

文章编号:1004-1478(2011)01-0001-04

杏汁挥发性成分分析及在卷烟加香中的应用

王花俊, 毛多斌, 张峻松

(郑州轻工业学院 食品生物工程学院, 河南 郑州 450002)

摘要:采用固相微萃取法提取杏汁中的挥发性香气物质,经气相色谱-质谱联用仪对提取物进行挥发性成分的分离和鉴定,确认了其中的60种成分,占总质量分数的92.08%,主要香气成分为酸类(32.60%)、醇类(18.45%)、醛类(18.10%)、酯类(13.95%)、酮类(2.84%)等。卷烟加香实验表明:杏汁提取物能赋予卷烟甜香、果香,提高卷烟香气的柔和性和圆润性,降低刺激性,掩盖杂气,改善口感,起到明显提升卷烟品质的作用;对不同的烟丝施加量应略有区别,一般控制在0.05%~0.1%范围内效果更佳。

关键词:杏汁;挥发性成分;固相微萃取;气相色谱-质谱法;卷烟加香
中图分类号:TS411 **文献标志码:**A

Analysis of volatile components in apricot fruit and its application in cigarette

WANG Hua-jun, MAO Duo-bin, ZHANG Jun-song

(College of Food and Bioeng., Zhengzhou Univ. of Light Ind., Zhengzhou 450002, China)

Abstract:The aroma components of apricot fruit were extracted by solid-phase microextraction (SPME). These aroma components were isolated and identified by capillary GC-MS method, and 60 compounds were identified, amounting to total mass fraction of 92.08%. The main flavor compounds were: acids (32.60%), alcohols (18.45%), aldehydes (18.10%), esters (13.95%), ketones (2.84%) etc. Tobacco flavoring experiment showed that apricot extraction could impart sweetness, fruit aroma to cigarettes, improve the aroma softness, decrease the irritation of the cigarettes and improve the cigarettes quality clearly. The addition should be different. The effects will be excellent with the addition of 0.05% ~ 0.1%.

Key words: apricot fruit; volatile components; SPME; GC-MS; tobacco flavoring

0 引言

杏(*Armeniaea Vulgaris L.*)属蔷薇科杏属,广泛栽培于河北、河南、山东、陕西、山西、新疆等地,资源十分丰富。杏中含有多种香味成分和人体必需的

矿物质,及维生素A,维生素C,糖类,柠檬酸,苹果酸等营养成分,性味甘酸、微温,具有生津止渴、清热解毒的功效,有一定的保健和防癌作用^[1-2]。

杏的收获期短,不易久存。近年来对杏果深加工的研究相当广泛,杏常被加工为杏脯^[3]、低糖杏

收稿日期:2010-07-06

基金项目:国家烟草专卖局科技攻关项目(110200601026)

作者简介:王花俊(1972—),女,河南省宝丰县人,郑州轻工业学院实验师,主要研究方向为香精香料及应用。

通信作者:毛多斌(1962—),男,河南省南阳市人,郑州轻工业学院教授,主要研究方向为香精香料及应用。

脯^[4]、杏汁^[5]、复配杏汁饮料^[6]、杏果醋饮料^[7]、杏醋复合饮料^[8]、杏酒^[9]等。然而,杏果提取物在烟草制品中的应用研究较少。本文拟以鲜杏为原料,采用固相微萃取装置提取其挥发性致香成分,并对其进行GC-MS分析及卷烟加香实验,以期提高卷烟吸食品质。

1 实验

1.1 材料及仪器

材料:鲜杏,产地河南;无水乙醇,郑州试剂厂产;烟丝,郑州卷烟厂提供。

仪器:GC6890—MS5973N型气相色谱-质谱联用仪,美国Agilent公司产;固相微萃取装置,美国Supelco公司产;AB265—S分析天平,感量0.0001g,梅特勒-托利多公司产;恒温恒湿箱,德国宾达公司产;单手式双管猴头喷雾器,泰兴市辉春医疗器械有限公司产。

1.2 操作方法

1.2.1 固相微萃取 挑选无病虫伤害、无霉烂的鲜杏果实,经洗涤、去皮、去核后,用榨汁机制备杏汁。将新榨杏汁于0~4℃的冰箱内保存,并在2h内测定。先将PDMS萃取头插入GC-MS的进样口中,于250℃活化并进行空白表面热解析,直至无色谱峰出现,基线稳定。然后取8mL杏汁置于15mL样品瓶中,插入100μm的PDMS萃取纤维头,于40℃顶空取样40min后,取出萃取PDMS纤维头,迅速插入气-质联用仪进样口,脱附3min后进行分析。

1.2.2 杏汁提取物挥发性成分分析 利用气-质联用分析仪分离和鉴定提取物中的挥发性化学成分。

GC条件:HP-INNOWAX柱(30m×250μm×

0.25μm),进样口温度250℃,载气为高纯(99.99%)氦气,柱流速1.0mL/min,进样量1μL,分流比20:1,程序升温:起始温度50℃,保持2min,以4℃/min的速率升至240℃,保持20min。

MS条件:用电子轰击(EI)源分析,电子能量70eV,电子倍增器电压1650V,离子源温度230℃,四极杆温度130℃,接口温度260℃,选用全扫描(SCAN)模式,质量扫描范围50~550amu,对采集到的质谱图利用Nist02谱库进行检索,并对主要挥发性成分进行定性分析;对所得的总离子流图,利用面积归一化法确定各组分的质量分数。

1.2.3 杏提取物的加香评吸 按1:5的比例在杏汁中加入75%乙醇,静置过滤,得杏提取物。取杏提取物,以梯度试验量均匀喷加在烟丝上(施加量以烟丝质量计),放置4h。将加香烟丝卷制成烟支,放入(22±1)℃,(60±2)%的恒温恒湿箱平衡48h,由评吸小组成员按照GB5606.4—2005进行评吸。考察指标为香气、谐调、杂气、余味、刺激性,其对照样品为仅喷加相同量75%乙醇的卷烟。

2 结果与讨论

2.1 杏提取物的感官特性

杏果提取物为淡黄色液体,香气特征为果香、清鲜香、花香、蜜甜等香韵,香气透发较持久。

2.2 杏提取物挥发性成分的定性、定量分析

色谱分离后,根据每个色谱峰质谱碎片图,查阅Nist02质谱图数据库,确定其化学组成,并用面积归一化法测定各种成分的质量分数,确定其含量,总离子流图见图1。对杏提取物中的主要挥发性成分进行了保留指数定性,结果见表1。

由表1可以看出,杏提取物共鉴定出60种成分,

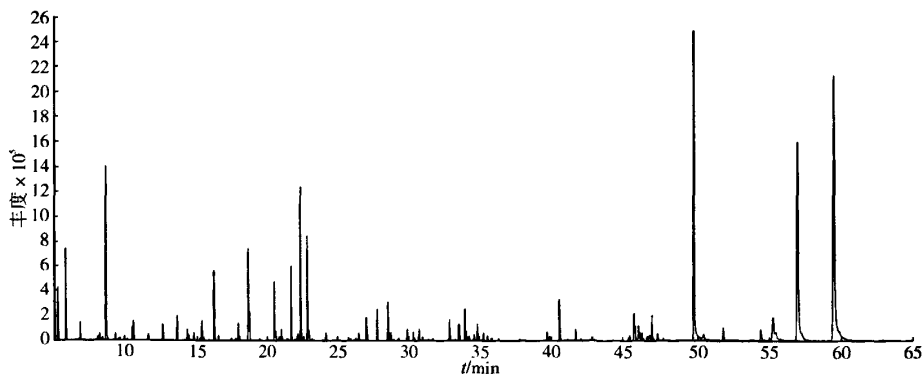


图1 杏汁的GC-MS分析总离子流色谱图

占总质量分数的 92.08%, 杏挥发性香气成分主要由羧酸类、醇类、酯类、醛类和酮类等物质构成, 其中酸类含量最多, 为 32.60%; 其他含量分别是醇类 18.45%, 醛类 18.10%, 酯类 13.95%, 酮类 2.84% 等. 与文献[10]报道的内酯类和萜烯醇类是杏香气的特征化合物相一致. 本实验所鉴定的组分中也有与文献[10]不一致的化合物. 这可能是由于品种不同、生长环境不同所致, 也有可能是香气成分的不稳定性以及实验中的误差导致香气成分的种类不一致.

2.3 杏提取物在卷烟中的应用

杏汁提取物中的一些化合物也是烟叶中的重要香味物质. 杏提取物加香卷烟评吸结果见表 2, 杏提取物能赋予卷烟甜香、果香, 提高卷烟香气柔和

性、圆润性, 降低刺激性, 掩盖杂气, 改善口感, 起到提升卷烟品质的作用. 对不同的烟丝, 提取物施放量应有不同, 一般在 0.05% ~ 0.1% 时效果较佳.

杏提取物中的一些化合物, 如萜烯类物质中的柠檬烯、石竹烯, 醇类中的芳樟醇、香叶醇、苯乙醇、橙花醇、顺式-3-己烯醇(叶醇)等, 内酯类中的 γ -己内酯和 γ -癸内酯, 醛类中的糠醛、5-甲基糠醛、苯甲醛、苯乙醛等, 酮类中的5-甲基-2(3H)-呋喃酮、 β -大马酮、 β -紫罗兰酮等, 都是烟叶中的重要香味物质. 在烟叶中添加杏提取物容易与烟香谐调, 有提高卷烟吸食品质的作用, 如石竹烯在烟草中能改进烟草的自然风味, 具有香味增效的性能; 香叶醇、苯乙醇和橙花醇可使烟香浓郁丰满, 烟气浸润柔和, 缓和烟气的重浊感; 芳樟醇和叶醇具有

表 1 GC-MS 分离鉴定出的杏汁中的香气成分

编号	香气成分	质量分数/%	编号	香气成分	质量分数/%
1	乙酸	0.06	31	4-环戊烯-1,3-二酮	0.49
2	丙酸	0.60	32	4-甲基苯乙酮	0.34
3	异戊酸	0.07	33	β -大马酮	0.27
4	Cis-2-己烯酸	0.08	34	β -紫罗兰酮	0.25
5	苯甲酸	1.68	35	2-甲基-3-羟基-吡喃-4-酮	0.59
6	月桂酸	0.43	36	乙酸叶醇酯	0.27
7	肉豆蔻酸	1.07	37	γ -己内酯	0.41
8	十五酸	0.25	38	γ -癸内酯	0.49
9	十六酸	16.76	39	肉豆蔻酸乙酯	0.36
10	9-十六烯酸	0.56	40	丁二酸二乙酯	0.30
11	硬脂酸	0.73	41	亚麻酸甲酯	12.12
12	油酸	0.73	42	己醛	1.88
13	亚油酸	9.58	43	2-己烯醛	7.59
14	己醇	0.78	44	壬醛	0.33
15	叶醇	1.68	45	糠醛	2.98
16	Cis-2-己烯醇	0.41	46	苯甲醛	0.53
17	氧化芳樟醇	1.02	47	5-甲基糠醛	2.31
18	芳樟醇	2.56	48	苯乙醛	2.48
19	2-乙基-己醇	0.24	49	β -水芹烯	0.59
20	罗勒烯醇	4.28	50	柠檬烯	0.15
21	α -松油醇	3.09	51	罗勒烯	0.09
22	香叶醇	0.20	52	4-坎烯	0.42
23	橙花醇	1.28	53	1-甲基-4-乙酰基环己烯	0.14
24	苜醇	1.14	54	α -石竹烯	0.13
25	β -苯乙醇	1.39	55	对烯丙基苯甲醚	0.21
26	2,6-二甲基-7-辛烯-2,6-二醇	0.38	56	玫瑰醚	2.68
27	3-羟基丁酮	0.38	57	苯酚	0.58
28	2-环戊烯酮	0.20	58	丁香酚	0.58
29	5-甲基-2(3H)-呋喃酮	0.16	59	2-甲氧基-4-乙基苯酚	0.31
30	3-甲基-3-环己酮	0.16	60	3-乙基苯酚	0.28

表2 卷烟添加杏汁提取物后的评吸结果

样品	施加量/%	评吸结果
2006年玉溪 C3F	0.05	赋予果香、甜香,烟香细腻、柔和、圆润、飘逸,口感舒适
	0.10	香气较丰富,较柔和,较圆润,较透发,口感较干净,略有刺激
	0.20	压烟香,质感略降,烟气稍粗糙,刺激稍大
2007年河南卢氏 C3F	0.05	与烟香谐调,丰富性稍提高,较细腻飘逸,较柔和,刺激略有,稍有杂气,余味较干净
	0.10	赋予果香、甜香,柔和、圆润,口感舒适,刺激小,微有杂气
	0.20	压烟香,香气量减少,刺激增加,烟气变粗
2003年凉山 C3F	0.05	与烟香谐调,丰富烟香,掩盖杂气,口感较干净
	0.10	赋予果香,丰富烟香,烟气细腻、柔和、透发、圆润,掩盖杂气,口感干净
	0.20	香气浑浊,压烟香,有残留
2008年南平 B2F	0.05	质感略有提高,较细柔,甜润较好,略有刺激,稍有劲头
	0.10	增甜香,柔和圆润,微有刺激,口感较干净,劲头下降
	0.20	压烟香,刺激增加,烟气稍混,口感下降
2008年永州 C2F	0.05	丰富性稍提,较柔和,圆润性较好,口感略有改善
	0.10	丰富烟香,增加甜香果香韵,细柔,圆润好,刺激小,口感净适
	0.20	压烟香,质感略降,较细,稍增刺激,微有残留

烟草的新鲜烟香和烟气的自然感,能掩盖粗略杂气; γ -己内酯具有浓烈的似黑香豆和烟草样甜香,在烟草中可以提调果香和豆香,也可作为目前烟草中禁用品——香豆素的替代品; γ -癸内酯具有强烈的果香,留香持久,在烟草中可以修饰烘托果香、豆香、奶香和可可巧克力等香韵,改善烟香和烟气吸味; β -大马酮具有柔和清甜的花香,稍有木香,能使烟气醇甜,改变粗劣气,提调、增加天然的烟味,并具有烟香增效作用;异戊酸是香料烟的特征香气成分,在极低浓度下有令人愉快的酒香和奶脂香,能使烟草制品形成酒香、水果香和奶酪样的甜香,增加香气浓度。总之,杏提取物能有效地丰富烟香,增加甜香、果香,使烟气柔和,香气细腻,降低刺激性,改善口感,掩盖卷烟杂气,具有明显改进烟气质量的作用。

3 结论

固相微萃取所得杏提取物经 GC-MS 分析,共鉴定出 60 种化合物,能接近杏汁中原有的挥发性化学成分,反映出杏的香气特征。其中一些化合物,如柠檬烯、石竹烯、芳樟醇、香叶醇、苯乙醇、橙花醇、5-甲基-2(3H)-呋喃酮、 β -大马酮、 β -紫罗兰酮、 γ -己内酯、 γ -癸内酯、糠醛、5-甲基糠醛、苯甲醛、苯乙醛、异戊酸等是烟叶的重要香味物质,对提高卷烟的吸食品质有重要作用。杏提取物能有效地丰富烟香,增加甜香、果香,使烟气柔和,香气细腻,降低刺

激性,改善口感,掩盖卷烟杂气,施加量为 0.05% ~ 0.1% 时效果较佳,具有明显改进烟气质量的作用。开发利用杏提取物具有较好的市场前景。

参考文献:

- [1] Aumatell M R, Tamames E, Buxameras S. Assessment of the volatile composition of juices of apricot, peach, and pear according to two pectolytic treatments [J]. J Agr Food Chem, 2005, 53(20): 7837.
- [2] 程卫东, 吕国华, 李琳, 等. 新疆小白杏资源的综合利用及其产业化[J]. 农业工程学报, 2006, 22(9): 241.
- [3] 郭丽萍. 骆驼杏杏脯的加工技术[J]. 河北果树, 2007(5): 35.
- [4] 马凯, 王继勋, 卢春生. 新疆地区低糖杏脯加工技术[J]. 保鲜与加工, 2007(1): 48.
- [5] 李勇, 刘全德, 宋惠. 杏汁饮料的研制[J]. 食品工业, 2003(2): 18.
- [6] 吴治海, 蒲彪. 胡萝卜、杏复合饮料研制及其稳定性[J]. 食品工业, 2006(2): 8.
- [7] 李凤林, 李应华. 新型山杏醋饮料的研制[J]. 饮料工业, 2009(7): 16.
- [8] 张滨, 胡华, 王桂芬. 杏沙枣复合果醋饮料的研制[J]. 广州食品工业科技, 2001(4): 33.
- [9] 郭意如. 香白杏酒的加工工艺[J]. 食品与发酵工业, 2004(9): 133.
- [10] 陈美霞, 陈学森, 周杰. 蒸馏-萃取法与溶剂萃取法提取杏果实香气成分的比较[J]. 分析实验室, 2005(3): 65.