



杨龙彦,张玓婕,宁振兴,等.醇类香料单体应用于滤棒加香的转移行为研究[J].轻工学报,2022,37(1):87-94.
YANG L Y,ZHANG D J,NING Z X,et al. Study on the transfer behavior of alcohol flavors used in filter stick
perfuming[J]. Journal of Light Industry,2022,37(1):87-94. DOI:10.12187/2022.01.012

醇类香料单体应用于滤棒加香的转移行为研究

杨龙彦¹,张玓婕²,宁振兴¹,李志华¹,李季刚¹,黄善松¹,张峻松²

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 食品与生物工程学院,河南 郑州 450001

摘要: 将13种醇类香料单体添加到卷烟滤棒中,优化香料成分的萃取条件,建立香料单体的GC-MS分析方法,考查贮存和抽吸过程中醇类香料单体在卷烟中的转移行为。结果表明:1)当萃取溶剂为无水乙醇、萃取方式为超声振荡、萃取溶剂体积为6 mL、萃取时间为20 min时,醇类香料单体萃取量最高。2)13种醇类香料单体在0.63~10.00 $\mu\text{g/mL}$ 质量浓度范围内线性良好,精密度、回收率较高,该分析方法可行。3)贮存期13种醇类香料的滤嘴残留率为9.68%~52.03%,烟丝迁移率为1.06%~17.36%,散失率为36.88%~87.01%;抽吸后13种醇类香料单体主流烟气转移率为0~14.49%,滤嘴残留率为14.78%~73.25%。4)十五醇的滤嘴残留率、烟气转移率相对较高,烟丝迁移率、散失率、滤嘴残留率相对较低,适宜应用于滤棒加香。5)互为顺反异构体的醇类香料单体在卷烟贮存和抽吸过程中的转移行为较相似;互为同系物的醇类香料单体,滤嘴残留率、烟气转移率、滤嘴残留率整体上随分子量增大、沸点增高而逐渐增加,散失率则逐渐减小。

关键词: 醇类香料;滤棒加香;滤嘴残留率;烟丝迁移率;烟气转移率;滤嘴残留率

中图分类号: TS246.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-1553(2022)01-0087-08

0 引言

卷烟加香不仅能增补卷烟香气、掩盖杂气、改善余味,还可以赋予卷烟独特的风格特征^[1-2]。目前,行业内已形成多种卷烟加香方式,如烟丝加香^[3-4]、成型纸加香^[5-6]、接装纸加香^[7-8]、滤棒加香^[9-11]等。其中滤棒加香制得的卷烟在燃吸时产生的热气流能直接将香味成分带入口腔,增加香料向主流烟气的转移率^[12],卷烟香料的转移行为对主流烟气成分含量及感官品质影响显著。

关于卷烟香料的转移行为研究,目前多集中在

烟丝中的外加香料单体^[13-14]。例如,罗海涛等^[15]研究了烟丝外加烯酮类香料单体向卷烟烟气中的转移行为,发现烯酮类香料向主流烟气粒相的转移率跟香料的沸点相关;李春等^[16]分析了一些酮、酯类香料单体在卷烟中的转移率,发现在密封条件下香料单体向滤嘴中的转移率随香原料沸点的升高而减小;张杰等^[17]分别采用烟丝、滤棒等外加香的方式进行了醛酮类香料单体转移行为的研究,发现滤棒加香更有利于低沸点醛酮类香料向主流烟气粒相中的转移。但滤棒加香卷烟中醇类香料单体在贮存和抽吸期间的转移规律鲜见报道。鉴于此,本文拟将

收稿日期:2021-06-07

基金项目:河南省科技攻关项目(182102310647);广西中烟工业有限责任公司科技项目(2020450000340026)

作者简介:杨龙彦(1980—),男,河南省新野县人,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研发。
E-mail:848329552@qq.com

通信作者:张峻松(1971—),男,河南省周口市人,郑州轻工业大学教授,博士,主要研究方向为烟草化学。E-mail:13283712413@163.com

13种醇类香料单体添加到卷烟滤棒中,对卷烟中香料单体的萃取条件进行优化,并建立醇类香料单体的GC-MS分析方法,考查贮存和抽吸过程中醇类香料单体的转移行为,为醇类香料单体在卷烟香味补偿中的应用提供理论依据和数据支撑。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

主要材料:空白卷烟(64 mm(烟支长)+25 mm(醋纤滤嘴长)×22.5 mm(圆周长)),广西中烟工业有限责任公司提供。

主要试剂:醇类香料(戊醇、反-3-己烯-1-醇、己醇、庚醇、2-乙基己醇、辛醇、癸醇、十五醇、苯甲醇、苯乙醇、芳樟醇、香叶醇、橙花醇),纯度≥98%,北京百灵威科技有限公司产;乙酸苯乙酯、无水乙醇、甲醇、异丙醇、正己烷,纯度≥99.9%,色谱级,天津市大茂化学试剂厂产;二氯甲烷,纯度≥99.9%,色谱级,迪马科技试剂有限公司产。

主要仪器:SB-3200DT超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司产;EL204型电子天平,瑞士Mettler Toledo公司产;RM20 H转盘式吸烟机,德国Borgwaldt KC公司产;7890B/5977A气相色谱/质谱联用仪,美国Agilent公司产;RE-52AA旋转蒸发器,上海亚荣生化仪器厂产;同时蒸馏萃取装置,郑州轻工业大学自制。

滤棒加香卷烟制备:挑出质量、吸阻均匀一致的烟支作为空白卷烟样品,准确称取醇类香料各0.2 g置于10 mL容量瓶中,以1,2-丙二醇为溶剂配制成各单体质量浓度为20 mg/mL的混合香料溶液。以每支10 μL的用量,使用微量注射器将其注入空白卷烟滤嘴,置于烟盒并密封,得到滤棒加香卷烟。将滤棒加香卷烟于恒温恒湿(温度(22±2)℃,湿度(60±5)%)环境贮存7 d,得到贮存后滤棒加香卷烟。

实验样本制备:分别选取贮存后滤棒加香卷烟和空白卷烟各2支,将滤嘴与烟丝剥离获得抽吸前滤嘴样本、加香卷烟烟丝及空白卷烟烟丝样本;分别取20支贮存后滤棒加香卷烟和空白卷烟,按照《常规分析用吸烟机定义和标准条件》(GB/T 16450—2004)^[18]的要求,利用吸烟机抽吸,剑桥滤片捕集卷

烟主流烟气粒相物,得到剑桥滤片样本;吸烟机抽吸后保留烟蒂,将烟蒂接装纸及成形纸剥离得到抽吸后滤嘴样本。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制 称取0.021 0 g乙酸苯乙酯,分别以无水乙醇、二氯甲烷为溶剂定容于1000 mL的容量瓶中,摇匀,将其配制成质量浓度为0.021 0 mg/mL的内标溶液。

准确称取0.01 g各醇类香料标准品于1000 mL容量瓶中,用内标溶液定容,得到各醇类化合物质量浓度为0.01 mg/mL的混合标准储备液。

分别移取适量混合标准储备液,用内标溶液梯度稀释,得到质量浓度为0.625 μg/mL、1.250 μg/mL、1.500 μg/mL、2.500 μg/mL、3.000 μg/mL、5.000 μg/mL、6.000 μg/mL、7.000 μg/mL、10.000 μg/mL的系列标准工作溶液。

1.2.2 香料成分的提取 采用溶剂萃取法进行抽吸前滤嘴样本中香料成分的提取。将滤嘴样本剪碎转移至加入乙酸苯乙酯内标溶液的50 mL锥形瓶中,加入适宜的萃取溶剂,以适宜的方式萃取一定时间,对萃取液进行GC-MS分析。

采用同时蒸馏萃取法^[19]进行烟丝、剑桥滤片及抽吸后滤嘴中香料成分的提取。将加香卷烟烟丝、空白烟丝、剑桥滤片或抽吸后滤嘴分别置于同时蒸馏萃取装置一端装有350 mL蒸馏水和30 g氯化钠的1000 mL圆底烧瓶中,用电热套加热;装置的另一端连接装有60 mL二氯甲烷的浓缩瓶,60℃水浴加热,反应时间为2.5 h,萃取完成后,在浓缩瓶中加入1 mL乙酸苯乙酯内标溶液,分别将各萃取液浓缩至1.0 mL,过0.45 μm有机滤膜,对滤液进行GC-MS分析。

1.2.3 溶剂萃取法实验条件的选择 在前期实验的基础上,初步确定溶剂萃取法的实验条件为:将滤嘴样本剪碎转移至加入6 mL乙酸苯乙酯内标溶液的50 mL锥形瓶中,加入6 mL无水乙醇超声振荡萃取20 min。

通过考查单因素萃取溶剂、萃取方式、萃取时间、萃取体积对萃取量的影响,确定溶剂萃取法的最佳实验条件,分别为:1)改变萃取溶剂的种类,考查

无水乙醇、甲醇、异丙醇和环己烷 4 种萃取溶剂对萃取量的影响;2) 改变萃取方式,考查超声振荡和摇床振荡两种萃取方式对萃取量的影响;3) 改变萃取时间,考查不同萃取时间(10 min、20 min、30 min、40 min、50 min)对萃取量的影响;4) 改变萃取溶剂体积,考查不同萃取溶剂体积(4 mL、6 mL、8 mL、10 mL、12 mL、14 mL)对萃取量的影响。

1.2.4 GC-MS 分析条件及方法评价 GC-MS 分析条件:色谱柱为 HP-5 MS 毛细管柱(60 m×0.25 mm×0.25 μm),载气氦气,载气流量 1.0 mL/min;进样口温度 280 ℃,进样量 1 μL,分流比 5:1。升温程序为:50 ℃,保持 2 min;以 6 ℃/min 的速率升温至 280 ℃,保持 20 min。离子源为电子轰击(EI)源,电子能量 70 eV,离子源温度 230 ℃,四极杆温度 150 ℃,传输线温度 280 ℃,电子倍增器电压 1994 V,全扫描模式,采用峰面积归一化法进行半定量分析。

分别取系列标准工作溶液按照上述条件进行 GC-MS 分析,将各醇类香料单体与内标物峰的面积比值为横坐标,各醇类香料单体与内标物质浓度的比值为纵坐标,进行线性回归分析,得到各醇类香料单体的标准工作曲线和相关系数,计算 6 次重复实验相对标准偏差(RSD),并分别测定低、中、高不同加标水平下 13 种成分的回收率,每个样品重复测定 5 次,计算平均回收率,以评价 GC-MS 分析方法的可靠性。

1.2.5 醇类香料单体的转移行为研究方法 1) 贮存过程。该过程醇类香料单体的转移行为通过香料单体的滤嘴持留率(Y_1)、烟丝迁移率(Y_2)及散失率(Y_3)进行分析。

$$Y_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\%$$

$$Y_2 = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100\%$$

$$Y_3 = 1 - (Y_1 + Y_2)$$

式中, m 为外加香料量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$); m_0 为空白卷烟滤棒中的香料含量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$); m_1 为贮存后加香卷烟滤棒中的香料含量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$); m_2 为空白卷烟烟丝中的香料含量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$); m_3 为贮存后加香

卷烟烟丝中的香料含量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$)。

2) 抽吸过程。取贮存 7 d 后的滤棒加香卷烟进行抽吸,抽吸过程中醇类香料单体的转移行为通过香料单体的主流烟气转移率(Y_4)和滤嘴残留率(Y_5)进行分析。

$$Y_4 = \frac{M_1}{m} \times 100\%$$

$$Y_5 = \frac{M_2}{m} \times 100\%$$

式中, M_1 为主流烟气气相物剑桥滤片中香料含量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$); M_2 为加香卷烟抽吸后滤嘴中香料含量/($\mu\text{g}\cdot\text{支}^{-1}$)。

2 结果与讨论

2.1 溶剂萃取法实验条件选择结果

不同萃取溶剂对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响如图 1 所示。由图 1 可知,使用无水乙醇作为萃取溶剂,各目标化合物均具有较高的萃取量,这可能与超声振荡选择性加热的特点有关,溶剂的极性越大,升温越快,萃取量越高^[20]。因此,选择无水乙醇作为萃取溶剂。

不同萃取方式对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响如图 2 所示。由图 2 可知,两种萃取方式下各目标化合物的萃取量变化趋势基本一致;使用不同萃取方式时,橙花醇的得率相差最大,戊醇的得

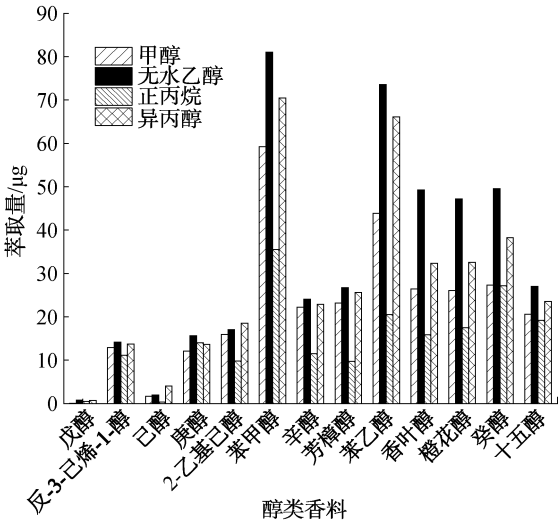


图 1 不同萃取溶剂对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响

Fig. 1 Effect of extraction solvents on the extraction alcohol flavors in the perfuming filter

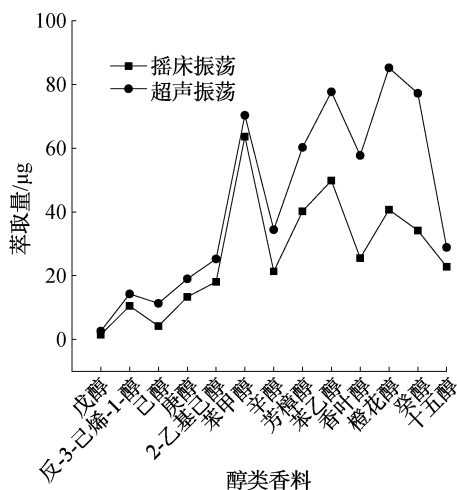


图 2 不同萃取方式对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响

Fig. 2 Effect of extraction methods on the extraction alcohol flavors in the perfuming filter

率相差最小,表明不同萃取方式对各醇类香料的萃取量影响不一。另外,超声振荡萃取条件下,13 种醇类香料的萃取量均高于摇床振荡萃取。因此,选择超声振荡的方式进行萃取。

不同萃取时间对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响如图 3 所示。由图 3 可知,随着萃取时间的延长,萃取量呈现先升高后缓慢下降的趋势,在 20 min 时各目标化合物的萃取量均达到最大值,分析其原因可能是:在一定时间范围内,随着萃取时间的延长,温度逐渐升高,各醇类香味成分溶解度增大,提取率增大;而后随时间继续延长,温度持续上升,过高的温度可能造成部分醇类香味成分分解及散失^[21],从而影响醇类香味成分的提取率。因此,选择萃取时间 20 min 为宜。

不同萃取溶剂体积对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响如图 4 所示。由图 4 可知,当萃取溶剂体积为 6 mL 时,各目标化合物的萃取量均为最佳,少量的乙醇不足以将样品浸没进而将醇类香味成分萃取完全,但萃取溶剂体积过大会产生稀释效应,萃取量反而有所下降^[22]。因此,选择萃取溶剂体积为 6 mL 为宜。

2.2 GC-MS 分析方法评价结果

13 种醇类香料单体的线性方程、相关系数、精密度、检出限、定量限和回收率结果如表 1 所示。由表 1 可知,13 种醇类香料单体在 0.63~10.00 μg/mL 质

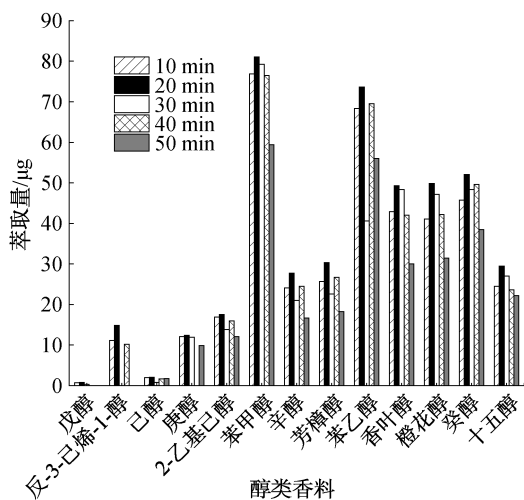


图 3 不同萃取时间对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响

Fig. 3 Effect of extraction time on the extraction alcohol flavors in the perfuming filter

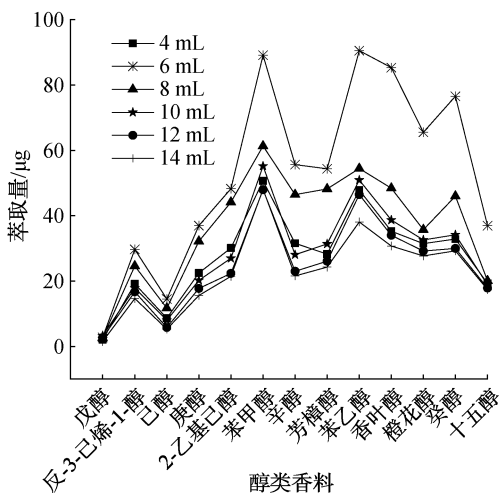


图 4 不同萃取溶剂体积对加香滤嘴中醇类香料单体萃取量的影响

Fig. 4 Effect of extraction volume on the extraction alcohol flavors in the perfuming filter

量浓度范围内线性良好 ($R \geq 0.9990$),定量限为 0.11~1.73 μg/mL,精密度为 0.70%~2.90% (样品数量 $n=6$)。13 种醇类香料单体的低、中、高浓度的加标回收率为 91.3%~118.7%,回收率较高。由此可知,GC-MS 分析方法适合用于检测 13 种醇类香料单体。

2.3 贮存过程醇类香料单体的转移行为分析

贮存过程 13 种醇类香料单体在卷烟中转移行为分析结果如表 2 所示。由表 2 可知,1) 13 种醇类香料单体在滤嘴中的持留率为 9.68%~52.03%,其

表 1 13 种醇类香料单体的线性方程、相关系数、精密度、检出限、定量限和回收率
Table 1 Linear equation, correlation coefficient, precision, detection limit, quantification limit and recovery rate of 13 kinds of alcohol flavors

序号	化合物名称	回归方程	R	精密度/%	检出限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	定量限/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	加标回收率/%
1	戊醇	$y=6\times10^{-9}x-0.000\ 5$	0.999 4	1.39	0.03	0.11	93.0~96.8
2	反-3-己烯-1-醇	$y=4\times10^{-9}x+0.001\ 6$	0.999 6	1.42	0.33	1.09	96.5~98.7
3	己醇	$y=3\times10^{-9}x-0.000\ 4$	0.999 5	1.36	0.24	0.81	98.5~102.4
4	庚醇	$y=3\times10^{-9}x+0.001\ 3$	0.999 8	1.54	0.52	1.73	97.3~108.0
5	2-乙基己醇	$y=3\times10^{-9}x+0.000\ 9$	0.999 3	1.98	0.30	1.01	99.4~109.4
6	苯甲醇	$y=3\times10^{-9}x+0.007\ 1$	0.999 4	1.82	0.25	0.82	98.2~102.3
7	辛醇	$y=3\times10^{-9}x+0.001\ 2$	0.999 6	0.70	0.25	0.85	99.0~100.5
8	芳樟醇	$y=3\times10^{-9}x+0.000\ 5$	0.999 5	2.55	0.29	0.97	91.3~100.8
9	苯乙醇	$y=3\times10^{-9}x+0.004\ 1$	0.999 5	1.89	0.23	0.78	101.8~104.6
10	香叶醇	$y=3\times10^{-9}x+0.001\ 0$	1.000 0	1.95	0.24	0.80	100.4~108.6
11	橙花醇	$y=2\times10^{-9}x+0.001\ 2$	0.999 5	2.90	0.31	1.05	104.5~109.7
12	癸醇	$y=3\times10^{-9}x-0.000\ 7$	0.999 5	1.92	0.28	0.93	107.9~118.7
13	十五醇	$y=1\times10^{-9}x+0.003\ 6$	0.999 4	2.50	0.06	0.21	103.0~118.2

表 2 贮存过程 13 种醇类香料单体
在卷烟中转移行为分析结果

Table 2 Results of the transfer behavior of 13 kinds of alcohol flavors in cigarettes during storage

化合物	分子量	沸点/ ℃	滤嘴持 留率/%	烟丝迁 移率/%	散失率/ %
戊醇	88	138.0	9.68	3.31	87.01
反-3-己 烯-1-醇	100	157.0	12.97	11.84	75.19
己醇	102	157.8	12.11	6.55	81.34
庚醇	116	175.0	16.42	11.77	71.81
2-乙基己醇	130	186.0	20.81	9.98	69.21
苯甲醇	108	205.5	45.76	17.36	36.88
辛醇	130	195.2	24.21	9.44	66.35
芳樟醇	154	198.0	24.73	7.58	55.32
苯乙醇	123	219.5	52.03	9.33	38.64
香叶醇	154	229.0	40.47	4.22	67.69
橙花醇	154	227.0	36.50	3.13	66.37
癸醇	158	231.0	38.47	1.06	60.48
十五醇	228	271.0	51.91	1.97	46.12

中苯乙醇的滤嘴持留率最高,为 52.03%,其次是十五醇、苯甲醇,分别为 51.91%、45.76%;2) 13 种醇类香料单体向烟丝中的迁移率为 1.06%~17.36%,其中癸醇的烟丝迁移率最低,为 1.06%,其次是十五醇、橙花醇,分别为 1.97%、3.13%;3) 13 种醇类香料单体的散失率为 36.88%~87.01%,其中苯甲醇的散失率最低,为 36.88%,其次是苯乙醇、十五醇,分别为 38.64%、46.12%。综上所述,苯乙醇、十

五醇的滤嘴持留率相对较高,烟丝转移率、散失率均相对较低,可作为滤棒加香原料应用于滤棒加香卷烟生产中。

2.4 抽吸过程醇类香料单体向主流烟气的转移行为分析

抽吸过程 13 种醇类香料单体在卷烟中转移行为分析结果如表 3 所示。由表 3 可知,1) 13 种醇类香料单体向主流烟气粒相物的转移率为 0~14.49%,其中十五醇的转移率最高,为 14.49%,其次是癸醇、香叶醇,分别为 13.18%、10.23%;2) 滤嘴残留率为 14.78%~73.25%,其中戊醇的残留率最低,为 14.78%,这是由于戊醇在贮存过程中的散失率较大,其次是反-3-己烯-1-醇、2-乙基己醇,分别为 32.50%、43.47%。综上所述,十五醇的主流烟气转移率较高且滤嘴残留率相对较低,可作为滤棒加香原料应用于滤棒加香卷烟生产中。

2.5 互为同分异构体的醇类香料单体转移行为分析

对于互为同分异构体的芳樟醇、橙花醇及香叶醇,三者滤嘴持留率分别为 24.73%、36.50%、40.47%,烟丝迁移率分别为 7.58%、3.13%、4.22%,散失率分别为 55.32%、66.37%、67.69%。其中橙花醇与香叶醇的滤嘴持留率、烟丝迁移率、散失率均较为接近,这可能与分子结构式相关,橙花醇

表 3 抽吸过程 13 种醇类香料单体
在卷烟中转移行为分析结果
Table 3 Results of the transfer behavior of 13 kinds
of alcohol flavors in cigarettes during smoking

化合物	分子量	沸点/ ℃	主流烟气 转移率/%	滤嘴残 留率/%
戊醇	88	138.0	—	14.78
反-3-己烯-1-醇	100	157.0	—	32.50
己醇	102	157.8	2.73	61.50
庚醇	116	175.0	4.42	63.10
2-乙基己醇	130	186.0	7.08	43.47
苯甲醇	108	205.5	4.14	55.16
辛醇	130	195.2	6.08	48.88
芳樟醇	154	198.0	4.09	60.13
苯乙醇	123	219.5	5.12	73.25
香叶醇	154	229.0	10.23	66.03
橙花醇	154	227.0	8.85	68.16
癸醇	158	231.0	13.18	69.93
十五醇	228	271.0	14.49	66.40

注：—表示未检出。

与香叶醇互为顺反立体异构,而这两者与芳樟醇均互为位置异构。芳樟醇、橙花醇及香叶醇向主流烟气转移率分别为 4.09%、8.85%、10.23%,滤嘴残留率为 60.13%、68.16%、66.03%,可知芳樟醇的转移行为与橙花醇、香叶醇相差较大,原因可能与分子结构及沸点有关,这与蔡君兰等^[23]的研究结论一致。整体上,互为同分异构体的醇类香料单体转移行为相似,在滤棒加香时可以考虑结合香料添加后卷烟感官品质来选择适宜的醇类香料单体。

2.6 互为同系物的醇类香料单体转移行为分析

对于互为同系物的不饱和醇类香料单体(戊醇、己醇、庚醇、辛醇、癸醇、十五醇),随着分子量增大、沸点增高,滤嘴持留率逐渐增加,其中十五醇的滤嘴持留率最高,为 51.91%;烟丝迁移率呈先升高后降低的趋势,其中癸醇的烟丝迁移率最低,为 1.06%;散失率逐渐减少,其中十五醇的散失率最低,为 46.12%;烟气转移率呈先缓慢升高后趋于平缓的趋势,其中十五醇的烟气转移率最高,为 14.18%,分子量、沸点均较低的戊醇未在主流烟气粒相物中检出;滤嘴残留率呈先剧烈升高后趋于平缓的趋势,其中癸醇的滤嘴残留率最大,为 69.93%。综上可知,对于互为同系物的醇类香料单

体而言,整体上沸点越高、分子量越大,向主流烟气的转移率越高,在滤棒加香时可以考虑添加高级脂肪醇类(互为同系物分子量最大的香料)。

3 结论

本文优化了卷烟中醇类香料单体的萃取条件,建立了醇类香料单体的 GC-MS 分析方法,研究了 13 种滤棒外加醇类香料单体在卷烟中的转移行为。结果表明:当萃取溶剂为无水乙醇、萃取方式为超声振荡、萃取溶剂体积为 6 mL、萃取时间为 20 min 时,醇类香料单体的萃取量最高;GC-MS 分析方法中醇类香原料在 0.63~10.00 μg/mL 质量浓度范围内线性良好,精密度、回收率较高,适用性强;对于贮存期的滤棒外加香卷烟,13 种醇类香料单体的滤嘴持留率为 9.68%~52.03%,烟丝迁移率为 1.06%~17.36%,散失率为 36.88%~87.01%;对于抽吸后的滤棒加香卷烟,13 种醇类香料单体的主流烟气转移率为 0~14.49%;滤嘴残留率为 14.78%~73.25%;十五醇的滤嘴持留率、烟气转移率相对较高,烟丝迁移率、散失率、滤嘴残留率相对较低,适宜作为醇类香料单体用于制备滤棒加香卷烟;互为顺反异构体的醇类香料单体贮存及抽吸过程中的转移行为较相似;互为同系物的醇类香料单体,滤嘴持留率、主流烟气转移率、滤嘴残留率随分子量增大、沸点增高而逐渐增加,散失率随分子量增大、沸点增高而逐渐减小。

本文通过对滤棒外加醇类香料单体的转移行为的研究,为滤棒所用香精的调配、量化低焦油卷烟的加香加料提供理论参考和数据支撑。未来还需进一步研究醇类香料与卷烟加香的协调性,结合感官品质优选最适加香醇类香料。

参考文献:

[1] 娄本,刘善宇.酯类与酮类烟用香料的化学合成与加香应用研究进展[J].安徽农业科学,2012,40(29):96-99.
[2] 包秀萍,吴明美,刘煜宇,等.响应面法优化嘴棒功能香精及其在卷烟中的应用研究[J].安徽农业科学,2017,45(33):93-95.

- [3] 云南中烟工业有限责任公司. 一种基于主成分分析法检测烟丝加香均匀性的方法: 201810085841. 5[P]. 2018-08-10.
- [4] 张文洁, 郑美玲, 朱远洋, 等. 非邻苯酯类增塑剂在卷烟中的转移行为[J]. 精细化工, 2019, 36(10): 55-60.
- [5] 云南恩典科技产业发展有限公司. 一种水溶性香精缓释卷烟纸的制备方法: 202010017892. 1[P]. 2020-05-08.
- [6] 广西中烟工业有限责任公司. 一种具有柚子味增香层的卷烟滤嘴成型纸: 201620840147. 6[P]. 2017-08-25.
- [7] 赵海娟, 张文洁, 楚文娟, 等. 高效液相色谱法附蒸发光散射检测器同时测定烟用接装纸中7种甜味剂的含量[J]. 理化检验(化学分册), 2019, 55(12): 36-41.
- [8] 中国烟草总公司郑州烟草研究院. 一种甜味剂及其合成方法和在卷烟中的应用: 201310639533. X[P]. 2014-04-09.
- [9] 刘秀彩, 蓝洪桥, 林艳, 等. 薄荷类爆珠卷烟中薄荷醇的分布与转移[J]. 中国烟草学报, 2020, 26(6): 25-31.
- [10] 郭华诚, 朱远洋, 赵琪, 等. 薄荷型香线滤棒特征成分及其在卷烟中的转移行为[J]. 烟草科技, 2019, 52(10): 62-67.
- [11] 河南中烟工业有限责任公司. 一种烟支丝束加香装置: 201821268811. X[P]. 2019-05-24.
- [12] 朱亚峰, 胡军, 唐荣成, 等. 卷烟滤嘴加香研究进展[J]. 中国烟草学报, 2011, 17(6): 104-109.
- [13] STOTESBURY S, WILLOUGHBY L J, COUCH A. Pyrolysis of cigarette ingredients labelled with stable isotopes [J]. Contributions to Tobacco Research, 2014, 19(2): 55-64.
- [14] PERFETTI T A, GORDON B M, COLEMAN III W M, et al. Determination of the transfer efficiency of d-nicotine to mainstream smoke [J]. Contributions to Tobacco Research, 2001, 19(5): 237-244.
- [15] 罗海涛, 张峻松. 5种烯酮类香料单体在卷烟烟气中的转移行为分析[J]. 食品工业, 2012, 33(3): 136-138.
- [16] 李春, 向能军, 沈宏林, 等. 一些醛、酯类香料在卷烟中的转移率与卷烟焦油量的相关性研究[J]. 应用化工, 2009, 38(10): 65-68.
- [17] 张杰, 宗永立, 周会舜, 等. 一些醛酮类香料在卷烟烟丝和滤嘴中的转移行为[J]. 烟草科技, 2011(7): 60-63.
- [18] 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中国烟草标准化研究中心. 常规分析用吸烟机定义和标准条件: GB/T 16450—2004[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- [19] 张博, 李小兰, 黄世杰, 等. 不同提取方法对南果梨挥发性香气成分的影响研究[J]. 化学试剂, 2018, 40(8): 784-788.
- [20] 吕浩铭, 黎艳玲, 杨华武, 等. 超声辅助提取雪梨多糖及其在卷烟中的应用[J]. 精细化工, 2016, 33(2): 142-146.
- [21] 胡海, 陈季旺, 莫加利, 等. 酱卤鸭制品辣度HPLC测定法的前处理条件优化[J]. 武汉轻工大学学报, 2018, 37(4): 1-7.
- [22] 邓惠敏, 李中皓, 边照阳, 等. GC/MS法同时测定主流烟气中9种芳香胺[J]. 烟草科技, 2017, 50(12): 61-69.
- [23] 蔡君兰, 张晓兵, 赵晓东, 等. 一些醇类香料单体在卷烟中的转移研究[J]. 中国烟草学报, 2009, 15(1): 6-11.

Study on the transfer behavior of alcohol flavors used in filter stick perfuming

YANG Longyan¹, ZHANG Dingjie², NING Zhenxing¹, LI Zhihua¹,

LI Jigang¹, HUANG Shansong¹, ZHANG Junsong²

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

Abstract: 13 kinds of alcohol flavors were added to cigarette filter rods, the extraction conditions of flavors in cigarettes were optimized, the GC-MS analysis method of alcohol homologous compounds was established, and the transfer behavior of alcohol flavors in cigarettes during storage and smoking was studied. The results showed that: when the extraction solvent was absolute ethanol, the extraction method was ultrasonic vibration, the extraction solvent volume was 6 mL, the extraction time was 20 minutes, the extraction amount of alcohol flavors was the highest. The linearity of 13 alcohol flavors was good in the concentration range of 0.63~10.00 $\mu\text{g/mL}$, and the precision and recovery rate were high. During storage period, the filter retention rate of 13 alcohol flavors was 9.68%~52.03%, the migration rate of tobacco was 1.06%~17.36%, and the loss rate was 36.88%~87.01%; during smoking, the mainstream smoke transfer rate of 13 alcohol flavors was 0~14.49%, the filter residue rate was 14.78%~73.25%. The filter retention rate and the smoke transfer rate of pentadecanol were relatively high, the tobacco migration rate, the loss rate, and the filter residue rate were relatively low, so it was suitable for being used in the filter-flavored cigarettes. The transfer behavior of alcohol flavors that were cis and trans isomers were similar during storage and smoking; alcohol flavors that were homologous to each other had similar transfer behaviors. In summary, with the molecular weight and boiling point increasing, the filter retention rate, flue gas transfer rate, and filter residue rate gradually increased, while the loss rate gradually decreased.

Key words: alcohol flavor; filter stick perfuming; filter stick retention rate; cut tobacco migration rate; smoke transfer rate; filter residue rate

(责任编辑:吴晓亭)