



田金虎,袁颖,卢昕博,等.微波预处理对加热卷烟用烤烟烟叶常规化学成分及挥发性香气成分的影响[J].轻工学报,2024,39(2):69-79.
TIAN J H, YUAN Y, LU X B, et al. Effect of microwave pretreatment on the conventional chemical composition and volatile aroma components of flue-cured tobacco leaves for heated cigarettes [J]. Journal of Light Industry, 2024, 39(2): 69-79. DOI: 10. 12187/2024. 02. 009

微波预处理对加热卷烟用烤烟烟叶常规化学成分及挥发性香气成分的影响

田金虎¹,袁颖¹,卢昕博²,汤晓东²,潘力²,王雨凝²,叶兴乾¹,蒋健²

1. 浙江大学 生物系统工程与食品科学学院, 浙江 杭州 310000;
2. 浙江中烟工业有限责任公司 技术中心, 浙江 杭州 310000

摘要:以河南产区的下部烤烟样品为原料,采用微波干燥和微波水热两种方法预处理原料,利用连续流动分析、高效液相色谱、气相色谱-离子迁移谱(GC-IMS)等技术对不同微波预处理烤烟烟叶中的常规化学成分及挥发性香气成分进行分析。结果表明:微波水热处理可降低烤烟烟叶中水溶性糖、还原糖、植物碱及酚类物质含量,提高总氮、石油醚提取物含量,并显著增加烤烟原叶的氮碱比($P \leq 0.05$),其中微波水热 700 W-6 min 处理组氮碱比高达 1.65;而经微波干燥处理后,烤烟烟叶中常规化学成分整体仍处于优质烟叶指标范畴,且挥发碱含量显著增加($P \leq 0.05$),部分预处理组中绿原酸和芸香苷含量增加;此外,GC-IMS 共鉴定出 56 种挥发性香气成分,微波水热处理可增加烤烟的新鲜清香,微波干燥处理则可增加其甜香味。

关键词:微波水热处理;微波干燥处理;烤烟烟叶;加热卷烟;挥发性香气成分

中图分类号:TS41⁺1 **文献标识码:**A **文章编号:**2096-1553(2024)02-0069-11

0 引言

加热卷烟指以低于 350 ℃ 的温度加热烟芯材料以产生具有烟草特征风味气体的新型烟草制品,本质是消费烟草材料中化学成分低温蒸发和热解所产生的烟气^[1]。加热卷烟通过加热而非燃烧的方式可以获得含有尼古丁的气溶胶,并减少传统卷烟燃烧过程中因高温裂解产生的有害成分^[2],这也成为其在全民健康意识不断提升背景下逐步取代传统卷烟的重要驱动力。然而,由于加热温度较低,加热卷

烟普遍存在香气成分不足、杂气偏重、刺激性强等问题^[3]。目前,国内外针对上述问题的研究主要集中在加热模式探索^[4]、烟芯加料加香^[5]、烘烤工艺改良^[6]、调制技术提升^[7]等方面,鲜有使用不同物理加工手段预处理烟草原料以改善加热卷烟品质方面的研究。

微波处理通过高频电磁波作用于物质本身,可实现分子水平的振动。微波处理可分为微波干热和微波水热两种处理方法,常用于物料干燥及植物中功能组分的萃取等^[8]。研究^[9]表明,微波较强的穿

收稿日期:2023-05-18;修回日期:2023-09-06;出版日期:2024-04-15

基金项目:中国烟草总公司科技重大专项项目(110202201048);浙江大学-浙江中烟联合实验室基金项目(588970-Y2201)

作者简介:田金虎(1988—),男,安徽省阜阳市人,浙江大学副研究员,博士,主要研究方向为烟草化学与新型烟草加工技术。
E-mail: jinhutian@126.com

通信作者:蒋健(1978—),男,浙江省丽水市人,浙江中烟工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟草化学。E-mail: jiangj@zjtobacco.com

透性使其可在极短的时间内在烤烟烟叶内部形成水分迅速挥发的环境,加速烟叶中的美拉德反应,同时微波热效应可去除烤烟烟叶中部分低沸点的不良气味,使其香味更为浓郁。与其他物理加工方式相比,微波处理具有加热速率更高、更均匀且快速等特点^[10]。基于此,本研究拟以河南产区的下部烤烟样品为原料,采用微波干燥和微波水热两种方法,探索不同微波预处理对烤烟烟叶中常规化学成分及挥发性香气成分的影响,以期新型加热卷烟原料的开发提供参考。

1 材料与方法

1.1 主要材料、试剂与仪器

主要材料:烤烟烟叶,产地河南,由浙江中烟工业有限责任公司提供,选取下部烟叶为研究对象。

主要试剂:甲醇(HPLC级),默克化工技术(上海)有限公司;乙醇、福林酚、石油醚(沸程 30~60℃)、氢氧化钠、盐酸、磷酸二氢钾、碳酸钠,均为分析纯,国药集团化学试剂有限公司;十水合四硼酸钠(分析纯),上海泰坦科技股份有限公司;硅钨酸水合物(分析纯)、新绿原酸(标准品),上海源叶生物科技有限公司;次甲基蓝、甲基红,均为分析纯,隐绿原酸、芸香苷,均为标准品,上海麦克林生化科技股份有限公司;绿原酸(标准品),北京华威锐科化工有限公司;茛菪亭(标准品),成都普菲得生物技术有限公司。

主要仪器:M1-L213B型微波炉,美的集团股份有限公司;Heracles NEO 100型超快速气相色谱电子鼻系统(双FID检测器,配有MXT-5和MXT-1701两根色谱柱(10 m×180 μm)),法国Alpha MOS公司;Waters E2695型高效液相色谱分析仪,美国Waters公司;Alliance Futura型连续流动分析仪,法国AMS Alliance公司;气相色谱-离子迁移谱(GC-IMS)仪,德国G. A. S公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理 微波水热处理是将烤烟烟叶浸没在超纯水介质中,设置不同微波功率及时间进行预处理,得到湿烟叶;微波干燥处理是将含水量约为12%(若无特指,百分数均指质量分数,下同)的

烤烟烟叶(该含水量仅为烟叶内部水分含量,不外加水为介质)直接进行不同功率及时间的微波预处理,得到干烟叶。两种处理方法制得的烟叶含水量不同,均需调节至5%左右(采用GC法测定含水量),具体方法为:将处理后含水量大于5%的烟叶置于烘箱中恒温干燥,含水量小于5%的烟叶则通过喷洒水的方式进行调节。依据前期预实验结果进行微波水热处理和微波干燥处理,按功率及处理时间设置分组,包括烤烟原叶(RAW)、微波水热700 W-3 min处理组(HH3)、微波水热700 W-6 min处理组(HH6)、微波水热385 W-3 min处理组(HM3)、微波水热385 W-6 min处理组(HM6)、微波水热119 W-3 min处理组(HL3)、微波水热119 W-6 min处理组(HL6)、微波干燥119 W-3 min处理组(LL3)、微波干燥119 W-6 min处理组(LL6)、微波干燥385 W-3 min处理组(LM3)。由于没有以水为介质的加热环境,在微波干燥3 min或6 min的处理过程中容易产生局部过热的情况,导致烟叶部分碳化,因而未设置更长时间和更高功率的连续化微波干燥处理条件。

1.2.2 常规化学成分测定 参考文献[11-15]的方法对烤烟烟叶中水溶性糖、还原糖、总氮、氯、钾、总植物碱的含量进行测定。

1.2.3 石油醚提取物含量测定 参考文献[16]的方法并作相应修改,对石油醚提取物含量进行测定,具体步骤如下:精确称取2.000 0 g烤烟烟叶样品放入滤纸筒中,置于80℃恒温干燥箱中干燥2 h,称质量并记录为 m_1 ;在接收瓶中加入超过瓶体积2/3的石油醚,连接索氏抽提器,接通冷凝水,将接收瓶置于60℃水浴条件下加热;控制石油醚回流次数约为8次/h,提取时间7 h;取出滤纸筒,放置在通风橱中过夜,使剩余石油醚充分挥发;再次将滤纸筒放入80℃恒温干燥箱中干燥2 h,称质量并记录为 m_2 ,按下式计算烤烟烟叶中石油醚提取物含量。

$$\text{石油醚提取物含量} = \frac{m_1 - m_2}{2.000\ 0 \times (1 - W)} \times 100\%$$

其中, W 为烤烟烟叶样品中的含水量/%。

1.2.4 挥发碱含量测定 参考王瑞新等^[17]的方法,采用水蒸气蒸馏法测定烤烟烟叶中挥发碱含量。

1.2.5 酚类化合物及总酚含量测定 参考文献[18]的方法对烤烟烟叶中酚类化合物含量进行测定,参考张献忠^[19]的方法,以绿原酸为基准物质测定烤烟烟叶中总酚含量,结果以绿原酸当量表示(mg CAE/g 烤烟烟叶样品)。

1.2.6 挥发性香气成分测定 使用超快速气相色谱电子鼻系统对烤烟烟叶中挥发性香气成分进行检测:分别取烤烟原叶及不同微波预处理的烤烟烟叶粉末(过 60 目筛)各约 0.5 g,采用静态顶空采样法,每个样品重复检测 4 次。具体参数见表 1。

1.2.7 GC-IMS 分析 分别称取约 0.5 g 不同预处理前后的烤烟烟叶样品于 20 mL 顶空进样瓶中,在 70 ℃ 条件下孵化 20 min,进样量 1000 μL,分析时间 50 min。GC-IMS 分析条件:MXT-WAX 型色谱柱;载气和漂移气均为高纯 N₂(纯度≥99.999%),载气初始流速 2 mL/min,持续 2 min,2~10 min 载气流速线性升高至 10 mL/min,10~30 min 载气流速线性升高至 100 mL/min,30~50 min 载气流速线性升高至 150 mL/min,漂移气流速保持在 75 mL/min。

1.3 数据分析与处理

采用 GraphPad Prism 9.0 分析实验数据的主成分并绘制主要图表,利用 SPSS 20.0 软件进行显著性分析,差异显著水平为 $P\leq 0.05$,每组实验至少重复 3 次。

表 1 超快速气相色谱电子鼻系统检测参数设置

Table 1 Parameter settings of ultra-fast gas chromatography electronic nose system detection

项目	数值	项目	数值
进样体积/μL	5000	初始炉温/℃	50
注射速度/ (μL·s ⁻¹)	125	FID 增益	12
进样口温度/℃	200	升温程序	以 1 ℃/s 升温至 80 ℃后,立即以 3 ℃/s 升温至 250 ℃,并保持 21 s
进样口压力/kPa	10	孵化期/min	20
注射时间/s	45	孵化温度/℃	70
捕集温度/℃	50	加热振荡器搅拌速度/(r·min ⁻¹)	500
捕集时间/s	50	分流流速/(mL·min ⁻¹)	10
阀温度/℃	250		

2 结果与讨论

2.1 微波预处理对烤烟烟叶中常规化学成分含量的影响

表 2 为不同微波预处理条件下烤烟烟叶中常规化学成分的含量。由表 2 可知,烤烟原叶在经过不同条件的微波预处理后,常规化学成分发生了不同程度的变化,其中以微波水热处理组变化最为明显,具体表现为:微波水热处理组中水溶性糖和还原糖(两糖)、总植物碱、氯、钾含量均显著降低($P\leq 0.05$),且微波水热 6 min 处理组相关化学成分损失显著大于微波水热 3 min 处理组。随着处理功率的降低,水溶性糖、还原糖及总植物碱的损失显著减少($P\leq 0.05$),该规律在微波水热 6 min 处理组及微波水热 3 min 处理组均有体现。氯含量则表现为微波水热 700 W-3 min 处理组显著高于微波水热 385 W-3 min 处理组及微波水热 119 W-3 min 处理组($P\leq 0.05$),且微波水热 385 W-3 min 处理组及微波水热 119 W-3 min 处理组无显著性差异($P>0.05$)。微波水热 700 W-6 min 及 385 W-6 min 处理组氯含量显著低于微波水热 119 W-3 min 及 119 W-6 min 处理组($P\leq 0.05$),且微波水热 700 W-6 min 及微波水热 385 W-6 min 处理组间无显著性差异($P>0.05$),推测长时间高功率的微波水热处理会促进烤烟烟叶内含氯化合物的溶解^[20]。钾含量在微波水热 385 W 两个处理组中均表现出降低程度较大的结果,微波水热 119 W-6 min 处理组及微波水热 700 W-3 min 处理组钾含量损失较少,其原因仍需进一步探究。微波处理水热处理组中总氮含量相较于烤烟原叶均发生显著升高($P\leq 0.05$),这可能是由于烤烟烟叶中含氮蛋白质及其他杂环化合物等不溶于水,故水热处理组总氮相对含量升高,但其组间差异不大。微波水热处理后烤烟烟叶的水溶性糖与总植物碱含量比值(糖碱比)及还原糖与水溶性糖含量比值(两糖比)整体仍然处于优质烟叶指标范畴^[21],但其总氮与总植物碱含量比值(氮碱比)显著升高($P\leq 0.05$),偏离了优质烟叶(<1)范畴,这可能会导致烤烟烟叶在抽吸过程中生理强度偏高、劲头过足;结合微波水热处理后两糖含量显著

表 2 不同微波预处理条件下烤烟烟叶中常规化学成分含量
Table 2 Conventional chemical component contents of flue-cured tobacco leaves in different microwave pretreatment groups

处理组	水溶性糖含量/%	总植物碱含量/%	还原糖含量/%	氯含量/%	钾含量/%	总氮含量/%	水溶性糖与总植物碱含量比值	还原糖与水溶性糖含量比值	总氮与总植物碱含量比值
RAW	25.48±0.19 ^b	2.48±0.00 ^a	23.05±0.03 ^a	0.44±0.00 ^a	1.55±0.01 ^b	1.89±0.01 ^d	9.30±0.01 ^d	0.90±0.01 ^{bc}	0.76±0.00 ^g
HH3	16.92±0.00 ^h	1.69±0.01 ^e	15.09±0.02 ^f	0.24±0.01 ^c	0.92±0.01 ^c	1.98±0.04 ^{bc}	8.91±0.01 ^f	0.89±0.00 ^d	1.17±0.02 ^c
HH6	12.77±0.16 ^j	1.23±0.01 ^h	10.90±0.01 ^h	0.17±0.01 ^f	0.73±0.01 ^g	2.03±0.01 ^a	8.87±0.07 ^f	0.85±0.01 ^e	1.65±0.00 ^a
HM3	17.58±0.07 ^f	1.70±0.01 ^e	16.12±0.12 ^d	0.21±0.01 ^d	0.86±0.00 ^e	1.99±0.02 ^{bc}	9.47±0.04 ^e	0.92±0.00 ^{ab}	1.17±0.01 ^c
HM6	13.60±0.00 ⁱ	1.29±0.00 ^g	12.15±0.00 ^g	0.17±0.00 ^f	0.68±0.01 ^h	2.02±0.03 ^{ab}	9.45±0.01 ^e	0.89±0.00 ^d	1.57±0.03 ^b
HL3	19.31±0.26 ^e	1.82±0.02 ^d	17.55±0.18 ^c	0.21±0.01 ^d	0.90±0.01 ^d	2.01±0.00 ^{abc}	9.66±0.02 ^a	0.91±0.01 ^{ab}	1.11±0.02 ^d
HL6	17.20±0.01 ^g	1.66±0.00 ^f	15.81±0.01 ^e	0.19±0.01 ^e	0.80±0.00 ^f	1.97±0.02 ^c	9.54±0.00 ^b	0.92±0.01 ^a	1.19±0.02 ^c
LL3	24.47±0.04 ^c	2.42±0.01 ^b	21.78±0.06 ^b	0.45±0.00 ^a	1.57±0.00 ^a	2.00±0.01 ^{abc}	8.99±0.02 ^e	0.89±0.00 ^d	0.83±0.01 ^f
LL6	25.81±0.06 ^a	2.47±0.00 ^a	23.05±0.02 ^a	0.42±0.00 ^b	1.54±0.01 ^b	2.01±0.01 ^{ab}	9.35±0.00 ^d	0.89±0.01 ^{cd}	0.82±0.00 ^f
LM3	20.42±0.01 ^d	2.33±0.00 ^c	17.47±0.06 ^c	0.44±0.01 ^a	1.55±0.00 ^b	2.01±0.01 ^{abc}	7.51±0.01 ^g	0.86±0.00 ^e	0.86±0.00 ^e

注:每个处理组数据中不同小写字母表示组间具有显著性差异($P\leq 0.05$),下同。

降低,可能会导致烟气香气量不足,酸性吃味减少^[17]。

与烤烟原叶相比,微波干燥 119 W-6 min 处理组中水溶性糖含量显著增加、氯含量显著降低($P\leq 0.05$),还原糖、总植物碱及钾含量无显著性差异($P>0.05$)。微波干燥 3 min 处理组中,两糖及总植物碱含量显著降低($P\leq 0.05$),且处理功率越大损失越多;氯含量与烤烟原叶相比无显著性差异($P>0.05$);钾含量仅在微波干燥 119 W-3 min 处理组显著增加($P\leq 0.05$),其余处理组则无显著性变化($P>0.05$)。除微波干燥 385 W-3 min 处理组的糖碱比较低外,其余处理组烤烟烟叶的两糖比、糖碱比、氮碱比基本仍处于优质烟叶指标范畴。微波干燥 385 W-3 min 处理组较低的糖碱比是由水溶性糖在处理后的显著降低造成的,这可能是在该微波预处理条件下,烤烟烟叶发生美拉德反应且部分烤烟烟叶由于局部过热发生碳化所致,此外,较低的糖碱比可能会导致烟气浓度较高、劲头较强^[22]。

2.2 微波预处理对烤烟烟叶中石油醚提取物和挥发碱含量的影响

烤烟烟叶中石油醚提取物主要包括油脂、树脂、精油、色素、蜡质、类脂、有机酸等^[23-24]。一般认为,烤烟烟叶中石油醚提取物含量与烟叶品质及香气品质有关^[25],石油醚提取物含量越高,香气成分越多^[26]。表 3 为不同微波预处理条件下烤烟烟叶中石油醚提取物和挥发碱含量。由表 3 可知,与烤

烟原叶相比,微波水热处理后的烤烟烟叶中石油醚提取物含量均显著升高($P\leq 0.05$),且 6 min 处理组的增幅高于 3 min 处理组;从组间来看,微波水热 700 W 及 385 W 处理组在相同处理时间条件下的石油醚提取物含量无显著性差异($P>0.05$),而微波水热 119 W 处理组石油醚提取物含量显著低于两种较高功率处理组($P\leq 0.05$),推测在微波水热处理过程中,烤烟烟叶中包括水溶性糖、矿物质、氨基酸等在内的水溶性成分被萃取溶解在水中,从而使不溶于水的石油醚提取物含量增加;同时,较高功率的微波预处理使以水为介质的环境温度迅速升高,烤

表 3 不同微波预处理条件下烤烟烟叶中石油醚提取物和挥发碱含量
Table 3 Petroleum ether extract and volatile alkali content in flue-cured tobacco leaves under different microwave pretreatment conditions %

处理组	石油醚提取物含量	挥发碱含量
RAW	4.72±0.24 ^d	0.22±0.00 ^b
HH3	6.13±0.02 ^b	0.18±0.00 ^d
HH6	7.11±0.17 ^a	0.13±0.01 ^g
HM3	6.10±0.14 ^b	0.19±0.00 ^c
HM6	7.44±0.08 ^a	0.14±0.00 ^f
HL3	5.63±0.14 ^c	0.18±0.00 ^d
HL6	6.53±0.47 ^b	0.16±0.00 ^c
LL3	4.48±0.39 ^d	0.25±0.00 ^a
LL6	4.48±0.09 ^d	0.25±0.00 ^a
LM3	4.41±0.19 ^d	0.21±0.00 ^b

烟烟叶在温度较高的微波辐射环境中其多糖、多酚、蛋白质等大分子运动速度加快,发生快速复杂的理化反应,从而使致香成分含量增加^[27],感官上的香气量可能更充足^[28]。微波干燥处理后,烤烟烟叶中石油醚提取物含量低于烤烟原叶但未达到显著性水平($P>0.05$)。这可能是由于微波功率较低时,烤烟烟叶中的水分首先快速蒸发,理化反应发生程度较低。

烤烟烟叶中的挥发碱主要包括氨类、胺类、酰胺及游离态烟碱^[29],可有效中和烟气中的酸性成分。挥发碱含量过高会增加辛辣刺激的味觉体验,造成烟气刺激性增强;挥发碱含量过低则会导致烟气缺乏应有的生理强度,烟气丰富度及味觉体验感降低^[30]。由表3可知,微波水热处理后的挥发碱含量均显著降低,且相同微波功率下,微波水热3 min处理组的挥发碱含量均显著高于微波水热6 min处理组($P\leq 0.05$)。具体表现为:微波水热3 min处理组的挥发碱含量随着微波功率的降低先增加后降低,其中700 W处理组与119 W处理组挥发碱含量无显著性差异($P>0.05$),而385 W处理组挥发碱含量显著高于这两组($P\leq 0.05$)。经微波水热6 min处理后挥发碱含量随微波功率的降低显著升高($P\leq 0.05$),这可能是由于较高的微波功率长时间作用于以水为介质的环境产生了较大的热效应,造成烤烟烟叶中部分挥发碱过度挥发。微波水热处理对烤烟烟叶中挥发碱含量的影响可能会造成抽吸过程中吃味强度降低,丰满度不够。在干燥微波处理组中,挥发碱含量整体呈升高趋势,且低功率组挥发碱含量的升高达到显著性水平($P\leq 0.05$),但处理时间对挥发碱含量的影响不大,推测可能是经微波干燥处理后,烤烟烟叶内部水分蒸发,但较低功率下挥发碱不能逸散所致。

2.3 微波预处理对烤烟烟叶中酚类化合物含量的影响

图1为烤烟原叶中主要酚类物质HPLC图谱。由图1可知,烤烟原叶中的主要酚类物质包括新绿原酸、绿原酸、隐绿原酸、茛菪亭和芸香苷5种,对应1—5的色谱峰。有研究^[31]表明,多酚作为烤烟烟叶中典型的次生代谢产物,是重要的致香前体物质。加热卷烟制品经加热后,其中的酚类物质及其热解

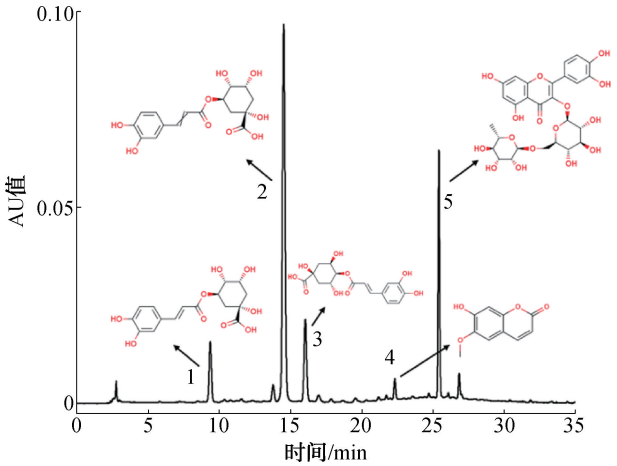


图1 烤烟原叶中主要酚类物质HPLC图谱
Fig.1 HPLC profile of the main phenolic compounds in the raw leaves of flue-cured tobacco

产物可进入烟气中,对烟气的风味、生理强度等起到调节作用,其含量是评价烤烟烟叶品质的重要因素^[32]。

表4为微波预处理前后烤烟样品中总酚及主要酚类物质含量。由表4可知,微波水热处理显著降低了烤烟烟叶中总酚含量($P\leq 0.05$),微波水热3 min和6 min处理组中,除119 W处理组不同处理时间总酚含量无显著性差异($P>0.05$)外,385 W及700 W处理组均表现为处理时间越长,总酚含量越低。这可能是由于高功率长时间的微波辐射透过以水为介质的烤烟烟叶内部,提高了分子无规则运动速率,导致烤烟烟叶内部温度迅速升高、细胞破裂,使得包括多酚在内的天然活性物质释放并溶解在介质水中^[33]。根据微波水热处理组中相同处理时间的总酚含量可知,微波功率越大,酚类物质损失越多。微波干燥处理组中,微波干燥119 W处理组总酚含量显著降低($P\leq 0.05$),而微波干燥385 W处理组相比烤烟原叶无显著性变化($P>0.05$)。

就具体酚类物质含量可知,微波水热处理组中绿原酸及其同分异构体和芸香苷含量总体低于烤烟原叶,而茛菪亭除在微波水热700 W-3 min、700 W-6 min和385 W-6 min处理组中低于烤烟原叶外,在其余两组中含量均升高,其原因仍需进一步探究。对于微波干燥处理,微波干燥119 W-6 min处理组中绿原酸和芸香苷含量均高于烤烟原叶,有研究^[34]表明,绿原酸和芸香苷与烤烟烟叶香气质量呈正相关

表 4 微波预处理前后烤烟烟叶中总酚及主要酚类物质含量
Table 4 The contents of total phenols and main phenols compounds in flue-cured tobacco leaves before and after microwave pretreatment

处理组	总酚含量/ (mg CAE·g ⁻¹)	新绿原酸含量/ (mg·g ⁻¹)	绿原酸含量/ (mg·g ⁻¹)	隐绿原酸含量/ (mg·g ⁻¹)	茛菪亭含量/ (mg·g ⁻¹)	芸香苷含量/ (mg·g ⁻¹)
RAW	109.25±0.93 ^a	6.36±0.04 ^b	16.93±0.1 ^b	9.64±0.04 ^b	0.49±0.01 ^c	4.68±0.11 ^{ab}
HH3	86.41±0.70 ^c	6.03±0.03 ^c	14.03±0.11 ^g	9.09±0.07 ^a	0.46±0.01 ^{cd}	3.47±0.06 ^d
HH6	68.16±2.07 ^e	5.72±0.01 ^f	11.69±0.01 ⁱ	8.55±0.03 ^a	0.32±0.05 ^d	2.85±0.12 ^e
HM3	90.59±0.26 ^{bc}	6.03±0.02 ^c	14.55±0.02 ^e	9.10±0.03 ^a	0.67±0.11 ^{ab}	4.16±0.19 ^c
HM6	78.09±2.00 ^d	5.75±0.02 ^f	12.33±0.01 ^h	8.66±0.04 ^a	0.45±0.10 ^{cd}	3.36±0.16 ^d
HL3	88.99±0.80 ^{bc}	6.12±0.02 ^d	14.83±0.01 ^d	9.28±0.03 ^a	0.68±0.11 ^{ab}	4.07±0.16 ^c
HL6	91.17±5.17 ^b	6.06±0.02 ^c	14.43±0.01 ^f	9.18±0.02 ^a	0.71±0.12 ^a	4.16±0.20 ^c
LL3	93.01±2.34 ^b	6.44±0.02 ^a	16.85±0.01 ^b	9.74±0.03 ^a	0.54±0.06 ^{bc}	4.78±0.13 ^a
LL6	93.55±0.99 ^b	6.47±0.03 ^a	17.19±0.01 ^a	9.71±0.03 ^a	0.48±0.01 ^{cd}	4.71±0.09 ^{ab}
LM3	105.48±4.37 ^a	6.25±0.02 ^c	16.53±0.01 ^c	9.44±0.03 ^a	0.58±0.15 ^{abc}	4.45±0.28 ^b

关系,因此,该微波处理条件可能有利于烤烟烟叶香气品质的优化。

2.4 微波预处理对烤烟烟叶中挥发性香气成分的影响

使用超快速气相电子鼻获得不同微波处理烤烟烟叶样品的色谱信息,并建立 PCA 模型,结果见图 2。由图 2 可知,主成分 1(PC1)、主成分 2(PC2)累计方差贡献率达到 97.48%,表明微波干燥和微波水热处理下的烤烟烟叶样品挥发性香气成分差异较大。微波水热处理组组间分布较密集,表示组间差异较小;微波干燥处理组中,微波干燥 119 W-3 min 处理组和微波干燥 119 W-6 min 处理组与烤烟原叶挥发性香气成分相似度较高,而微波干燥 385 W-3 min 处理组则存在明显的分离情况。因此,两种微波处理方法对烤烟烟叶中挥发性香气成分均有一定的积极影响。

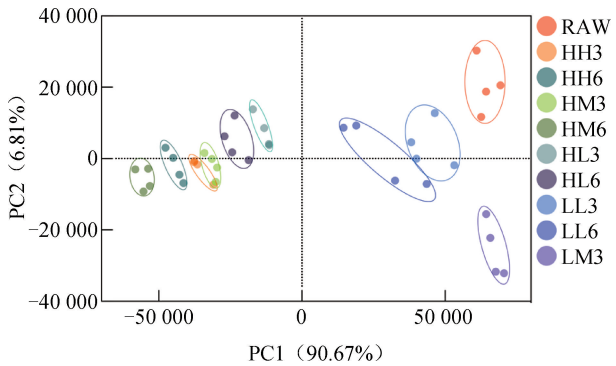


图 2 微波预处理前后烤烟烟叶 PCA 分析图
Fig. 2 PCA analysis diagram of flue-cured tobacco leaves before and after microwave pretreatment

2.5 基于 GC-IMS 的挥发性香气成分结果分析

2.5.1 GC-IMS 谱图分析 使用 GC-IMS 共检测到 111 种挥发性香气成分,对照软件内置数据库共定性 56 种成分(包括单聚体、二聚体),其中醛类 6 种、酯类 4 种、烯醛类 13 种、酮类 8 种、酸类 4 种、醇类 6 种、杂环类 12 种及其他类 3 种,具体挥发性香气成分定性结果见表 5。

图 3 为不同微波预处理烤烟烟叶的 GC-IMS 差异谱图,其中最右侧蓝色背景图表示烤烟原叶组,以此为参比谱图,白色背景图表示分析样品中挥发性香气成分含量与参比相同,蓝色表示低于参比,红色表示高于参比。由图 3a)和 b)可知,经微波水热处理 3 min 和 6 min 的烤烟烟叶中,部分挥发性香气成分的含量显著降低,其中以微波水热 700 W-3 min、微波水热 700 W-6 min 及微波水热 385 W-3 min 处理组挥发性香气成分损失最严重。由图 3c)可知,微波干燥处理组中,以微波干燥 385 W-3 min 处理组挥发性香气成分变化最显著,而微波干燥 119 W-6 min 处理组变化不大。

2.5.2 GC-IMS 指纹谱图分析 图 4 为不同微波预处理烤烟烟叶的 GC-IMS 指纹谱图。由图 4a)和 b)可知,微波水热 700 W-3 min 及 700 W-6 min 处理组挥发性香气成分变化最显著,具体表现为:异丁酸(单聚体及二聚体)、2-羟苯甲醛、2,6-二甲基吡啶(二聚体)、吡啶、1-戊烯-3-酮单聚体、2-甲基丙烯醛单聚体等刺激性气味物质的含量降低,(E,E)-2,4-庚二烯醛、2,4-庚二烯醛、甲基庚烯酮、2-

表 5 微波预处理前后烤烟烟叶中挥发性香气成分定性结果

Table 5 Qualitative results of volatile aroma components in flue-cured tobacco leaves before and after microwave pretreatment

成分	CAS 号	保留指数	成分	CAS 号	保留指数
苯乙酸乙酯	101-97-3	1 769. 6	反式-2-己烯醛二聚体	6728-26-3	1 231. 8
异丁酸二聚体	79-31-2	1 592. 6	反式-2-己烯醛单聚体	6728-26-3	1 231. 8
异丁酸单聚体	79-31-2	1 591. 1	3-甲基-2-丁烯醛二聚体	107-86-8	1 215. 9
2-羟苯甲醛	90-02-8	1 662. 0	3-甲基-2-丁烯醛单聚体	107-86-8	1 215. 3
1-丁酸单聚体	107-92-6	1 650. 7	异戊醇单聚体	123-51-3	1 221. 3
1-丁酸二聚体	107-92-6	1 648. 8	异戊醇二聚体	123-51-3	1 221. 3
γ -丁内酯二聚体	96-48-0	1 649. 1	庚醛单聚体	111-71-7	1 197. 1
γ -丁内酯单聚体	96-48-0	1 650. 5	庚醛二聚体	111-71-7	1 197. 3
反式-2-癸烯醛	3913-81-3	1 610. 8	吡啶	110-86-1	1 193. 9
丙二醇二聚体	57-55-6	1 597. 3	环戊酮单聚体	120-92-3	1 148. 1
丙二醇单聚体	57-55-6	1 598. 7	环戊酮二聚体	120-92-3	1 146. 2
2-糠醛	98-01-1	1 487. 0	反式-2-戊烯醛二聚体	1576-87-0	1 125. 6
(<i>E</i> , <i>E</i>)-2,4-庚二烯醛二聚体	4313-03-5	1 509. 5	反式-2-戊烯醛单聚体	1576-87-0	1 126. 0
(<i>E</i> , <i>E</i>)-2,4-庚二烯醛单聚体	4313-03-5	1 509. 5	异丁醇单聚体	78-83-1	1 108. 3
2,4-庚二烯醛单聚体	5910-85-0	1 481. 3	异丁醇二聚体	78-83-1	1 107. 7
2,4-庚二烯醛二聚体	5910-85-0	1 481. 8	二甲基二硫	624-92-0	1 084. 6
苯甲醛单聚体	100-52-7	1 535. 7	邻甲酚	95-48-7	1 054. 7
苯甲醛二聚体	100-52-7	1 536. 1	1-戊烯-3-酮二聚体	1629-58-9	1040. 6
2-乙酰基呋喃二聚体	1192-62-7	1 527. 5	1-戊烯-3-酮单聚体	1629-58-9	1040. 8
2-乙酰基呋喃单聚体	1192-62-7	1 527. 5	4-甲基-2-戊酮单聚体	108-10-1	1019. 6
2-巯甲基呋喃二聚体	98-02-2	1 419. 9	4-甲基-2-戊酮二聚体	108-10-1	1020. 1
2-巯甲基呋喃单聚体	98-02-2	1 420. 9	2,3-丁二酮	431-03-8	987. 0
二甲基三硫	3658-80-8	1 382. 0	乙酸乙酯	141-78-6	892. 4
甲基庚烯酮	110-93-0	1 347. 1	2-乙基呋喃	3208-16-0	969. 4
2-甲基-3-巯基呋喃	28588-74-1	1 310. 0	2-甲基吡嗪单聚体	109-08-0	1295. 3
2,6-二甲基吡啶二聚体	108-48-5	1 276. 2	2-甲基吡嗪二聚体	109-08-0	1293. 0
2,6-二甲基吡啶单聚体	108-48-5	1 274. 4	2-甲基丙烯醛二聚体	78-85-3	885. 7
2-正戊基呋喃	3777-69-3	1 261. 7	2-甲基丙烯醛单聚体	78-85-3	881. 6

正戊基呋喃、反式-2-己烯醛二聚体、庚醛(单聚体及二聚体)、反式-2-戊烯醛(单聚体及二聚体)等具有新鲜清香气味物质的含量增加,这可能与较高的微波功率会导致烟叶中挥发性成分逃逸,进而改变挥发性成分的相对含量有关。

微波干燥处理组中,以微波干燥 385 W-3 min 处理组挥发性香气成分变化最显著,具体表现为:苯乙酸乙酯、 γ -丁内酯(单聚体及二聚体)、反式-2-癸烯醛、丙二醇(二聚体)、2-糠醛、(*E*, *E*)-2,4-庚二烯醛、2-乙酰基呋喃(单聚体及二聚体)、甲基庚烯酮、2-甲基-3-巯基呋喃、2-正戊基呋喃、反式-2-戊烯醛(单聚体及二聚体)等甜香物质的含量增加,但异丁酸(单聚体及二聚体)、1-丁酸(单聚体及二聚体)、3-甲基-2-丁烯醛(二聚体)、邻甲酚、乙酸乙酯等含量降低,表明微波干燥处理增加了烤烟

烟叶中挥发性香气成分的丰富度及含量,可为烤烟烟叶用作加热卷烟烟芯材料提供参考。

3 结论

本文分别采用微波水热和微波干燥两种方法对烤烟烟叶进行预处理,考查不同微波预处理烤烟烟叶的常规化学成分及挥发性香气成分变化规律。结果表明:1)微波水热处理对烤烟烟叶中常规化学成分影响较大,水溶性糖含量的显著降低,总氮含量显著增加($P\leq 0.05$),这可能会导致烟气刺激性增强,劲头较足;而微波干燥处理烤烟烟叶中各常规化学成分仍较为协调,说明内源性的水分子振动对烤烟烟叶中化学成分的影响较小。2)微波水热处理使烤烟烟叶中石油醚提取物含量显著增加,而挥发碱含量显著降低($P\leq 0.05$),且对烤烟烟叶中多酚类

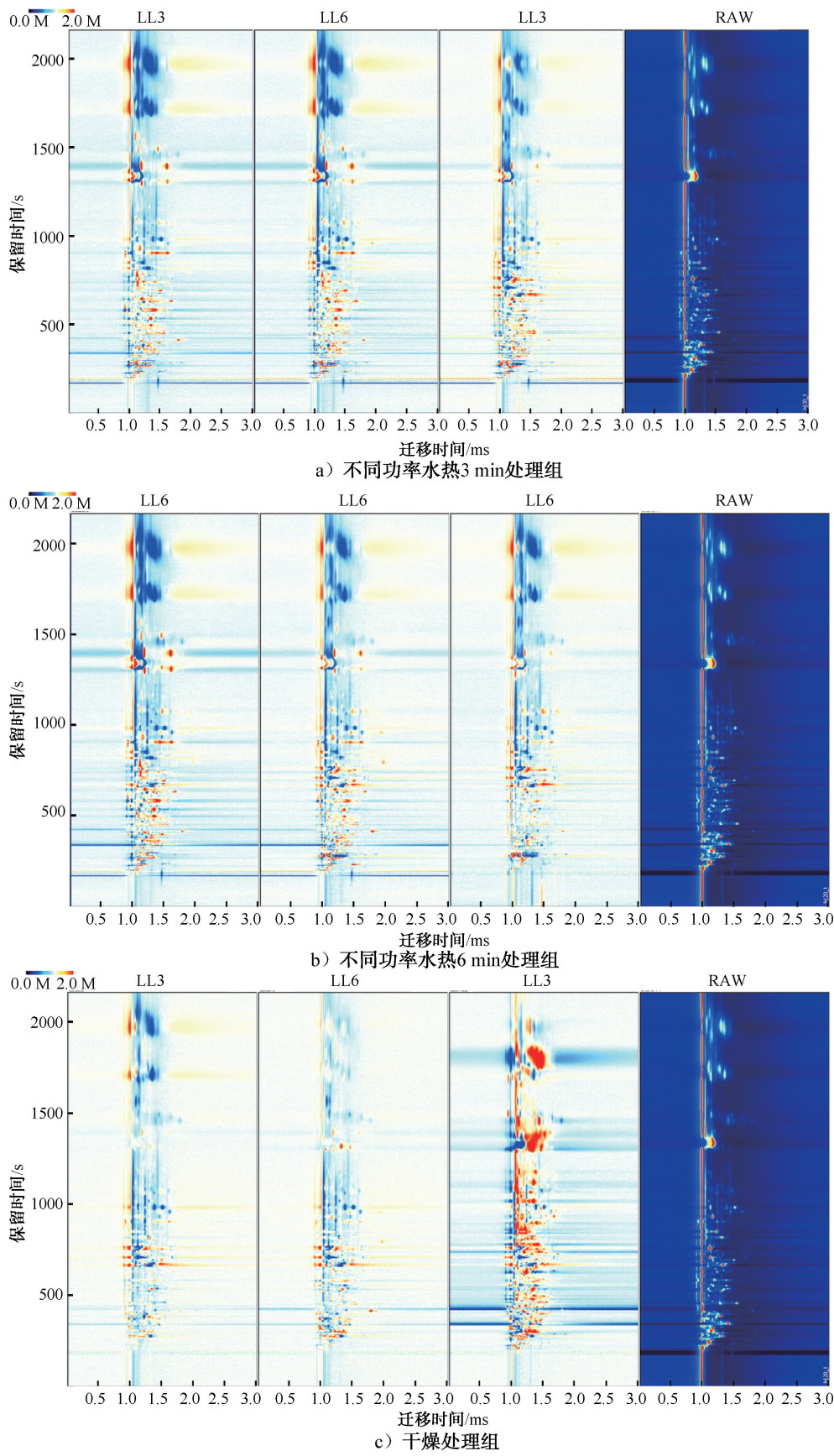


图 3 不同微波预处理烤烟烟叶的 GC-IMS 差异谱图

Fig. 3 GC-IMS differential spectra of flue-cured tobacco leaves under different microwave pretreatments

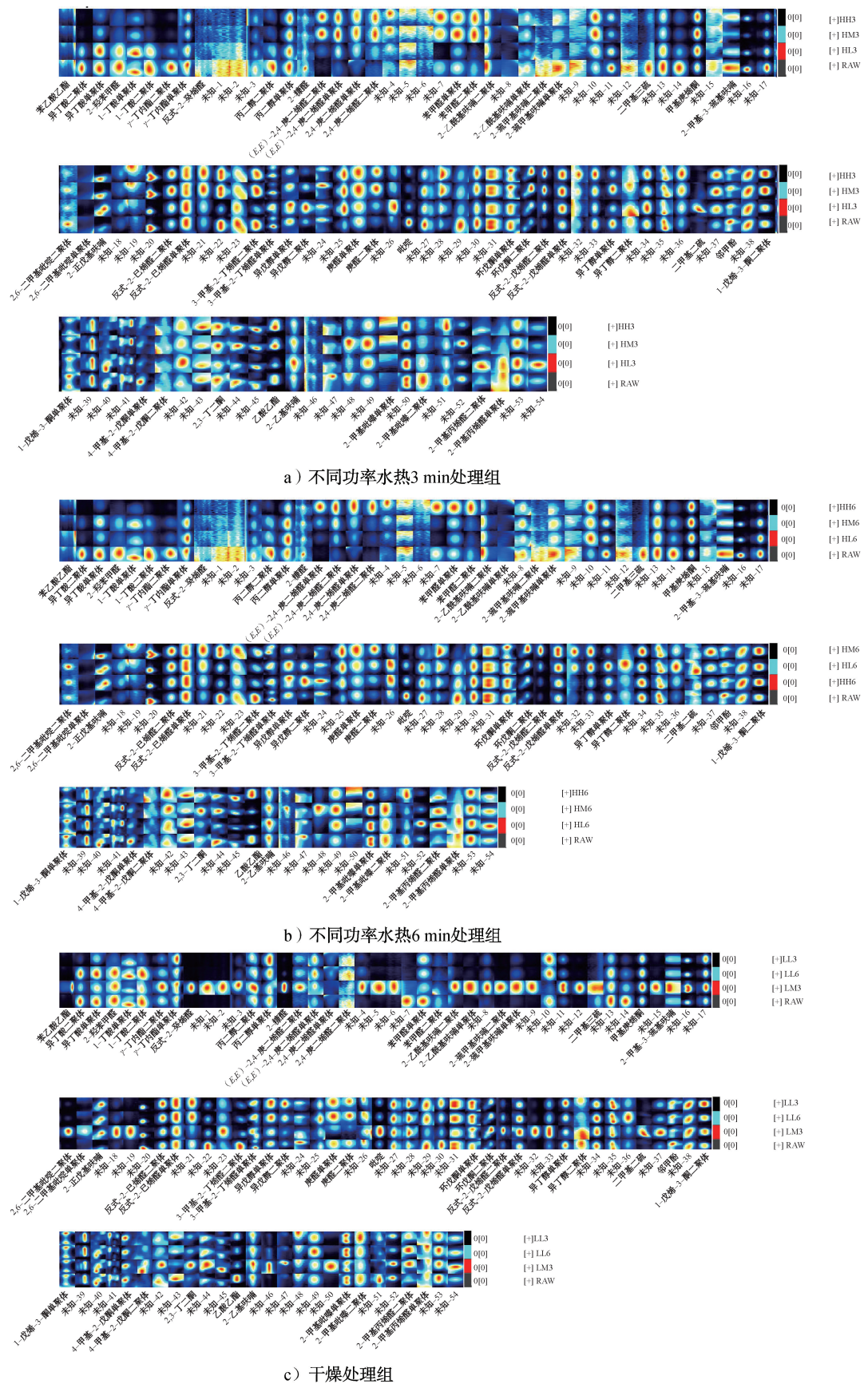


图4 不同微波预处理烤烟烟叶的 GC-IMS 指纹谱图

Fig. 4 GC-IMS fingerprints of flue-cured tobacco leaves under different microwave pretreatments

生物活性物质的损失影响较大。3)微波干燥处理使烤烟烟叶中总氮含量、挥发碱含量均显著升高($P \leq 0.05$),且具有烟气改善作用的绿原酸及芸香苷含量均增加。4)微波干燥处理可有效增加烤烟烟叶中挥发性香气成分的含量及丰富度。综上所述可知,微波水热处理可增加烤烟烟叶的新鲜清香,产生青草味、水果香气等,微波干燥处理则可增加烤烟烟叶的甜香味。在后续的研究中,可进一步丰富和优化微波处理条件,以期改善烤烟烟叶的整体品质。

参考文献:

- [1] 司晓喜,罗萌柔,尤俊衡,等.加热温度对气溶胶化学成分释放的影响[J].烟草科技,2022,55(12):46-58.
- [2] COZZANI V, BARONTINI F, MCGRATH T, et al. An experimental investigation into the operation of an electrically heated tobacco system [J]. *Thermochimica Acta*, 2020, 684: 178475.
- [3] 朱梦薇,胡志忠,务文涛,等.杂环类单体香料在电加热卷烟中的转移行为[J].烟草科技,2022,55(12):59-68.
- [4] 任举,谢焰,张锁慧,等.加热模式对薄荷型加热卷烟中主要成分的转移率及逐口释放行为的影响[J].中国烟草学报,2022,28(6):1-10.
- [5] 毛文龙,朱梦薇,饶先立,等.加热卷烟中酯类香料单体的转移行为[J].中国烟草学报,2022,28(6):11-19.
- [6] 刘钻福,窦玉青,张本强,等.烘烤工艺对加热卷烟烤烟原料香气成分及感官质量的影响[J].中国烟草科学,2022,43(3):57-63.
- [7] 李嘉亮,王德勋,彭梦洁,等.不同调制方式对加热卷烟烟叶原料质量及安全性的影响[J].江西农业学报,2023,35(7):1-8.
- [8] 王志伟,景秋菊,苏云珊,等.微波技术在果蔬加工中的应用研究进展[J].现代农业研究,2020,49(1):132-133.
- [9] 杨伯伦,贺拥军.微波加热在化学反应中的应用进展[J].现代化工,2001(4):8-12.
- [10] 王涛,张强,吴雨松,等.云南省烟梗微波膨胀后致香物质差异性分析[J].湖北农业科学,2017,56(14):2694-2699.
- [11] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品水溶性糖的测定连续流动法:YC/T 159—2002[S].北京:中国标准出版社,2002.
- [12] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品总氮的测定连续流动法:YC/T 161—2002[S].北京:中国标准出版社,2002.
- [13] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品氮的测定连续流动法:YC/T 162—2011[S].北京:中国标准出版社,2011.
- [14] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品钾的测定连续流动法:YC/T 217—2007[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [15] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品总植物碱的测定连续流动法:YC/T 468—2021[S].北京:中国标准出版社,2021.
- [16] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品石油醚提取物的测定:YC/T 176—2003[S].北京:中国标准出版社,2003.
- [17] 王瑞新.烟草化学[M].北京:中国农业出版社,2003.
- [18] 国家烟草专卖局.烟草及烟草制品多酚类化合物绿原酸、茛若亭和芸香苷的测定:YC/T 202—2006[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [19] 张献忠.废次烟末中烟草香味物质提取、应用及生物活性[D].杭州:浙江大学,2013.
- [20] 王文敏.GC-MS法测定茶叶中有机氯组分的前处理技术综述[J].广东化工,2016,43(2):117-118.
- [21] 王建伟,刘海轮,段卫东,等.环秦岭植烟区烟叶主要化学成分特征及其与呼吸质量的关系[J].烟草科技,2016,49(2):7-13.
- [22] 夏冰冰,梁永江,张杨,等.遵义烟区上部烟叶化学成分与感官呼吸的相关性[J].中国烟草科学,2015,36(1):30-34.
- [23] 貂志杰,邓帅军,史素娟,等.烤烟品种中烟特香301烤后烟叶石油醚提取物分析[J].中国烟草科学,2022,43(3):71-77.
- [24] 陈音,孙贤,郑召君,等.加料发酵对茄芯烟叶化学成分及表面细菌多样性的影响[J].中国烟草学报,2023,29(1):106-115.
- [25] 李晓.山东烤烟烟叶石油醚提取物的对比分析[J].烟草科技,2006(6):35-38.
- [26] 闫克玉,闫洪洋,闫洪喜.不同产区烤烟石油醚提取物含量对比分析[J].河南农业大学学报,2007(5):498-501.
- [27] 官长荣,宋朝鹏,赵明月,等.微波技术在烟草行业中的应用[J].中国烟草科学,2003(3):34-36.
- [28] 闫克玉,王建民,屈剑波,等.河南烤烟呼吸质量与主要理化指标的相关分析[J].烟草科技,2001(10):5-9.
- [29] 牛莉莉,黄五星,邵惠芳,等.不同香型烤烟挥发碱含量与品质指标的关系分析[J].中国烟草学报,2013,19(5):16-21.
- [30] 闫克玉,闫洪洋,闫洪喜.国产烤烟挥发碱含量对比分析[J].烟草科技,2007(3):39-41.
- [31] 沈建平,陈乾锦,李小龙,等.烟叶多酚含量的品种间差异及其与感官质量的关系[J].中国烟草科学,2021,42(4):73-77.
- [32] 谢媛媛,冯燕燕,苏加坤,等.不同传统香型及产地的上部复烤烟叶中多酚类成分含量比较分析[J].中国

烟草学报,2018,24(3):62-76.

[33] 闫欢欢.微波辅助水热浸提提高黑枣醋多酚含量及抗氧化活性研究[D].北京:北京林业大学,2020.

[34] 过伟民,蔡宪杰,魏春阳,等.豫中浓香型烤烟感官质量与部分质量指标的关系[J].烟草科技,2010(6):22-27.

Effect of microwave pretreatment on the conventional chemical composition and volatile aroma components of flue-cured tobacco leaves for heated cigarettes

TIAN Jinhu¹, YUAN Ying¹, LU Xinbo², TANG Xiaodong², PAN Li²,
WANG Yuning², YE Xingqian¹, JIANG Jian²

1. College of Biosystems Engineering and Food Science, Zhejiang University, Hangzhou 310000, China;
2. Technology Center, Zhejiang China Tobacco Industry Co., Ltd., Hangzhou 310000, China

Abstract: With tobacco samples from the lower part of Henan production area as raw materials, the conventional chemical components and volatile aroma components in different microwave pretreated flue-cured tobacco leaves were analyzed by continuous flow analysis, high performance liquid chromatography and gas chromatography-ion mobility spectrometry (GC-IMS), etc. The results showed that microwave hydrothermal treatment could reduce the contents of water-soluble sugar, reducing sugar, plant alkaloid and phenolic substances in flue-cured tobacco leaves. Microwave hydrothermal treatment could increase the contents of total nitrogen and petroleum ether extract, and significantly increase the nitrogen-alkali ratio of flue-cured tobacco leaves ($P\leqslant0.05$). The nitrogen-base ratio in the microwave hydrothermal 700 W-6 min treatment group was as high as 1.65. After microwave drying, the conventional chemical components in flue-cured tobacco leaves were still in the category of high-quality tobacco leaves, and the volatile alkali content increased significantly ($P\leqslant0.05$). In addition, a total of 56 volatile aroma components were identified by GC-IMS, and the fresh aroma of flue-cured tobacco leaves could be increased by microwave water heat treatment, while the sweet flavor of flue-cured tobacco leaves could be increased by microwave drying treatment.

Key words: microwave hydrothermal treatment; microwave drying treatment; flue-cured tobacco leaf; heated cigarette; volatile aroma component

[责任编辑:王晓波]