、甜香的效果显著。通过调整3个特色风味组群的组合配比, 可获得作用效果优于分离前苹果浓缩汁的重组产品。优选的重组产品热裂解产物中以杂环类和环戊酮类化合物居多, 主要表现为焦甜香、甜香、果香等香气类型。该研究基于苹果浓缩汁开发出多元化且特征突出的香料产品, 可为烟用天然香料的精细化加工产品开发提供参考。

**关键词:** 苹果浓缩汁; 膜分离; 特色风味组群; 重组产品; 感官导向

**中图分类号:** TS426; TQ657<sup>+</sup>.4 **文献标识码:** A

## 0 引言

烟草制品感官风味的数字化设计和精准调香对烟用香料, 特别是天然香料的特色化和多元化提出了更高要求<sup>[1]</sup>。然而, 天然香料的成分复杂, 部分副作用成分的存在或特征成分的配比不优, 往往会干扰精准调香, 甚至带来不良影响。另外, 天然香料中多种风味特色并存, 这在一定程度上降低了产品使用的自由度。因此, 天然香料的精细化加工

除了以往的除杂, 更重要的是聚焦其特色风味组群, 提高同源天然香料产品的功能聚焦度和多样性<sup>[2]</sup>。

在食品研究领域, 研究人员运用感官组学方法<sup>[3]</sup>, 成功获取了多种食品体系的关键香气<sup>[4]</sup>、味觉<sup>[5-6]</sup>和化学感觉<sup>[7-8]</sup>组群。在烟草研究领域, 研究者以感官导向的分离技术, 定位了卷烟主流烟气<sup>[9]</sup>的关键香气成分、烟草提取物<sup>[10]</sup>、焦麦芽提取物<sup>[11]</sup>、红枣提取物<sup>[12]</sup>等天然香料的特色风味组群,

收稿日期: 2024-09-25; 修回日期: 2024-11-21

基金项目: 中国烟草总公司重点实验室项目(110201903001); 广西中烟工业有限责任公司资助项目(GXZYCX2022A007)。

作者简介: 务文涛(1985—), 男, 河南省开封市人, 广西中烟工业有限责任公司工程师, 主要研究方向为卷烟产品开发。E-mail: wwt327@126.com

通信作者: 张文娟(1982—), 女, 河北省保定市人, 中国烟草总公司郑州烟草研究院高级工程师, 博士, 主要研究方向为烟用香料。E-mail: zhangwj@ztri.com.cn

这对探索卷烟风味表现的内在原因及卷烟调香具有重要意义。

苹果浓缩汁是卷烟生产加料工艺中最常用的天然香料之一,可以柔和烟气、降低刺激、减少杂气,改善卷烟抽吸品质,提升卷烟舒适度<sup>[13]</sup>。但苹果浓缩汁初级产品的果香较弱,风格特征不突出,且在卷烟中添加量较大时存在口腔刺激、收敛增大等副作用,限制了其在卷烟香精配方中的大量使用。基于此,本研究拟采用常规工艺提取制备苹果浓缩汁,通过感官导向的多级膜分离技术获得苹果特色风味组群并开展重组应用研究,以期为开发多元化的苹果浓缩汁精加工产品、满足多样化的卷烟调香需求提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料、试剂和仪器

**主要材料:**未加料加香的参比卷烟,由广西中烟工业有限责任公司制作;成熟苹果市售,陶瓷膜(50 nm、2 nm),南京翊翌陶瓷纳滤膜有限公司;卷式有机膜(50 kDa),中科瑞阳膜技术有限公司。

**主要试剂:**1,2-丙二醇、丙三醇(均为色谱级),葡萄糖、蔗糖(纯度均 $\geq 99.5\%$ ),肌糖(纯度 $99.0\%$ )、麦芽糖(纯度 $\geq 99.0\%$ ),美国 Sigma-Aldrich 公司;1,4-丁二醇(色谱级),梯希爱(上海)化成工业发展有限公司;乙醇、甲醇、乙腈(均为色谱级),德国 Merck 公司;阿拉伯糖醇、果糖(纯度均 $\geq 99.0\%$ )、D-山梨糖醇(纯度 $98\%$ )、麦芽三糖(纯度 $96\%$ )、DL-乳酸(纯度 $85\% \sim 90\%$ )、DL-苹果酸二钠水合物(纯度 $>98\%$ ),库伦电量法卡尔费休试剂,上海阿拉丁生化科技股份有限公司;乙酸钠、富马酸(纯度均 $>99\%$ ),比利时 Acros Organics 公司;柠檬酸三钠盐二水合物(纯度 $99\%$ ),北京伊诺凯有限公司;食品级乙醇(体积分数 $\geq 95\%$ ),新乡市先丰医药新材料有限公司。

**主要仪器:**EGA/PY-3030D 型裂解仪,日本 FRONTIER LAB 公司;7890A-5975C 型气相色谱-质谱联用(GC-MS)仪,7890A 型 GC 仪,美国 Agilent 公司;C30 型卡尔费休水分仪,瑞士 Mettler Toledo 公司;CP224 S 型分析天平(感量 $0.0001\text{ g}$ ),德国

Sartorius 公司;中试级膜分离设备,江苏凯米膜科技股份有限公司;ALPHA1-2LD plus 型冻干机,德国 CHRIST 冻干机有限公司;HRH-386K 型卷烟加香注射机,北京慧荣和科技有限公司;TGL18 M 型高速低温离心机,长沙英泰仪器设备有限公司。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 苹果浓缩汁制备** 整果破碎榨汁得初果汁,离心除渣后,经双联过滤得清汁,在常温下减压浓缩得初级浓缩汁。为保持产品品质稳定,向初级浓缩汁中加入 0.5 倍质量的丙二醇,搅拌均匀,即得苹果浓缩汁。

**1.2.2 苹果浓缩汁多级膜分离** 采用《烟用香精乙醇中溶混度的评估》<sup>[14]</sup>(YC/T 145.4—1998)中的方法评价苹果浓缩汁在乙醇中的溶混度,依据结果选用体积分数为 $10\%$ 的乙醇溶液将苹果浓缩汁稀释为质量分数 $15\%$ 的溶液,离心除去沉淀物。依次使用 $50\text{ nm}$ 陶瓷膜、 $50\text{ kDa}$ 卷式有机膜、 $2\text{ nm}$ 陶瓷膜分离,每级膜分离的透过液作为下一级膜分离的分离对象。每级膜分离进行到末期,向料筒内少量多次加入适量体积分数为 $10\%$ 的乙醇溶液作为透析液继续透析,直至透过液质量与过膜前料液质量基本一致。各级膜分离的工艺参数及截留比例(各工艺段截留液与投料质量的比值)见表 1,收集每级分离所得截留液和末级膜分离透过液。

**1.2.3 产率计算** 针对 3 级膜截留液、末级透过液及苹果浓缩汁,采用《烟用香精 乙醇、1,2-丙二醇、丙三醇含量测定 气相色谱法》<sup>[15]</sup>(YC/T 242—2020)测定其相应溶剂的含量,利用卡尔·费休法测定其含水率。以扣除溶剂后的质量分数作为样品的干物质含量,以膜分离各组群的干物质质量与苹果浓缩汁的干物质质量的比值计算多级膜分离各组群的产率<sup>[16-17]</sup>。

表 1 各级膜分离的工艺参数及截留比例

Table 1 Process parameters and rejection rates of multi-stage membrane separation

分离工艺段	膜前压力/bar	膜后压力/bar	泵频率/Hz	膜通量/ $(\text{L}\cdot(\text{h}\cdot\text{m}^2)^{-1})$	截留比例/%
50 nm	3.0	1.2	40	28.2	16
50 kDa	3.0	2.4	40	58.4	8
2 nm	3.5	2.8	40	60.5	18

**1.2.4 分离组群感官评价** 采用梯度浓度对苹果浓缩汁及分离获得的各组群进行卷烟感官评价。用体积分数为 10% 的乙醇溶液将各样品配置成干物质质量分数分别 0.4%、0.8%、1.2%、1.6% 和 2% 的溶液,用卷烟加香注射机将各样品溶液分别注入参比卷烟,注射量 2 μL(梯度添加量分别为 10 μg/g、20 μg/g、30 μg/g、40 μg/g、50 μg/g 烟丝),将卷烟样品在温度(22±1)℃、相对湿度(60±2)% 的环境下密封保存 48 h 以上。

依据《卷烟 中式卷烟风格感官评价方法》(YC/T 497-2014)<sup>[18]</sup>对苹果浓缩汁及各分离组群加香注射后的卷烟样品进行感官评价,每 0.5 分为一个计分单位。感官评价团队由具有省级及以上卷烟评委资质的评价人员组成,最终感官评价结果为评价人员对卷烟样品打分的算术平均值。

**1.2.5 特色风味组群重组** 卷烟调香中,各原料的配比方式拥有无限种可能。为了给调香人员提供参考,本研究采用两两组合和全部组合方式,均衡兼顾 3 个特色风味组群间的不同配比,按表 2 的方案进行重组实验。将重组获得的 16 种产品按 30 μg/g 烟丝的用量注入参比卷烟中并进行感官评价。

表 2 苹果浓缩汁特色风味组群重组方案

Table 2 Recombination scheme for characteristic flavor groups of apple juice concentrate

产品 编号	特色风味组群干物质质量比		
	50 nm 截留	50 kDa 截留	2 nm 截留
1	7	3	0
2	1	1	0
3	3	7	0
4	7	0	3
5	1	0	1
6	3	0	7
7	0	7	3
8	0	1	1
9	0	3	7
10	6	3	1
11	3	6	1
12	6	1	3
13	3	1	6
14	1	6	3
15	1	3	6
16	1	1	1

**1.2.6 优选重组产品的水溶性糖、有机酸含量测定**

针对优选的重组产品和苹果浓缩汁,采用文献[19-20]方法测定其 8 种水溶性糖及 5 种有机酸的含量,用 1.2.3 节方法测定各样品中溶剂的含量,并计算水溶性糖、有机酸成分在各样品中的干基占比。

**1.2.7 优选重组产品的热裂解产物测定** 分别对优选重组产品和苹果浓缩汁进行热裂解-气质质谱(Py-GC/MS)模拟分析。利用 NIST20 谱库,以匹配度高于 80% 者定性,采用峰面积归一化法半定量,每个样品测定 2 次后取平均值。

热裂解条件:裂解温度 600℃;裂解时间 0.2 min;连接口温度 280℃;样品添加量 1 μL。

GC-MS 条件:色谱柱 DB-5 MS 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);载气 He;流量 1.0 mL/min;分流比 50:1;程序升温 40℃,保持 3 min,以 10℃/min 的速率升温至 240℃,再以 20℃/min 的速率升温至 280℃,保持 15 min;传输线温度 280℃,电离方式 EI;离子源温度 230℃;四极杆温度 150℃;电离能量 70 eV;溶剂延迟时间 4.5 min;质量扫描范围 29~450 amu。

**2 结果与讨论**

**2.1 特色风味组群分离与感官评价结果分析**

苹果浓缩汁多级膜分离组群的产率、折光指数和相对密度见表 3。由表 3 可知,膜分离各组群总产率为 69.86%,与大多数天然香料膜分离的总产率相当。产率较低的原因主要有以下几方面:1) 香料原样品经稀释离心去除了部分不溶物;2) 实验过程中,各级透过液均有留样,这部分未计入产率中;3) 存在膜表面附着及膜壳和设备管道内残留。

对苹果浓缩汁及其多级膜分离组群进行感官评价,结果显示:苹果浓缩汁在参比卷烟中较适宜的用量为 30 μg/g 烟丝,添加量更低时卷烟香气、甜味及果香香韵较弱,添加量更高时卷烟烟气细腻、柔和、圆润感及整体舒适感下降;50 nm 截留组群在参比卷烟中较适宜的用量为 30 μg/g 烟丝,添加量更低时卷烟甜香、果香香韵减弱,添加量更高时卷烟口腔刺激和口腔残留增大;50 kDa 截留组群在参比卷烟中较适宜的用量为 20 μg/g 烟丝,添加量更

低时卷烟果香香韵很弱,添加量更高时卷烟口腔和喉部刺激均增加;2 nm 截留液组群在参比卷烟中较适宜的用量为 30 μg/g 烟丝,添加量更低时卷烟香气、丰富性下降;添加量更高时卷烟口腔舒适性较差;2 nm 透过液组群在参比卷烟中较适宜的用量为 40 μg/g 烟丝,添加量更低时卷烟香气淡薄,添加量更高时卷烟口腔残留、收敛明显增大,且该组群整体效果较差。苹果浓缩汁多级膜分离组群感官评价结果见表 4。由表 4 可知,苹果浓缩汁经多级膜分离获得的组群间感官作用各有特色,优劣区分明显。相较于苹果浓缩汁,50 nm 截留组群烟气浓度、甜香、甜味均有显著提升,杂气减少,刺激性改善,果香、收敛感减弱,与烟香协调性好,可定位为“增甜、改善口感组群”;50 kDa 截留组群能够增加烟气浓度、丰富性、细腻、柔和、圆润感,可定位为“增浓组群”;2 nm 截留组群果香突出、甜香明显,烟气状态均衡,可定位为“果香组群”;2 nm 透过组群整体效果不好,香气弱、口腔残留较重,是副作用组分,在精制分离中应除去。因此,将 50 nm 截留组群、50 kDa 截留组群和 2 nm 截留组群作为苹果特色风味组群。

苹果浓缩汁经感官导向的多级膜分离后,排除了非特征香味组分的干扰,特色风味组群得到了有效分离和富集,丰富了苹果浓缩汁的产品品类,增加了卷烟调香香料使用的自由度。各组群虽风格特色突出,但也存在丰富性、协调性欠佳等不足,故在实际应用中还需结合烟叶叶组配方及香料之间的配伍需求,进行特色风味组群的重组复配使用。

## 2.2 特色风味组群重组应用分析

将 3 个特色风味组群以不同的比例进行重组,

表 3 苹果浓缩汁多级膜分离组群的产率、折光指数和相对密度

Table 3 Yield, refractive index, relative density of the groups of apple juice concentrate separated by multi-stage membrane

组群名称	折光指数 ( $n_D^{20}$ )	相对密度 ( $n_{20}^{20}$ )	产率/ %
50 nm 截留组群	1.359 1	1.026 1	6.17
50 kDa 截留组群	1.357 7	1.024 4	2.88
2 nm 截留组群	1.354 8	1.018 2	5.69
2 nm 透过组群	1.364 9	1.038 5	55.12

共获得 16 种重组产品,通过感官评价(结果见图 1, 0 号为苹果浓缩汁)筛选出 3 种整体作用效果较好的重组产品:2 号、11 号和 12 号。相较于参比卷烟,2 号重组产品较好地提升了卷烟果香、甜香、甜味,且分别提升了 1.6 分、0.5 分、0.5 分,同时香气、丰富性、细柔圆润感亦有增加;11 号重组产品能够明显增加卷烟果香、丰富性、细柔圆润感,且分别提升了 2.0 分、0.5 分、0.5 分,并能显著增加甜味和甜香,各提升了 1.0 分;12 号重组产品能够明显提升卷烟果香(提升 2.0 分)、甜香、甜味(各提升 1.0 分)、香气(提升 0.5 分)、丰富性(提升 0.6 分)、细柔圆润感,分别提升 32.0 分、1.0 分、1.0 分、0.5 分、0.6 分、0.5 分,并能很好地掩盖杂气,提升了 0.6 分。3 款重组产品均较原香料的感官作用效果

表 4 苹果浓缩汁多级膜分离组群感官评价结果  
Table 4 Sensory evaluation results of apple juice concentrate groups separated

感官评价指标	by membrane separation					
	参比 卷烟	苹果 浓缩汁	50 nm 截 留组群	50 kDa 截 留组群	2 nm 截 留组群	2 nm 透 过组群
香气	7.0	7.3	7.4	7.4	7.3	6.8
丰富性	6.5	7.0	6.8	6.8	7.0	6.5
细腻/柔和/ 圆润	6.5	7.0	6.9	7.0	7.0	6.4
杂气	6.4	6.4	6.5	6.5	6.4	6.4
烟气浓度	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
劲头	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5	5.5
口腔刺激/ 舌部灼烧	6.5	6.1	6.6	6.5	6.2	6.5
口腔残留/ 干燥感	6.5	6.5	6.5	6.5	6.5	6.0
收敛	6.0	6.0	6.5	6.0	5.9	6.0
喉部刺激	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
喉部干燥	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
鼻腔刺激	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
甜味	2.0	2.5	2.8	2.5	2.5	2.0
酸味	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
烤烟烟香	6.5	6.5	6.6	6.5	6.5	6.5
清香	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
果香	1.0	2.5	2.1	2.0	3.0	1.5
辛香	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
木香	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
青滋香	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
烘焙香	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
甜香	2.0	2.5	3.0	2.7	2.7	2.0

注:各卷烟样品的“苦味”“凉味”“晾晒烟烟香”“花香”“药草香”“豆香”“可可香”“奶香”“膏香”指标得分均为 0 分。

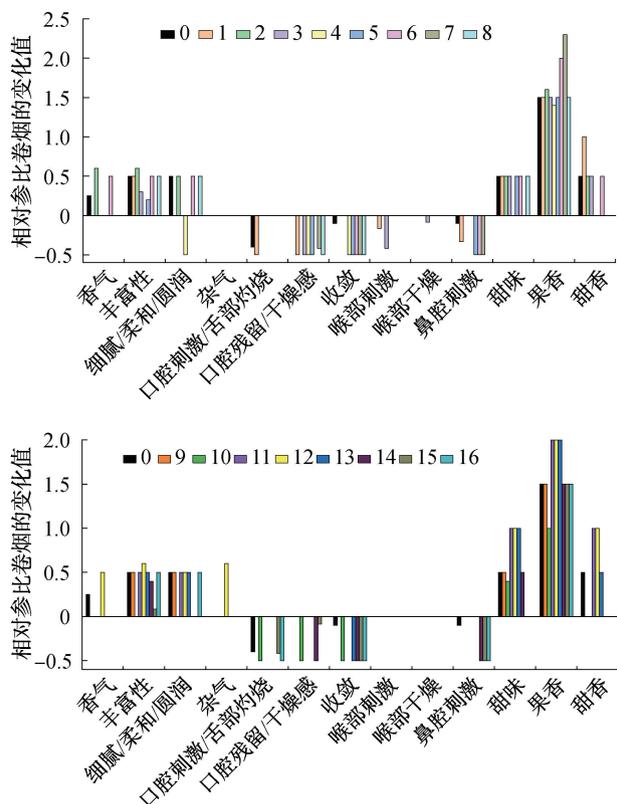


图1 特色风味组群重组产品感官评价结果

Fig. 1 Results of sensory evaluation of recombined products with characteristic flavor groups

明显提升,改善了原香料在刺激、收敛方面的不足,同时增加了香气和特征香韵强度。因此,基于不同特色风味组群间的重组,能够获得感官特征各异的重组产品,满足不同的卷烟调香需求。这种特色风味组群的制备与重组技术也为其他烟用天然香料的精细化加工提供参考,在凸显天然香料风格特征的同时,最大限度地减少天然香料的不可控因素和无效组分,这对强化香气特征,增加香气强度,扩大天然香料的使用范围具有重要意义。

### 2.3 重组产品中水溶性糖、有机酸含量分析

苹果浓缩汁及3个优选重组产品的水溶性糖和有机酸含量测定结果见表5。由表5可知,在苹果浓缩汁中检测出的4种水溶性糖的干基总占比高达96.54%,4种有机酸的干基总占比为3.05%,二者之和高达99.59%。可见苹果浓缩汁中绝大部分成分分为水溶性糖和有机酸。重组产品中水溶性糖也占到其干基的大部分,但明显比苹果浓缩汁少,而有机酸含量与苹果浓缩汁相当。由于小分子水溶性糖和有机酸易透过超滤膜,它们在透过液中的含量高于截留液,但截留液中还存在部分分子质量较大的风味前体物,这也是截留组群应用于卷烟后烟香气量、丰富性及部分特征香韵更加突出的原因。

### 2.4 重组产品热裂解产物分析

烟用天然香料经过燃烧才能完全发挥其产品风味调控作用。Py-GC/MS技术是在严格控制的环境内加热待测样品,使之迅速裂解为可挥发的小分子物质,并将裂解产物直接送入GC-MS仪进行分析<sup>[21]</sup>,可以有效模拟真实卷烟燃烧环境,适用于考查香料添加至卷烟后对烟气的影响。

苹果浓缩汁及3个优选重组产品的600℃裂解产物及其香气特征见表6。由表6可知,共检出39种裂解产物。从化合物结构来看,杂环类和环戊酮类化合物占比较高,杂环类化合物共计20种,包含呋喃、呋喃酮、内酯、吡喃酮、环状酸酐等类型;环戊酮和环戊烯酮类化合物共计7种;此外还有酯类、酮类、酚酸类和糖类。裂解产物的香气类型主要为焦甜香、甜香、果香、奶香等,特别是具有焦甜香的物质居多,包括甲基环戊烯醇酮、糠醛、糠醇、5-甲基糠醛、5-羟甲基糠醛、2-环戊烯酮、2-羟基-2-环戊

表5 苹果浓缩汁及3个优选重组产品的水溶性糖和有机酸含量测定结果

Table 5 Determination of water-soluble sugars and organic acids in apple juice concentrate and three preferred recombined products

样品名称	干基占比/%								
	果糖	葡萄糖	蔗糖	D-山梨糖醇	苹果酸	乳酸	乙酸	柠檬酸	总含量
苹果浓缩汁	55.80	21.74	13.86	5.14	3.00	0.03	0.01	0.01	99.59
重组2号	51.30	20.55	11.71	4.39	2.86	0.03	0.04	0.02	90.90
重组11号	52.91	20.60	11.70	4.61	2.95	0.04	0.03	0.02	92.86
重组12号	51.64	19.72	12.52	4.50	2.82	0.04	0.03	0.02	91.30

注:样品中均未检出肌糖、阿拉伯糖醇、麦芽糖、麦芽三糖和富马酸。

表6 苹果浓缩汁及3个优选重组产品的600℃裂解产物及其香气特征  
Table 6 Pyrolysis products and aroma characteristics of apple juice concentrate and three preferred recombined products at 600℃

编号	保留时间/min	化合物名称	香气特征 <sup>①</sup>	峰面积归一化含量/% <sup>②</sup>			
				苹果浓缩汁	2号	11号	12号
1	5.12	丙酮酸甲酯	/	-	6.35	4.29	3.65
2	5.95	糠醛	甜香、木香、坚果香、焦糖、烤面包的香气	8.60	11.08	11.88	11.62
3	6.54	糠醇	发霉的、焦糖的、面包的、咖啡的香气	3.26	1.31	1.30	1.51
4	6.71	$\alpha$ -当归内酯	甜香、坚果香、椰子的、香荚兰的、香豆素样的、烟草的香韵	0.54	0.47	0.62	0.51
5	7.03	4-环戊烯-1,3-二酮	/	2.25	1.65	1.71	1.57
6	7.55	甲基环戊烯酮	/	0.90	0.54	0.53	0.49
7	7.67	2(5H)-呋喃酮	黄油的香气	3.63	2.72	3.42	2.55
8	7.72	$\gamma$ -丁内酯	奶油的、油脂的、焦糖的香气,带有桃子般的果香底韵	0.78	0.90	1.16	1.08
9	7.92	2-环戊烯酮	类似于水果的甜香	0.14	0.33	-	-
10	7.99	1,2-环戊二酮	/	-	5.08	4.88	3.91
11	8.05	2-羟基-2-环戊烯-1-酮	枫糖、焦糖的香气	3.35	-	-	-
12	8.23	5-甲基-2(5H)-呋喃酮	/	0.45	0.40	0.48	0.37
13	8.31	衣康酸酐	/	0.45	0.26	-	-
14	8.58	5-甲基-2-呋喃甲醇	甜香、焦糖香	0.21	0.23	0.30	0.28
15	8.73	5-甲基糠醛	甜香,焦糖、枫糖的香气	5.96	7.14	6.63	8.74
16	8.82	3-甲基-2-环戊烯-1-酮	甜香、果香、脂香	0.99	2.07	1.81	2.13
17	8.99	3-甲基-2(5H)-呋喃酮	/	1.01	1.17	1.37	1.06
18	9.11	苯酚	酚醛塑料、橡胶的气味,极稀的溶液具有甜香	-	1.29	1.27	0.80
19	9.52	1,2-环己二酮	甜的、橡子果皮般的、焦糖的、肉汤的香气	0.24	0.98	0.43	0.51
20	9.61	2-羟基-丁酸酮	/	1.09	-	-	-
21	10.10	甲基环戊烯醇酮	焦糖、枫糖的香气	1.96	3.69	3.48	3.00
22	10.16	5-甲基-2-乙酰基呋喃	强烈的霉味、坚果、干草、椰子、香豆素、乳香香气	1.12	0.27	0.20	0.31
23	10.21	2,3-二甲基-2-环戊烯酮	/	0.43	0.34	0.16	0.20
24	10.45	菊苣酮	甜香、糖果、焦糖、面包、烘焙咖啡的香气	0.42	0.65	0.48	0.49
25	10.53	2-甲基苯酚	发霉的酚醛塑料气息、药草香、皮革气味	-	0.68	0.75	0.76
26	10.69	2,5-二甲基-4-羟基-3(2H)-呋喃酮	甜香、焦糖样香气	0.47	0.40	0.39	0.43
27	10.99	2,5-二甲酰呋喃	/	0.46	2.76	2.53	3.52
28	11.19	呋喃基羟甲基酮	/	0.51	-	-	-
29	12.18	2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮	焦甜香,普遍存在于卷烟烟气、美拉德反应产物、糖裂解产物和天然浸膏中	22.22	20.60	26.12	23.97
30	12.44	苯甲酸	淡淡的苯或甲醛的气味	-	-	0.66	0.39
31	12.49	(+/-)-3-羟基- $\gamma$ -丁内酯	香甜的水果气息	0.96	-	-	-
32	12.90	5-(羟基甲基)二氢呋喃-2(3H)-酮	/	0.36	0.81	0.87	0.83
33	13.02	儿茶酚/Catechol	/	3.15	1.16	0.81	0.79
34	13.43	2,5-呋喃二甲醇	/	4.45	0.93	0.68	0.78

表6(续)

编号	保留时间/min	化合物名称	香气特征 <sup>①</sup>	峰面积归一化含量/% <sup>②</sup>			
				苹果浓缩汁	2号	11号	12号
35	13.57	5-羟甲基糠醛	脂肪的、黄油的、蜡脂的、焦糖的、药草的、烟草的香气	19.81	10.10	7.04	10.96
36	14.04	3-甲基邻苯二酚	/	0.25	-	-	-
37	14.49	1-茛酮	/	-	-	0.35	0.33
38	14.60	异山梨醇	/	1.67	0.50	0.52	0.58
39	17.47	D-阿洛糖	/	0.85	-	-	-

注:①:参考 <http://perflavory.com/> 及 <https://www.chembk.com/cn> 的信息;/表示未查询到香气特征。②:-表示未检出。

烯-1-酮、5-甲基-2-呋喃甲醇、2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮和菊苣酮,这些物质多来自于单糖裂解<sup>[22-23]</sup>。这一结果印证了苹果浓缩汁中富含小分子糖。同时,上述成分多是烟草中主要致香成分。从含量上看,2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮含量的占比最高,在4个样品裂解产物中的占比均为20%以上;其次是5-羟甲基糠醛和糠醛,三者均为典型的糖裂解产物。重组产品中5-羟甲基糠醛、2,5-呋喃二甲醇等的含量明显低于原香料,可能与特色风味组群为膜分离截留液及水溶性糖含量较原香料低有关。

### 3 结论

本研究以苹果浓缩汁为研究对象,以卷烟感官作用效果为导向,通过多级膜分离获得了感官特征各异、整体感官表现较好的3种特色风味组群:50 nm膜截留组群、50 kDa膜截留组群和2 nm膜截留组群;通过特色风味组群间的重组,获得了综合作用效果优于苹果浓缩汁的3种重组产品;利用Py-GC/MS分析3种重组产品的热裂解产物,其中以杂环类和环戊酮类化合物居多,主要表现为焦甜香、甜香、果香等香气类型;含量上,2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮、5-羟甲基糠醛、糠醛等糖裂解产物占比较高。本研究可为天然香料的聚焦及多元化产品开发提供技术及思路借鉴。

### 参考文献:

[1] 孔波,蔡佳校,邹有,等. 基于NSGA-II遗传算法的烟用香精数字化调香研究及应用[J]. 烟草科技,2020,

53(2):72-79.

[2] 史清照,张启东,柴国璧,等. 基于二维柱色谱分离的桂叶油精细化加工技术[J]. 烟草科技,2023,56(9):70-77.

[3] MARSILI R. Sensory-directed Flavor Analysis [M]. New York: Taylor & Francis Group, 2007.

[4] STEINHAUS P, SCHIEBERLE P. Characterization of the key aroma compounds in soy sauce using approaches of molecular sensory science [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2007, 55(15): 6262-6269.

[5] CZEPA A, HOFMANN T. Quantitative studies and sensory analyses on the influence of cultivar, spatial tissue distribution, and industrial processing on the bitter off-taste of carrots (*Daucus carota* L.) and carrot products [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2004, 52(14): 4508-4514.

[6] OTTINGER H, SOLDI T, HOFMANN T. Discovery and structure determination of a novel Maillard-derived sweetness enhancer by application of the comparative taste dilution analysis (cTDA) [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2003, 51(4): 1035-1041.

[7] OTTINGER H, BARETH A, HOFMANN T. Characterization of natural "cooling" compounds formed from glucose and L-proline in dark malt by application of taste dilution analysis [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2001, 49(3): 1336-1344.

[8] SCHARBERT S, HOLZMANN N, HOFMANN T. Identification of the astringent taste compounds in black tea infusions by combining instrumental analysis and human bioresponse [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2004, 52(11): 3498-3508.

[9] 张启东,刘俊辉,柴国璧,等. 主流烟气颗粒物水溶性组分中烤甜香成分分析[J]. 烟草科技,2014,47(6):54-59.

[10] 张启东,刘俊辉,张文娟,等. 初烤烟叶提取物中关键甜味成分的感官导向分析[J]. 烟草科技,2016,49(6):58-64.

[11] 杨鹏元,洪广峰,马宇平,等. 焦麦芽烤甜香关键成分的确定及制备工艺优化[J]. 中国烟草科学,2016,37(5):68-74.

[12] 杨鹏元,洪广峰,张启东,等. 红枣烤甜香特征成分的

- 确定及制备工艺优化[J]. 中国烟草学报, 2016, 22(6): 41-50.
- [13] 广西中烟工业公司. 一种苹果浸膏及其制备方法和在卷烟加香中的应用[P]. CN200810073706. 5.
- [14] 国家烟草专卖局. 烟用香精 乙醇中溶混度的评估: YC/T 145. 4—1998[S].
- [15] 国家烟草专卖局. 烟用香精 乙醇 1,2-丙二醇、丙三醇含量测定 气相色谱法: YC/T 242—2020[S].
- [16] 国家烟草专卖局. 烟用香精 折光指数的测定: YC/T 145. 3—2012[S].
- [17] 国家烟草专卖局. 烟用香精 相对密度的测定: YC/T 145. 2—2012[S].
- [18] 国家烟草专卖局. 卷烟 中式卷烟风格感官评价方法: YC/T 497—2014[S].
- [19] 刘雨, 席辉, 付英杰, 等. HPLC-ELSD 法测定天然香料中水溶性糖的分布特征[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2022, 43(3): 89-95.
- [20] 李明雷, 席辉, 付英杰, 等. 离子色谱法分析烟用天然香料中的有机酸和无机阴离子[J]. 烟草科技, 2022, 55(6): 42-50.
- [21] 杨皓, 刘文静. 热裂解气质技术在卷烟工业中的应用[J]. 安徽农业科学, 2016, 44(24): 91-94.
- [22] TOMASIK P, PAŁASIŃSKI M, WIEJAK S. The thermal decomposition of carbohydrates. part I. The decomposition of mono-, di-, and oligo-saccharides [J]. *Advances in Carbohydrate Chemistry and Biochemistry*, 1989, 47: 203-278.
- [23] BELITZ H D, GROSCH W, SCHIEBERLE P. *Food Chemistry (4th revised and extended Edition)* [M]. Berlin: Springer-Verlag, 2009.

## Sensory-oriented fine processing product development for apple juice concentrate by membrane separation

WU Wentao<sup>1</sup>, YANG Chunqiang<sup>2</sup>, CUI Kai<sup>2</sup>, SHI Qingzhao<sup>2</sup>, DONG Zhenshan<sup>1</sup>,  
XU Shilei<sup>1</sup>, LI Yanqiang<sup>2</sup>, ZHANG Wenjuan<sup>2</sup>

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

2. Key Laboratory of Tobacco Flavor Basic Research of CNTC, Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC, Zhengzhou 450001, China

**Abstract:** In order to develop diversified apple juice concentrate natural flavors and improve the functional focus of the products, the apple juice concentrate was finely processed by using multi-stage membrane separation, and the apple characteristic flavor groups with outstanding characteristics were located by sensory evaluation. The obtained characteristic flavor groups were recombined. The pyrolytic products of recombined products with better sensory effects were analyzed by using Py-GC/MS. The results showed that: Four groups were obtained by three stages membrane separation, among which the sensory effects of 50 nm retention solution, 50 kDa retention solution and 2 nm retention solution showed distinct characteristics. By adjusting the proportions of the three characteristic flavor groups, recombinant products can be obtained with an effect superior to that of apple juice concentrate before separation. The pyrolytic products of preferred recombined products are mainly composed of heterocyclic compounds and cyclopentanone derivative, including caramel, sweet, fruit and other aroma types. This study provides a technical reference for the fine processing of natural tobacco flavors.

**Key words:** apple juice concentrate; membrane separation; characteristic flavor group; recombined products; sensory-oriented

[责任编辑: 王晓波 刘春奎]