

# 烟草薄片中添加烟草花蕾挥发油 对烟气化学组成的影响

农李政<sup>1</sup>, 孙斯文<sup>2</sup>, 肖源<sup>2,3</sup>, 胡志忠<sup>1</sup>, 刘绍华<sup>1</sup>, 许春平<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. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450001;

3. 红云红河烟草(集团)有限责任公司 新疆卷烟厂, 新疆维吾尔自治区 乌鲁木齐 830000)

**摘要:**通过 CO<sub>2</sub> 超临界萃取法萃取烟草花蕾中的挥发油,研究了花蕾挥发油不同添加比例对烟草薄片烟气化学组成的影响.通过气相色谱-质谱鉴定可知,添加花蕾挥发油比例为 0.1%,0.2%,0.4%的薄片叶组卷烟所产生的烟气粒相物挥发性成分分别为 74 种、73 种、88 种.三种添加量的新增物质种类分别为 38 种、39 种、52 种,与空白样对比,烟气粒相物挥发性成分的含量均有明显提高.对卷烟烟气化学成分分析后发现,花蕾挥发油添加比例并非与烟草吃味呈正相关性.

**关键词:**烟草花蕾;挥发油;烟草薄片;烟气粒相物挥发性成分;CO<sub>2</sub> 超临界萃取

**中图分类号:**TS49 **文献标志码:**A **DOI:**10.3969/j.issn.2095-476X.2015.01.005

## Effect of addition of volatile oil from tobacco flower into reconstituted sheet on the smoke chemical composition

NONG Li-zheng<sup>1</sup>, SUN Si-wen<sup>2</sup>, XIAO Yuan<sup>2,3</sup>, HU Zhi-zhong<sup>1</sup>,  
LIU Shao-hua<sup>1</sup>, XU Chun-ping<sup>2</sup>

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

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

3. Xinjiang Cigarette Factory, Hongyunnonghe Tobacco (Group) Co., Ltd., Urumchi 830000, China)

**Abstract:** The effect of addition of different proportions of flowers volatile oil into reconstituted sheet on chemical composition of tobacco smoke was investigated using CO<sub>2</sub> supercritical extraction to extract volatile oil from flue-cured tobacco flowers. GC-MS was used to identify the particulate matter from cigarette smoke. The results showed that the total number of volatile components was 74, 73, and 88 generated from reconstituted sheet when 0.1%, 0.2%, and 0.4% flower volatile oil was added into the sheet, respectively. The number of newly generated compounds was observed to be 38, 39, and 52, respectively, and the content of volatile components from smoke condensate was significantly improved compared to the blank control. Through the analysis of the chemical composition of cigarette smoke, the taste was not positively correlated with the addition proportion of volatile oil to reconstituted sheet.

收稿日期:2014-07-17

基金项目:国家人社部“留学人员科技项目择优支持计划”(豫留学函[2010]16号);广西中烟工业公司合作项目

作者简介:农李政(1970—),男,广西省南宁市人,广西中烟工业有限责任公司助理工程师,主要研究方向为卷烟产品.

通信作者:许春平(1977—),男,河南省焦作市人,郑州轻工业学院教授,博士,主要研究方向为生物催化与烟草工程.

**Key words:** tobacco flower; volatile oil; reconstituted sheet; volatile component from smoke condensate; CO<sub>2</sub> supercritical extraction

## 0 引言

烟草打顶弃去的花蕾含有丰富的香料物质,是天然植物香源之一。从花蕾中提取出的香膏产品气味纯正,芳香浓馥<sup>[1]</sup>,但鲜见有关花蕾香膏应用方面的文献。

烟草薄片用作卷烟填充料,不但可以节省烟叶原料,有效降低卷烟成本,而且可在一定程度上使卷烟的物理性能和化学成分得到改善,是减少烟草有害成分和提高卷烟品质的一项重要措施<sup>[2-3]</sup>。

再造烟叶在应用过程中需同烟叶掺配并经过一系列加工,其掺配的均匀性、物理及化学指标的变化等,均可影响产品的品质<sup>[4]</sup>。本文拟从改善卷烟吸味、提高卷烟抽吸品质出发,结合目前卷烟降害增益的实际情况,研究在烟草薄片中添加花蕾挥发油对烟气化学组成的影响,以期对卷烟开发提供理论支撑。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与仪器

材料:2012年,内蒙古赤峰市生产烟草花蕾,品种为龙江911;叶组配方,郑州轻工业学院提供;烟草薄片丝,河南中烟提供。

试剂:无水乙醇、二氯甲烷、氯化钠,均为分析纯,天津市富宇精细化工有限公司产。

仪器:SHB-3循环水多用真空泵,郑州杜甫仪器厂产;Q-100A3旗箭粉碎机,上海冰都电器有限公司产;HS-4恒温水浴锅,上海医疗器械五厂产;PL203电子分析天平,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司产;DGX-9143电热恒温鼓风干燥箱,上海福玛设备有限公司产;同时蒸馏萃取装置,郑州科技玻璃仪器厂产;HL-(5+1)L/50-III BQ型超临界流体(CO<sub>2</sub>)萃取装置,杭州华黎泵业有限公司产;6890/5973气相色谱仪-质谱仪,安捷伦科技有限公司产;LM5+吸烟机,德国Borgwaldt公司产。

### 1.2 实验方法

**1.2.1 烟草花蕾挥发油的提取** 取适量烟草花蕾,用蒸馏水清洗干净后放于烘箱中45℃干燥3h,然后用粉碎机粉碎,过60目筛。

称取150g样品,置于萃取釜中进行提取。CO<sub>2</sub>超临界萃取条件:压力20MPa,温度50℃,CO<sub>2</sub>温度-10℃,流量10L/h,萃取时间2h,流速0.3mL/min,夹带剂无水乙醇500mL。将萃取物烟草花蕾粉末装入萃取釜中,采用CO<sub>2</sub>为萃取溶剂,CO<sub>2</sub>气体经热交换器冷凝为液体。用加压泵把压力提升至28MPa,同时调节温度使其成为超临界CO<sub>2</sub>流体。CO<sub>2</sub>流体从萃取釜底部进入与被萃取烟末充分接触,选择性溶解出所需化学成分。通过毛细管的口径大小控制CO<sub>2</sub>的流出流量,流出液流入吸收池,最终得到膏状液体,即为所得挥发油。

**1.2.2 烟草薄片加香工艺** 取一定量烟草薄片,切丝后称取14.4g完整薄片丝与120g叶组配方进行掺配。放置于恒温恒湿箱内,相对湿度(60±5)%,温度(22±2)℃,48h后备用。

将样品按照烟丝质量的0.1%、0.2%、0.4%进行加香。空白组S:取2mL乙醇直接均匀喷洒在薄片丝上;实验组S<sub>1</sub>(烟丝质量的0.1%):称取0.03g的花蕾挥发油,加入2mL乙醇稀释,均匀喷洒在薄片丝上;实验组S<sub>2</sub>(烟丝质量的0.2%):称取0.06g的花蕾挥发油,加入2mL乙醇稀释,均匀喷洒在薄片丝上;实验组S<sub>3</sub>(烟丝质量的0.4%):称取0.12g的花蕾挥发油,加入2mL乙醇稀释,均匀喷洒在薄片丝上。

按照国标要求<sup>[5]</sup>,每支烟总质量(0.80±0.01)g,在温度(22±2)℃,相对湿度(60±5)%的恒温恒湿箱中平衡24h。

**1.2.3 吸烟机抽吸及烟气粒相物分析** 平衡好的样品按照国标<sup>[5]</sup>进行吸烟机抽吸,实验组和空白组各抽吸20支,每5支换1个剑桥滤片。结束后将剑桥滤片和擦拭捕集器的棉花放入1000mL圆底烧瓶中,加入36gNaCl,400mL蒸馏水,同时蒸馏萃取2.5h。然后将浓缩瓶置于60℃恒温水浴锅中,当瓶中液体浓缩至约1mL左右,将浓缩瓶取出,加入1mL内标溶液,盖上塞子待液体冷却后转入色谱瓶,进行GC-MS分析。

GC-MS条件:色谱柱HP-5MS(60m×0.25mm×0.25μm);载气高纯氦气流速1mL/min,进样口温度260℃,升温程序50℃(3min)→

280 ℃ (10 min), 分流比 5 : 1, 进样量 1 μL.

传输线温度 270 ℃, 离子源温度 230 ℃, 四级杆温度 150 ℃, 电离能 70 eV, 质量数范围 35 ~ 550 amu, MS 谱库为 Nist02 库.

**1.2.4 香味物质含量的计算方法** 由于烟气粒相物成分复杂, 种类繁多, 很难得到各种香味物质的标准品, 故使用 Nist02 标准图库对其定性, 采用内标法对其定量, 假定相对校正因子(相对于内标)为 1, 对各种成分按照下式进行定量计算<sup>[6]</sup>.

挥发性物质含量 =

$$\frac{\text{挥发性物质峰面积} \times \text{内标质量} \times 1\ 000}{\text{内标峰面积} \times \text{烟样质量} \times (1 - \text{含水率})}$$

## 2 结果与讨论

### 2.1 烟草薄片加香 GC-MS 分析结果

添加不同比例花蕾挥发油的薄片叶组卷烟烟气粒相物挥发性物质含量见表 1. 添加不同比例花蕾挥发油的薄片叶组卷烟烟气粒相物新增加挥发性物质见表 2.

由表 1 可见, 空白组 S 中自身所含有的物质经过加香后其烟气粒相物含量有所改变, 共鉴定出 36 种物质. 为便于分析, 按其官能团的不同归属为五大类, 其中醛酮类 10 种, 杂环类 14 种, 酯类 1 种, 萜烯类 2 种, 苯环及酚类 9 种. 与 S 组卷烟相比: S<sub>1</sub> 组卷烟样品中, 含量增加的有 29 种, 醛酮类、杂环类、酯类、萜烯类和苯环及酚类总含量分别增加了 34.0%、34.2%、13.2%、111.0% 和 97.0%; S<sub>2</sub> 组卷烟样品含量增加的有 25 种, 醛酮类、杂环类、酯类、萜烯类和苯环及酚类总含量分别增加了 32.7%、104.1%、43.8%、294.8% 和 199.4%; S<sub>3</sub> 组卷烟样品中含量增加的有 34 种, 醛酮类、杂环类、酯类和苯环及酚类的总含量分别增加了 139.8%、238.8%、120.4%、490.3% 和 436.2%, 其中酚类物质(如对乙烯基愈创木酚、4-乙基苯酚)增长最为明显.

由表 2 可见, 花蕾挥发油加香的叶组卷烟样品中, 新增加了 52 种新物质, 这些物质是空白样品中所不包含的或者含量极其微小可以忽略不计的. 其中醛酮类 12 种, 杂环类 6 种, 酯类 4 种, 酸类 1 种, 萜烯类 10 种, 醇类 5 种, 苯环及酚类 7 种, 烷烃类 7 种. 当加香浓度为 0.1% 时, 醛酮类、杂环类、酯类、

表 1 添加不同比例花蕾挥发油的薄片叶组

卷烟烟气粒相物挥发性物质含量 μg/g

项目	化合物	S 组 含量	S <sub>1</sub> 组 含量	S <sub>2</sub> 组 含量	S <sub>3</sub> 组 含量
醛酮类	4-环戊烯-1,3-二酮	0.83	1.98	—	3.66
	2-甲基-2-环戊烯-1-酮	4.10	4.49	4.94	6.46
	5-甲基呋喃醛	6.39	8.76	9.51	15.67
	甲基环戊烯醇酮	2.48	0.71	—	1.73
	苯乙醛	1.21	1.50	1.53	2.09
	苯乙酮	0.33	1.04	0.96	1.83
	辛酮	0.90	1.00	—	3.81
	巨豆三烯酮 A	2.28	4.26	4.55	6.71
	巨豆三烯酮 B	0.43	0.95	1.21	1.30
	巨豆三烯酮 C	1.11	2.20	3.92	4.86
合计 10 种		20.06	26.88	26.60	48.12
杂环类	吡啶	2.35	2.03	2.00	2.49
	2-甲基吡啶	1.14	1.16	1.04	1.05
	糠醛	12.11	14.72	15.10	20.18
	糠醇	0.08	1.14	2.04	4.04
	3-甲基吡啶	3.51	3.93	4.50	6.44
	2-乙酰基呋喃	1.36	2.05	—	2.54
	3-乙基吡啶	0.98	1.00	1.05	1.98
	2-乙基吡啶	3.33	3.07	3.34	4.72
	苯酚	2.63	7.47	9.47	18.79
	3-甲基吡啶	2.34	4.31	1.53	4.20
	2-甲基苊	1.25	2.42	0.84	1.32
	萘	2.28	3.27	3.77	5.37
	2-甲基萘	0.85	0.66	0.63	1.46
	烟碱	11.25	13.78	47.50	79.45
合计 14 种		45.46	61.01	92.8	154.00
酯类	丙酮酸乙酯	0.98	1.11	1.41	2.16
	合计 1 种	0.98	1.11	1.41	2.16
萜烯类	(4E)-2,3-二甲基-2,4-丙二烯	1.43	—	—	0.91
	新植二烯	12.44	26.26	54.7	81.01
	合计 2 种	13.87	26.26	54.7	81.92
	1,2-二甲苯	1.43	1.60	—	2.16
	苯酚	2.63	7.47	9.47	18.79
苯环及酚类	邻甲酚	2.72	5.13	6.16	9.43
	4-甲基苯酚	2.41	7.66	13.20	22.23
	2-甲氧基苯酚	1.32	0.73	3.53	5.54
	2,6-二甲基苯酚	0.94	1.07	1.22	2.53
	4-乙基苯酚	0.87	2.12	7.00	12.17
	2,3-二甲基苯酚	2.64	1.16	1.52	2.68
	对乙烯基愈创木酚	0.73	3.97	4.83	8.61
	合计 9 种	15.69	30.91	46.90	84.14

表2 添加不同比例花蕾挥发油的薄片叶组卷烟烟气粒相物新增加的挥发性物质  $\mu\text{g/g}$ 

项目	化合物	S <sub>1</sub> 组含量	S <sub>2</sub> 组含量	S <sub>3</sub> 组含量	项目	化合物	S <sub>1</sub> 组含量	S <sub>2</sub> 组含量	S <sub>3</sub> 组含量
	乙酰氧基-2-丙酮	0.80	1.31	2.34		7-甲基-双环[4.2.0]			
	3,3-二甲基-2-丁酮	0.60	0.72	2.12		辛-1,3,5-三烯	0.78	1.22	1.34
	2-甲基苯甲醛	—	—	2.69		十五烯	0.44	0.99	1.39
	3,4-二甲基-2-甲基环戊烯醇酮	0.91	0.97	1.58		1-十九烯	1.02	1.88	3.65
	2,3-二甲基-2-环戊烯酮	4.09	4.61	7.08	萜烯类	西柏烯	—	—	2.64
醛酮类	乙基环戊烯醇酮	—	—	2.04		别香树烯	0.87	1.57	5.82
	1-茛酮	—	2.12	3.77		1-二十二烯	0.26	0.73	2.33
	马铃薯螺二烯酮	0.76	1.46	2.23		顺式-9-二十三烯	—	—	0.97
	植酮	1.00	2.09	3.31		$\alpha$ -法尼烯	0.45	0.69	1.05
	4-(三氟甲氧基)苯乙酮	2.51	2.84	4.01		总计10种	5.58	9.82	22.98
	十七烷酮	0.91	1.38	2.43		木焦油醇	1.17	1.60	2.61
	法尼基丙酮	—	1.23	1.84		(R)-(+) - $\beta$ -香茅醇	0.65	1.09	1.90
	总计12种	11.58	18.73	35.44	醇类	香叶基香叶醇	0.87	1.98	3.09
	苯乙腈	0.85	1.12	1.80		黑松醇	—	—	1.23
	2,3-二氢苯并呋喃	2.22	2.81	6.77		香叶基香叶醇	2.01	2.88	4.48
	吡啶	1.39	1.30	2.88		总计5种	4.70	7.55	13.31
杂环类	3-甲基吡啶	3.72	2.04	2.76		2,3-二甲基苯酚	1.69	1.52	3.32
	2-甲基吡啶	1.89	2.46	2.93		2,4-二甲基苯酚	2.42	4.28	6.20
	蒽	0.66	0.96	1.44		2,4,6-三甲基苯酚	1.07	2.12	1.66
	总计6种	10.73	10.69	18.58	苯环及酚类	4-乙基愈创木酚	0.99	0.86	1.45
	3,7-二甲基-1,6-辛二烯-3-醇甲酸酯	1.01	1.85	2.69		邻异丙基苯硫酚	—	—	2.07
	维生素A醋酸酯	1.50	2.52	7.02		4,4'-二甲基联苯	—	0.92	1.15
酯类	9,12,15-十八烷三烯酸甲酯	0.96	1.76	3.57		4-叔丁基-2,6-二甲基乙酰苯	1.00	1.99	3.52
	邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯	—	0.73	1.15		总计7种	7.17	11.69	19.37
	总计4种	4.58	8.27	16.59		正十五烷	1.01	1.79	2.83
酸类	壬酸	—	—	1.61		十六烷	—	—	1.38
	总计1种	0	0	1.61		十四烷	0.73	1.08	2.23
萜烯类	乙基甲基环戊烯	0.77	1.40	2.69	烷烃类	二十烷	0.99	1.46	3.14
	1-十四烯	0.99	1.34	1.10		二十二烷	—	—	2.7
						二十一烷	0.29	0.42	1.24
						二十烷	1.01	1.79	2.83
						总计7种	3.02	5.58	16.3

酸类、萜烯类、醇类、苯环及酚类、烷烃类增加量依次为 11.58  $\mu\text{g/g}$ , 10.73  $\mu\text{g/g}$ , 4.58  $\mu\text{g/g}$ , 0  $\mu\text{g/g}$ , 5.58  $\mu\text{g/g}$ , 4.70  $\mu\text{g/g}$ , 7.17  $\mu\text{g/g}$ , 3.02  $\mu\text{g/g}$ . 当加香浓度为 0.2% 时, 醛酮类、杂环类、酯类、酸类、萜烯类、醇类、苯环及酚类、烷烃类增加量依次为 18.73  $\mu\text{g/g}$ , 10.69  $\mu\text{g/g}$ , 8.27  $\mu\text{g/g}$ , 0  $\mu\text{g/g}$ , 9.82  $\mu\text{g/g}$ , 7.55  $\mu\text{g/g}$ , 11.69  $\mu\text{g/g}$ , 5.58  $\mu\text{g/g}$ . 当加香浓度为 0.4% 时, 醛酮类、杂环类、酯类、酸类、萜烯类、醇类、苯环及酚类、烷烃类增加量依次为 35.44  $\mu\text{g/g}$ , 18.58  $\mu\text{g/g}$ , 16.59  $\mu\text{g/g}$ , 1.61  $\mu\text{g/g}$ , 22.98  $\mu\text{g/g}$ , 13.31  $\mu\text{g/g}$ , 19.37  $\mu\text{g/g}$ , 16.30  $\mu\text{g/g}$ .

## 2.2 实验组与空白组各类烟气粒相物挥发性成分对比分析

将 4 组卷烟样品的各类烟气挥发性成分总量进行统计, 并绘制成柱状图(见图 1). 添加 3 种不同比例的花蕾挥发油薄片叶组卷烟与空白对照样各类挥发性成分总量相比, 醛酮类、苯环及酚类、杂环类、萜烯类、醇类和酯类总含量增加都较明显, 并且随着花蕾挥发油添加比例的增加, 烟气粒相物挥发性物质含量呈逐渐增加的趋势. 当添加比例为 0.4% 时, 各类物质含量达到最高值, 酸类物质变化不明显. 由此可见, 花蕾挥发油的加入使卷烟烟气

化学成分发生了明显的改变,但花蕾挥发油添加比例并非与烟草吃味呈正相关性.原因是随着花蕾挥发油添加量提高,部分烟气致香成分(如糠醛、新植二烯等物质)含量明显提高:糠醛可使烟气香味变甜,具有面包香和黄油香<sup>[7]</sup>;新植二烯是烟草中重要的萜烯类化合物,它本身不仅具有一定的香气,而且可分解转化形成低分子香味成分<sup>[8]</sup>.与此同时,烟气粒相物挥发性有害成分(如大部分酚类物质)的含量也随着花蕾挥发油添加比例的提高而增长,例如苯酚、2,6-二甲基苯酚等,这些物质都会在抽吸的过程中刺激人体呼吸道,对人体细胞具有毒性作用<sup>[9]</sup>.因此,将烟草花蕾挥发油应用于烟草薄片加香工艺中,既要达到提高烟草吸食品质的目的,又要减少有害成分对人体的危害,需要严格控制花蕾挥发油添加量.当花蕾挥发油添加量为0.1%~0.2%时,既减小了卷烟的刺激性,又透出了花香<sup>[10]</sup>.

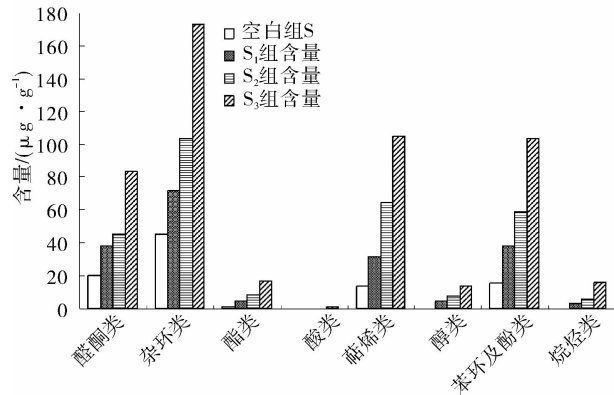


图1 4组卷烟样品烟气粒相物挥发性成分比较

### 3 结论

本文研究了通过CO<sub>2</sub>超临界萃取法提取烟草花蕾挥发油并应用于烟草薄片加香工艺的方法,通

过GC-MS鉴定可知,添加烟草花蕾挥发油比例分别为0.1%、0.2%、0.4%的烟草薄片叶组卷烟所含烟气粒相物挥发性成分分别为74种、73种、88种,三种添加量的新增物质种类分别为38种、39种、52种,与空白样对比,烟气粒相物挥发性成分的含量均有明显提高.通过对卷烟烟气化学成分分析发现,花蕾挥发油添加比例并非与烟草吃味呈正相关性.烟草花蕾挥发油的加入显然对烟气物质的变化有着深刻的影响,但感官评吸及具体的变化机理有待进一步探究.

### 参考文献:

- [1] 康武成,崔辉正,谭根芳,等.从烟草花蕾提取香膏的工艺[P].中国:CN1049514A,1990-09-08.
- [2] 缪应菊,刘维娟,刘刚,等.烟草薄片制备工艺的现状[J].中国造纸,2009,28(7):55.
- [3] 许日鹏,苏文强,段继生.烟草薄片的开发与应用[J].上海造纸,2008,39(5):46.
- [4] 高金玲,李书芳,朱国成,等.空回潮工序对造纸法再造烟叶的质量影响[J].上海造纸,2012,27(5):55.
- [5] GB 5606.4—2005,卷烟·感官品质要求[S].
- [6] Cai J B, Liu B Z, Ling P. Analysis of free and bound volatiles by gas chromatography and gas chromatography-mass spectrometry in uncased and cased tobaccos[J]. J Chromatogr, 2002, 947(2):267.
- [7] 胡建军,周冀衡,李文伟,等.烤烟香味成分与其感官品质的典型相关分析[J].烟草科技,2007(3):9.
- [8] 刘典三,刘国顺,贾芳芳,等.不同光强对烤烟质体色素及其降解产物的影响[J].华北农学报,2013,28(1):234.
- [9] 姚二民,宋豪,李晓,等.茶叶再造烟叶对卷烟烟气成分的影响[J].茶叶科学,2012,32(4):319.
- [10] 牛津桥,晋照普,郭贞贞,等.茶叶添加量对再造烟叶卷烟烟气酚类有害物质的影响[J].郑州轻工业学院学报:自然科学版,2014,29(3):44.