



许克静,刘语焯,张展,等. 辊压法全烟梗再造烟叶的制备工艺优化及结构与性能分析[J]. 轻工学报, 2025,40(1):64-74.
XU K J, LIU Y X, ZHANG Z, et al. Optimization of preparation process and analysis of structure and performance of rolled reconstituted tobacco based on whole tobacco stem[J]. Journal of Light Industry, 2025, 40(1):64-74.
DOI: 10. 12187/2025. 01. 008

辊压法全烟梗再造烟叶的制备工艺优化及结构与性能分析

许克静¹, 刘语焯², 张展¹, 吕晶晶¹, 梁森², 李瑞丽², 张峻松², 陈小龙¹

1. 河南中烟工业有限责任公司 技术中心, 河南 郑州 450003;
2. 郑州轻工业大学 烟草科学与工程学院, 河南 郑州 450001

摘要: 使用烟梗粉末和烟叶粉末制备辊压法再造烟叶, 通过正交试验确定全烟梗再造烟叶最适工艺参数, 对比分析全烟叶和全烟梗再造烟叶的基本理化性质、形貌结构、甘油吸附性能、热失重行为及热释放香味物质差异。结果表明: 综合考虑抗张强度和感官品质, 以烟梗粉末质量为基准, 水、木浆纤维、羧甲基纤维素钠最适添加量分别为 75%、2.5%、5%, 辊压厚度和烘烤温度则分别为 0.25 mm 和 90 °C; 全烟梗再造烟叶的定量、抗张强度和松厚度分别为 265.33 g/m²、0.43 kN/m 和 0.83 cm³/g, 均优于全烟叶再造烟叶, 且表面均一度和烟梗色泽保留度较好, 微观孔隙结构丰富, 纤维排列相对疏松; 全烟梗再造烟叶的甘油静态平衡吸附率为 25%, 高于全烟叶再造烟叶, 吸附过程符合准一级动力学模型, 且表现出较大的吸附速率常数; 两种再造烟叶表现出相似的四阶段热解失重过程, 但全烟梗再造烟叶的热失重阶段 II 和 III 的最大失重速率温度向中间温度集中, 两阶段的最大失重速率和综合热解指数均大于全烟叶再造烟叶, 综合热解性能更优; 全烟梗再造烟叶在阶段 III 释放的香味物质为 41 种, 含量为 3 410.49 μg/g, 高于阶段 II 的热释放香味物质种类和含量, 其中烟碱、新植二烯、2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮、糠醇等香味物质均能够有效释放。以烟梗为原料制备的辊压法再造烟叶具有较好的抗张强度和松厚度, 微观孔隙结构丰富, 加热状态下能保证香味物质的有效释放, 良好的料香负载能力和较低的原料成本显示了其在加热卷烟中较好的应用潜力。

关键词: 烟梗; 辊压法再造烟叶; 吸附性能; 热失重; 香味物质

中图分类号: TS452 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-1553(2025)01-0064-11

0 引言

再造烟叶是传统卷烟和加热卷烟产品的重要原料之一, 既拥有天然烟叶的有效成分, 还具有组

分和结构可塑性强、均质化程度高等特点^[1]。与传统卷烟高温点燃的工作方式不同, 加热卷烟通常在不高于 350 °C 的低温加热状态下产生气溶胶, 低温加热状态下烟气释放量较小, 通常需要施加高比例

收稿日期: 2024-03-04; 修回日期: 2024-05-11; 出版日期: 2025-02-15

基金项目: 中国烟草总公司重大科技项目(110202101068(XX-13)); 河南中烟工业有限责任公司科研项目(AW2022024)

作者简介: 许克静(1988—), 男, 安徽省淮南市人, 河南中烟工业有限责任公司助理研究员, 博士, 主要研究方向为烟用香料的研究与开发。E-mail: kjsxu_hnzy@163.com

通信作者: 陈小龙(1982—), 男, 河南省安阳市人, 河南中烟工业有限责任公司农艺师, 博士, 主要研究方向为烟叶原料技术。E-mail: cxlong119@163.com

的发烟剂用于提升烟气释放量^[2-4]。因此,加热卷烟专用再造烟叶需要具备较强的发烟剂负载能力和良好的抗张强度^[5],这些性能主要通过再造烟叶的制备工艺及烟叶原料的选择来实现。

目前,再造烟叶的制备工艺主要有干法、造纸法、稠浆法和辊压法,不同工艺制备的再造烟叶性能有所差异。卢乐华等^[5]利用管式炉加热装置对比分析了干法、造纸法、稠浆法和辊压法再造烟叶的气溶胶中主要成分释放性能,发现不同再造烟叶的微观结构和释放率差异较大,辊压法再造烟叶结构更为均匀致密,主要组分的逐口释放稳定性更好。李奕蓉等^[6]对比了新型辊压法、新型涂布造纸法和造纸稠浆复合法加热卷烟再造烟叶的微观形貌、热失重和香味成分加热释放特征,发现新型辊压法再造烟叶结构紧密,不同工艺再造烟叶裂解释放的特征香味成分存在差异。杨菁等^[7]综合采用光学显微镜、差示扫描量热仪及热分析法考查了不同工艺再造烟叶的结构性能差异,发现稠浆法和辊压法再造烟叶结构较为致密,在再造烟叶填充值和节约加热能量方面具有优势。综上可知,辊压法再造烟叶有利于提升特征成分的释放稳定性水平,更能满足加热卷烟性能要求。

围绕再造烟叶适用烟叶原料的筛选,国内学者^[8-9]通过气溶胶成分分析和感官品质评价等手段研究了不同类型、品种烟叶原料的适用性,为烟芯原料的筛选提供了支撑。另外,作为常见烟草废弃物的烟梗具有更为疏松的组织结构,且常表现出较好的吸附性能,已经被应用于再造烟叶中。苏丹丹等^[10]研究了不同梗叶比例对造纸法再造烟叶理化性质和微观结构的影响,发现随着烟梗比例的增加,再造烟叶抗张强度、松厚度和孔隙结构性能均有所提升。董高峰等^[11]研究了稠浆法再造烟叶浆料中梗叶配比对产品定量、抗张强度、松厚度、热失重及感官品质的影响,发现梗叶比例为2:8时,综合感官品质较好。但这些研究采用的制备方法多为稠浆法和造纸法,有关以烟梗为原料采用辊压法工艺制备加热卷烟专用再造烟叶的相关研究尚未见报道。

基于此,本文拟使用烟梗和烟叶,通过辊压法

工艺制备再造烟叶,利用正交试验确定全烟梗再造烟叶最适工艺参数,采用扫描电镜、红外光谱等方法分析全烟叶和全烟梗再造烟叶的形貌结构,对比两种再造烟叶对甘油的吸附性能,并利用热重分析和控温热释放平台研究两种再造烟叶的热失重行为及热释放香味物质,以期降低烟叶原料成本,进而为后期通过发烟剂及香料的施加来调控烟芯品质提供理论支持。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

主要材料:烟梗粉末和烟叶粉末,均过200目筛网,由河南中烟工业有限责任公司提供。

主要试剂:羧甲基纤维素钠(CMC),化学纯,上海申光食品化学品有限公司;甘油、丙二醇,均为分析纯,天津市富宇精细化工有限公司;阔叶木浆纤维,大连扬润贸易有限公司。

主要仪器:YTD-200型实验室再造烟叶辊压设备,上海郝轩食品机械有限公司;7890B/5977A型气相色谱质谱(GC-MS)联用仪,美国安捷伦科技有限公司;SB-3200DT型超声波清洗机,宁波新芝生物科技股份有限公司;LHS-HC-II型恒温恒湿箱,上海一恒科学仪器有限公司;EL204型电子天平,梅特勒-托利多仪器有限公司;ZKW-3型烟草再造烟叶抗张试验机、BHZ-1型再造烟叶厚度计,四川长江造纸仪器有限责任公司;JSM-7001F型扫描电镜仪,日本电子HITACHI公司;Nicolet 5700型傅里叶变换红外光谱仪,美国Thermo Fisher公司;STA 449 F5型热重分析仪,德国NETZSCH公司;程序控温加热耦联烟气捕集装置,自制^[12];ADCI型全自动测色色差计,北京辰泰克仪器技术有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 辊压法全烟梗再造烟叶制备工艺参数优化

将烟梗粉末、发烟剂(以烟梗粉末为基准,添加量为质量分数25%,其中甘油与丙二醇质量比为4:1)、CMC、木浆纤维、水充分混合均匀后,采用实验室再造烟叶辊压设备压至薄片状,置于烘箱内干燥至适宜于切丝和卷制的水分状态。

采用正交试验对影响再造烟叶性能的关键工

艺参数水添加量(A)、木浆纤维添加量(B)、CMC添加量(C)、辊压厚度(D)和烘烤温度(E)进行优化,正交试验参数设计表见表1。表1中水、木浆纤维、CMC添加量均以烟梗粉末为基础。以抗张强度和加热卷烟感官评吸结果为评价标准,对试验结果进行极差分析。

抗张强度测定方法参考文献[13]。加热卷烟制备时再造烟叶切丝宽度为1.0 mm,利用打烟器填充于加热卷烟烟支内,烟丝用量为0.30 g。感官评吸由7位评吸专家共同完成,感官品质指标包括烟雾量(满分10分)、香气香味(满分30分)、劲头(满分10分)、谐调性(满分10分)、刺激性(满分15分)、口感(满分25分),结果取平均值。

1.2.2 再造烟叶基本理化性质测定 在确定最适工艺参数后,分别以纯烟梗粉末和纯烟叶粉末为原料,在最适工艺参数下制备全烟梗再造烟叶和全烟叶再造烟叶。分别按照国家标准^[14-15]对两种再造烟叶样品进行定量、厚度测定,按照行业标准^[16-20]测定样品及原料中的总糖、总氮、钾、氯、烟碱等化学成分含量。

1.2.3 再造烟叶表面形貌与结构测定 利用全自动测色色差计测量经粉碎、过80目筛的全烟梗再造烟叶、全烟叶再造烟叶粉末的明度值(L^*)、红绿值(a^*)、蓝黄值(b^*),并计算其与所用原料的色差值(ΔE)。

$$\Delta E = \sqrt{(L^* - L_0^*)^2 + (b^* - b_0^*)^2 + (a^* - a_0^*)^2}$$

式中, L_0^* 、 a_0^* 、 b_0^* 分别是参照样品(烟梗粉末、烟叶粉末)的明度值、红绿值、蓝黄值。

将裁剪至一定尺寸的烟草再造烟叶用导电胶固定于样品台,喷金处理后置于仪器真空系统中,加速电压为10 kV,工作距离约为6 mm,调整放大倍数和拍摄区域,在200~2000倍之间观察各样品形貌。

表1 正交试验参数设计表

Table 1 Orthogonal experimental design scheme

水平	$A/\%$	$B/\%$	$C/\%$	D/mm	$E/^\circ\text{C}$
1	75	1.0	3	0.15	60
2	100	1.5	4	0.25	70
3	125	2.0	5	0.35	80
4	150	2.5	6	0.45	90

利用溴化钾压片法分析样品表面结构。将再造烟叶粉末与溴化钾粉末混合研磨并压片,扫描范围为4000~400 cm^{-1} ,扫描次数为64次。

1.2.4 再造烟叶吸附性能分析 以发烟剂甘油为吸附对象,采用静态吸附法评价两种再造烟叶对甘油的吸附性能,分别准确称取1 g(精确至0.0001 g)全烟梗再造烟叶丝、全烟叶再造烟叶丝、烟梗粉末及烟叶粉末置于下层盛有甘油的干燥器内,将干燥器加盖密封并置于150 $^\circ\text{C}$ 烘箱内,在30~2400 min内定时取样称重,按照下式计算不同时间点甘油的吸附率,每个样品重复3次,结果取平均值。

$$\text{吸附率} = \frac{m_t - m_0}{m_0}$$

式中, m_0 、 m_t 分别为样品初始质量和吸附至时间 t 时的质量。

分别对各样品的吸附行为进行动力学分析,利用准一级动力学和准二级动力学模型对再造烟叶丝、粉末的吸附过程进行动力学拟合,其中准一级动力学和准二级动力学模型方程如式①和②所示。

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t}) \quad \text{①}$$

$$q_t = \frac{t}{\frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}} \quad \text{②}$$

式中, q_t 和 q_e 分别为 t 时刻的吸附量和平衡吸附量/ $(\text{mg} \cdot \text{g}^{-1})$; k_1 为一级吸附速率常数/ (min^{-1}) , k_2 为二级吸附速率常数/ $(\text{g} \cdot (\text{mg} \cdot \text{min})^{-1})$ 。

1.2.5 再造烟叶热失重行为分析 称取两种再造烟叶各10 mg,分别置于氧化铝坩埚中,利用热重分析仪在氮气氛围进行热解实验,加热温度范围为室温至800 $^\circ\text{C}$,升温速率为20 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 。采用热重-微分热重(TG-DTG)切线法计算挥发分的起始释放温度(T_i)和终止释放温度(T_f),利用综合热解指数(Comprehensive Pyrolysis Index, CPI)表征各样品的热解特性,其计算公式如下:

$$\text{CPI} = \frac{\text{DTG}_{\text{max}}}{T_{\text{max}} \times (T_f - T_i)}$$

式中, DTG_{max} 为最大失重速率/ $(\% \cdot \text{min}^{-1})$, T_{max} 为最大失重速率温度/ $^\circ\text{C}$ 。

TG-DTG曲线的绘制方法:以加热温度($T/^\circ\text{C}$)为横坐标,TG曲线以样品的质量变化率($w/\%$)为

纵坐标,DTG 曲线以样品的质量变化率与时间的微商($(dw/dt)/(\% \cdot \text{min}^{-1})$)为纵坐标,绘制 TG-DTG 曲线。

1.2.6 加热状态下再造烟叶香味物质释放分析

准确称取 0.4 g 全烟梗再造烟叶,置于实验室自制程序控温加热耦联烟气捕集装置的石英管内。在气体流量为 0.2 L/min 的氛围下(体积分数为 20% 的氧气和 80% 的氮气),通气 3 min 后,在 20 s 内从室温升至目标温度后停留 5 min,用剑桥滤片捕集颗粒物。加热完成后,打开升温炉盖继续通气,冷却 5 min 后取下剑桥滤片。

烟气香味物质萃取:将剑桥滤片转移至 150 mL 锥形瓶中,加入 60 mL 二氯甲烷,超声萃取 30 min,得到烟气香味物质萃取液。在萃取液中加入内标溶液,经浓缩、0.45 μm 有机膜过滤后,利用 GC-MS 分析技术测定萃取液中不同类别的香味物质。

GC 条件:HP-5 MS 毛细管柱(60 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm);进样口温度 280 $^{\circ}\text{C}$;载气 He;流量 1.0 mL/min;升温程序为 50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min,以 8 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 280 $^{\circ}\text{C}$,保持 25 min;进样量 1 μL ,分流比 15:1。

MS 条件:溶剂延迟 4.5 min;离子源为 EI;电离电压 70 eV;传输线温度 280 $^{\circ}\text{C}$,离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$,四极杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$;电子倍增器电压 1635 V;质量扫描范围 30~550 amu。

2 结果与分析

2.1 制备工艺正交试验结果

全烟梗再造烟叶工艺参数正交试验结果见表 2。由表 2 可知,就感官品质而言,各因素对其影响程度的顺序依次为:烘烤温度>木浆纤维添加量>辊压厚度>CMC 添加量>水添加量,5 个因素的最优水平分别为 A_4 、 B_3 、 C_3 、 D_2 、 E_4 ,即水添加量为 150%,木浆纤维添加量为 2.0%,CMC 添加量为 5%,辊压厚度为 0.25 mm,烘烤温度为 90 $^{\circ}\text{C}$ 。就抗张强度而言,各因素对其影响程度的顺序依次为木浆纤维添加量>水添加量>CMC 添加量>烘烤温度>辊压厚度,5 个因素的最优水平分别为 A_1 、 B_4 、 C_3 、 $D_{2/4}$ 、 E_1 ,即水添加量为 75%,木浆纤维添加量为 2.5%,CMC

表 2 全烟梗再造烟叶工艺参数正交试验结果
Table 2 Orthogonal experimental results of process parameters for whole stem tobacco reconstruction

序号	A	B	C	D	E	感官品质 得分/分	抗张强度/ ($\text{kN} \cdot \text{m}^{-1}$)
1	1	1	1	1	1	75.5	0.319
2	1	2	2	2	2	77.5	0.390
3	1	3	3	3	3	79.0	0.372
4	1	4	4	4	4	80.5	0.541
5	2	1	2	3	4	77.5	0.218
6	2	2	1	4	3	75.5	0.283
7	2	3	4	1	2	78.0	0.170
8	2	4	3	2	1	79.0	0.551
9	3	1	3	4	2	77.0	0.339
10	3	2	4	3	1	78.0	0.303
11	3	3	1	2	4	82.0	0.280
12	3	4	2	1	3	76.0	0.530
13	4	1	4	2	3	76.5	0.269
14	4	2	3	1	4	79.5	0.314
15	4	3	2	4	1	78.5	0.324
16	4	4	1	3	2	80.0	0.265
k_1	78.125	76.625	78.250	77.250	77.750		
k_2	77.500	77.625	77.375	78.750	78.125		
k_3	78.250	79.375	78.625	78.625	76.750	感官品质	
k_4	78.625	78.875	78.250	77.875	79.875		
R	1.125	2.750	1.250	1.500	3.125		
k'_1	0.406	0.286	0.287	0.333	0.374		
k'_2	0.305	0.323	0.366	0.372	0.291		
k'_3	0.363	0.286	0.394	0.290	0.363	抗张强度	
k'_4	0.293	0.471	0.321	0.372	0.338		
R'	0.113	0.185	0.107	0.082	0.083		

添加量为 5%,辊压厚度为 0.25 mm 或 0.45 mm,烘烤温度为 60 $^{\circ}\text{C}$ 。

感官品质和抗张强度是评价再造烟叶品质的 2 个重要方面,分别与抽吸体验和加工性能密切相关,但 2 个评价指标所要求的最适因素水平不一致。由于抗张强度和感官品质均为望大指标,通常选择影响程度排序靠前的因素水平确定最适工艺参数。最终确定最适工艺参数组合为 $A_1B_4C_3D_2E_4$,即水添加量为 75%、木浆纤维添加量为 2.5%、CMC 添加量为 5%、辊压厚度为 0.25 mm、烘烤温度为 90 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.2 再造烟叶基本理化性质

经检测可知,全烟梗再造烟叶的定量为 265.33 g/m^2 ,低于全烟叶再造烟叶(312.77 g/m^2),样品厚度均为 0.22 mm,低于辊压厚度设定的

0.25 mm,可能是由干燥过程中样品脱水收缩所致,全烟梗再造烟叶的抗张强度为0.43 kN/m,力学性能明显优于全烟叶再造烟叶,可能与烟梗粉末中纤维含量较高、相互间交联结合力较强有关。另外,全烟梗再造烟叶的松厚度为0.83 cm³/g,也较全烟叶再造烟叶(0.70 cm³/g)高,较高的松厚度有利于再造烟叶对香料的负载,这与烟梗粉末疏松的组织结构有关。这与苏丹丹等^[10]发现的随着烟梗比例增加造纸法再造烟叶抗张强度、松厚度均呈上升趋势的研究结果一致。

再造烟叶及其原料常规化学成分检测结果见表3。由表3可知,对于烟梗和烟叶粉末而言,总糖含量分别为21.64%和22.97%,差异不明显,烟梗粉末中烟碱含量为0.86%,显著低于烟叶(3.15%),且烟梗粉末中的钾和氯含量相对较高,但两种原料的钾氯比基本一致。对于两种辊压法再造烟叶而言,各常规化学成分的含量与对应的烟草原料相比均降低,这是由再造烟叶制备过程中添加的外加纤维和发烟剂等所致。全烟梗再造烟叶中总糖含量为15.44%,烟碱含量为0.45%,显著低于全烟叶再造烟叶(19.32%和1.87%),而钾、氯及钾氯比均高于全烟叶再造烟叶,糖氮比低于全烟叶再造烟叶,而糖碱比较高,文献[21]报道,钾含量高有利于加热卷烟感官品质的提升,较低的总糖含量和较高的氯含量能提升加热卷烟劲头。

2.3 再造烟叶表面形貌与结构

两种再造烟叶的表面形貌如图1所示。由图1可知,辊压法再造烟叶表面较光滑,成型性能良好,

其中全烟梗再造烟叶表面均一度更优;两种再造烟叶的色泽差异较大,全烟梗再造烟叶呈浅棕色,保留了烟梗粉末的原始色泽,而全烟叶再造烟叶呈深红棕色,与原始烟叶粉末色泽差异较大。再造烟叶及其原料色差分析结果见表4。由表4可知,全烟梗再造烟叶和烟梗粉末的L*、a*和b*变化不明显,而全烟叶再造烟叶和烟叶粉末的L*、a*、b*均明显降低,且全烟梗再造烟叶ΔE低于全烟叶再造烟叶,表明再造烟叶制备过程中,全烟叶再造烟叶表面色泽受工艺影响程度更大;另外,全烟梗再造烟叶的L*、a*和b*均高于全烟叶再造烟叶。

两种再造烟叶表面结构图如图2所示。由图2可知,全烟梗再造烟叶表面孔隙结构较为丰富,纤维排列相对疏松,结构层次明显,而全烟叶再造烟叶表面孔隙结构较少,胶粘剂等物质覆盖较多,这与全烟梗再造烟叶较高的松厚度相符合,可为香料物质的负载和吸附提供充足的空间。

两种再造烟叶红外光谱图如图3所示。由图3可知,全烟梗和全烟叶再造烟叶的红外光谱图相似,其中3365 cm⁻¹处较宽的吸收峰由羟基的伸缩振动产生;2929 cm⁻¹处的吸收峰对应甲基和亚甲基

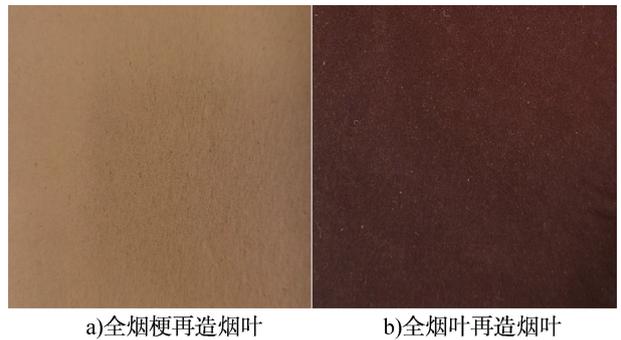


图1 两种再造烟叶的表面形貌

Fig. 1 The apparent morphology of two reconstituted tobacco

表3 再造烟叶及其原料常规化学成分检测结果

Table 3 Chemical composition test results of reconstituted tobacco and their raw materials

样品	总糖/%	总氮/%	烟碱/%	钾/%
烟梗粉末	3.47	16.65	25.16	0.86
烟叶粉末	2.84	15.21	7.29	0.86
全烟梗再造烟叶	2.28	17.75	34.31	0.84
全烟叶再造烟叶	1.93	23.00	10.33	0.78
样品	氯/%	糖氮比	糖碱比	钾氯比
烟梗粉末	3.47	16.65	25.16	0.86
烟叶粉末	2.84	15.21	7.29	0.86
全烟梗再造烟叶	2.28	17.75	34.31	0.84
全烟叶再造烟叶	1.93	23.00	10.33	0.78

表4 再造烟叶及其原料色差分析结果

Table 4 Color difference analysis results of reconstituted tobacco and their raw materials

样品	L*	a*	b*	ΔE
烟梗粉末	51.34±0.13	20.95±2.46	26.83±0.66	
全烟梗再造烟叶	51.15±0.33	21.25±0.38	28.49±0.20	2.86±0.44
烟叶粉末	47.77±2.87	24.41±1.50	33.69±0.37	
全烟叶再造烟叶	27.44±0.22	12.29±0.19	8.29±0.34	34.81±1.20

的伸缩振动; 1617 cm^{-1} 处的特征吸收峰由纤维素 $4'$ 端半缩醛基吸收峰伸缩振动产生^[22]; 1421 cm^{-1} 处的特征吸收峰由脂肪族和芳香族结构的 C—H 平面变形振动产生; 1319 cm^{-1} 处的特征吸收峰由 $-\text{CH}_3$ 弯曲振动产生; 1047 cm^{-1} 处的特征吸收峰可能是由纤维素和半纤维素中 C=O 伸缩振动产生

的; 919 cm^{-1} 处的特征吸收峰由纤维中糖类 β -糖苷键伸缩振动产生^[23]。这表明两种再造烟叶样品表面化学官能团分布具有一致性,且烟草原料的变化并未引起相应再造烟叶样品表面化学基团较大的分布变化。

2.4 再造烟叶吸附性能

甘油因具备发烟剂的功能成为加热卷烟的料液主体成分,良好的料香负载能力是加热卷烟芯材的基本特性之一^[24],因此,利用静态吸附法对比了再造烟叶及其原料对甘油的吸附能力差异。再造烟叶及其原料的甘油吸附率随时间变化曲线如图 4 所示。由图 4 可知,随吸附时间增加,烟粉及再造烟叶中的甘油吸附率均逐渐增加并达到平衡,但不同样品达到吸附平衡的时间和平衡吸附率不同,其中烟叶原料及其再造烟叶达到吸附平衡的时间相对较短,且平衡吸附率较低,烟叶粉末对甘油的平衡吸附率为 16.4%,而将其辊压为再造烟叶后的平衡吸附率有所降低;烟梗粉末及其辊压法再造烟叶的平衡吸附率相对较高,且全烟梗再造烟叶的静态平衡吸附率(25%)高于烟梗粉末,该结果表明烟梗原料及其再造烟叶具有较强的甘油负载能力,且不同烟草原料经辊压法制备成再造烟叶后的甘油吸附率变化趋势不一。

再造烟叶及其原料的甘油吸附动力学模型拟

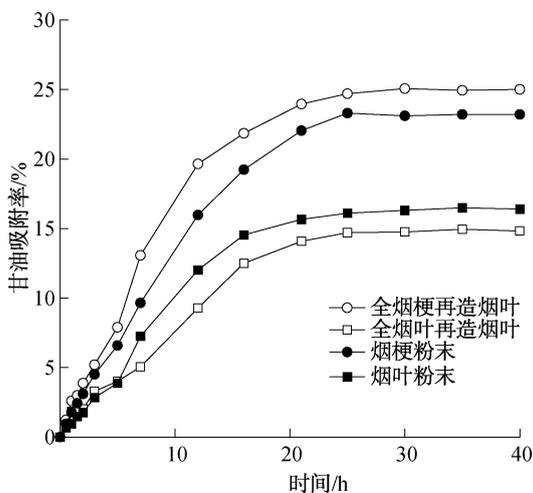
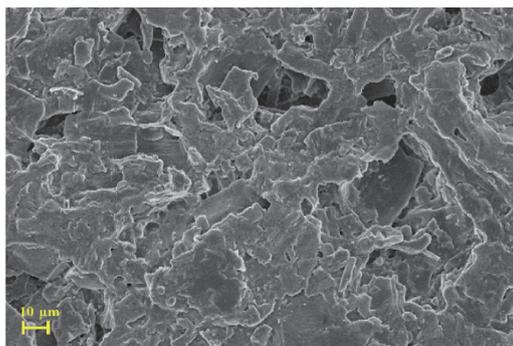
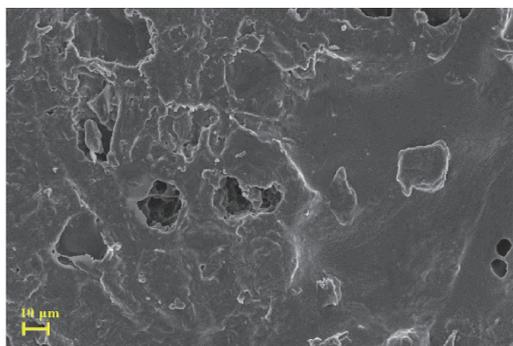


图 4 再造烟叶及其原料的甘油吸附率随时间变化曲线

Fig. 4 Time dependent curve of glycerol adsorption rate of reconstituted tobacco and their raw materials



a)全烟梗再造烟叶



b)全烟叶再造烟叶

图 2 两种再造烟叶表面结构图

Fig. 2 Surface structure of two reconstituted tobacco

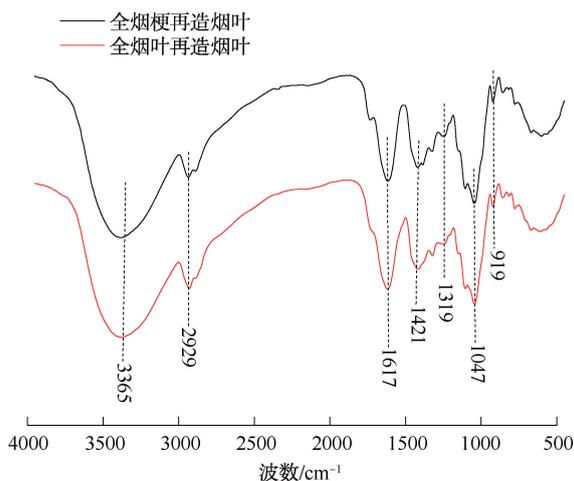
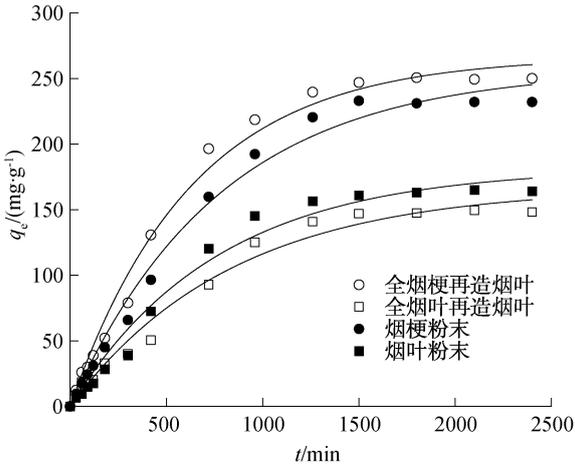


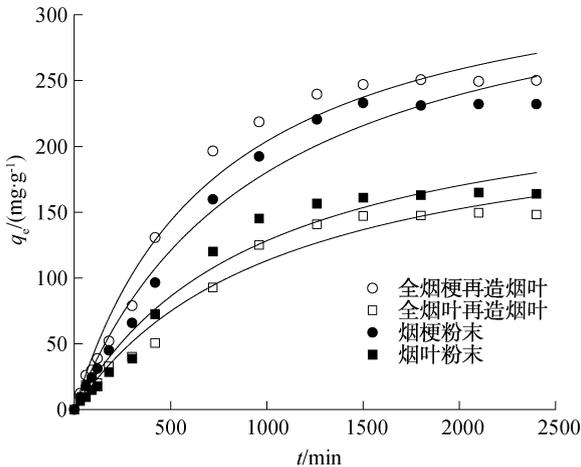
图 3 两种再造烟叶红外光谱图

Fig. 3 Infrared spectra of two reconstituted tobacco

合曲线如图5所示,吸附动力学参数见表5。由图5和表5可知,4种样品吸附甘油的过程更符合准一级动力学模型,相关系数 R^2 均在 0.98 以上。由吸附速率常数 k 可知,全烟梗再造烟叶的甘油吸附速率最大,且高于烟梗粉末,全烟叶再造烟叶的吸附速率最小。各样品对甘油的吸附以物理吸附为主,



a)准一级动力学模型拟合



b)准二级动力学模型拟合

图5 再造烟叶及其原料的甘油吸附动力学模型拟合曲线

Fig. 5 Fitting curve of glycerol adsorption kinetics model for reconstituted tobacco and their raw materials

表5 再造烟叶及其原料的甘油吸附动力学参数

Table 5 Glycerol adsorption kinetics parameters of reconstituted tobacco and their raw materials

样品	准一级动力学模型			准二级动力学模型		
	$q_e /$ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	$k_1 /$ (min^{-1})	R_1^2	$q_e /$ ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$)	$k_2 /$ ($\text{g} \cdot (\text{mg} \cdot \text{min})^{-1}$)	R_2^2
烟梗粉末	257.117	1.28E-03	0.990	355.467	2.90E-06	0.982
烟叶粉末	181.810	1.31E-03	0.981	252.715	4.08E-06	0.971
全烟梗再造烟叶	266.571	1.58E-03	0.990	353.239	3.87E-06	0.980
全烟叶再造烟叶	167.171	1.19E-03	0.983	233.804	4.01E-06	0.976

且全烟梗再造烟叶具有较大的甘油吸附速率和较强的料香负载能力。

2.5 辊压法再造烟叶热失重行为

两种再造烟叶的 TG-DTG 曲线如图6所示。由图6可知,两种再造烟叶的热失重趋势基本相同,均表现为明显的4个失重阶段。阶段I主要为样品中水分的损失,阶段II对应于样品中低分子挥发性成分及发烟剂的挥发,阶段III主要为半纤维素和纤维素类成分的热解,阶段IV主要为木质素分解碳化导致的失重过程。两种再造烟叶各失重阶段的温度区间和失重率见表6。由表6可知,再造烟叶中烟草原料的差异并未引起各阶段温度区间的变化,但各阶段失重率变化明显。全烟梗再造烟叶在阶段II的失重率为42.59%,高于全烟叶再造烟叶的对应值,可能是由全烟梗再造烟叶较强的负载能力使得发烟剂等成分留着率较高所致;全烟梗再造烟叶在阶段III的失重率为17.35%,这可能与其烟梗纤维素含量较高有关^[25]。

两种再造烟叶热解特征参数见表7。由表7可知,全烟梗再造烟叶中挥发分的 T_i 和 T_f 分别为 191.9 °C 和 321.2 °C,均比全烟叶再造烟叶低,表明样品中挥发分的整体释放温度较低;全烟梗再造烟叶阶段II和III的 T_{max} 向中间温度集中,两阶段的 DTG_{max} 为 13.25 %/min 和 7.97 %/min,均大于全烟叶再造烟叶;全烟梗再造烟叶的 CPI 为 $4.56 \times 10^{-4} \% / (\text{min} \cdot \text{C}^2)$,高于全烟叶再造烟叶,表明全烟梗再造烟叶具有更好的综合热解特性。

2.6 再造烟叶香味物质释放性能

由上文结果可知,全烟梗再造烟叶在阶段II和III两个温度区间的质量损失最大,利用程序控温平台捕集这两个温度区间的香味物质,其释放结果见表8。由表8可知,阶段II和阶段III样品的热释放

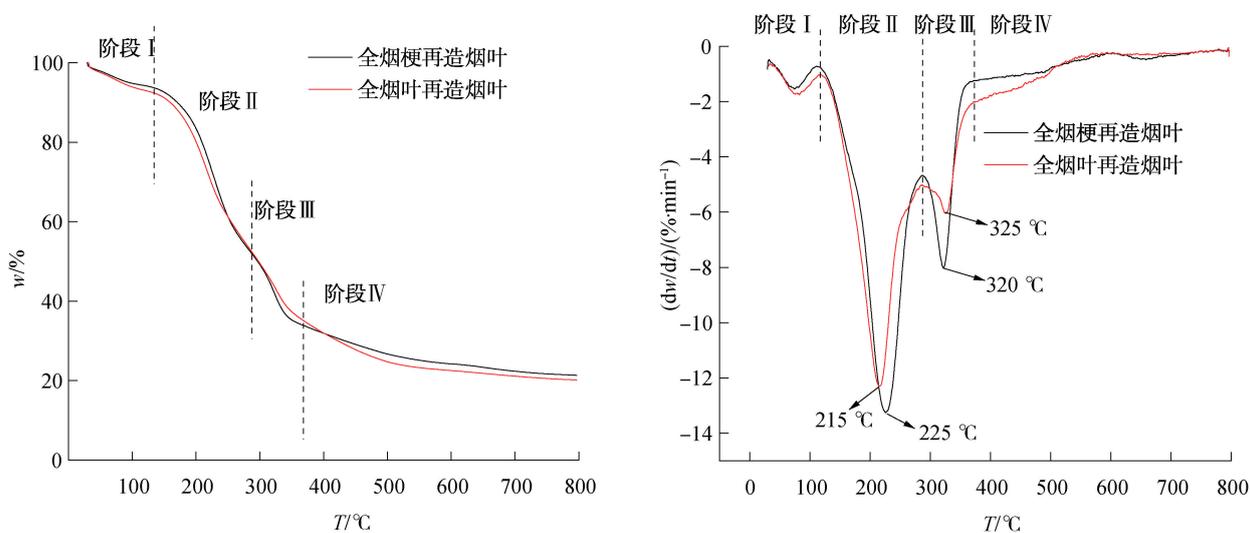


图6 两种再造烟叶的TG-DTG曲线

Fig. 6 Thermogravimetric and differential thermogravimetric curves of two reconstituted tobacco

表6 两种再造烟叶各失重阶段的温度区间和失重率

Table 6 Temperature range and weight loss rate of two reconstituted tobacco slices at different weight loss stages

样品	阶段 I		阶段 II		阶段 III		阶段 IV	
	温度区间/°C	失重率/%	温度区间/°C	失重率/%	温度区间/°C	失重率/%	温度区间/°C	失重率/%
全烟梗再造烟叶	31~112	5.56	112~287	42.59	287~361	17.35	361~800	13.27
全烟叶再造烟叶	31~119	7.12	119~288	40.41	288~361	16.41	361~800	15.95

表7 两种再造烟叶热解特征参数

Table 7 Thermal decomposition characteristic parameters of two reconstituted tobacco

样品	$T_i/°C$	$T_{max}/°C$		$DTG_{max}/(°C \cdot min^{-1})$		$T_r/°C$	$CPI/(\times 10^{-4} \% \cdot (min \cdot °C^2)^{-1})$	热解残余 /%
		阶段 II	阶段 III	阶段 II	阶段 III			
全烟梗再造烟叶	191.9	224.9	320.2	-13.25	-7.97	321.2	4.56	21.23
全烟叶再造烟叶	194.5	214.9	324.9	-12.26	-5.99	326.0	4.34	20.11

成分既有共性也存在一定差异,烟碱、新植二烯、2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮(DDMP)等成分均可在两个温度区间检出,但糠醇、糠醛、5-甲基呋喃醛、5-羟甲基糠醛等呋喃类香味物质仅在阶段Ⅲ释放。阶段Ⅱ和阶段Ⅲ热释放香味物质分别检出15和41种,且随加热温度升高,香味物质总量由1 537.31 $\mu\text{g/g}$ 上升至3 410.49 $\mu\text{g/g}$,香味物质丰富性增加,各类物质含量呈现不同的变化规律。在高温加热阶段,生物碱类和醇类物质的释放量降低,醛酮类、酯类、酸类、酚类和呋喃类物质释放量增加,烯类和杂环类物质变化不明显。在阶段Ⅱ时,生物碱类物质占比较高,其次为呋喃类和醇类香味物质,当加热温度升至阶段Ⅲ时,生物碱类、醛

酮类、酚类和呋喃类物质较丰富、均衡,酸类、烯类和杂环类在这两个温度区间释放比例均较小。

烟碱是气溶胶中对劲头有重要作用的香味物质,其在阶段Ⅲ的释放量高于低温加热时的释放量,说明升高温度能有效促进烟碱的释放;不同加热温度时再造烟叶中醇类物质释放差异明显;醛酮类香味物质主要来自糖类物质的热裂解及美拉德反应,较低的加热温度下该类物质生成有限,随加热温度升高,醛酮类物质释放量增加至388.87 $\mu\text{g/g}$;酯类、酸类和酚类物质种类和含量在两个温度区间内的释放均有明显差异,高温有利于这三类物质的热释放^[26-27];烯类物质中新植二烯主要由原料调制过程中叶绿素降解生成的叶绿醇脱水生成,在加热过

表8 全烟梗再造烟叶阶段II和III香味物质释放结果
Table 8 Release of aroma substances from reconstituted tobacco with whole tobacco stems at stage II and III

种类	名称	含量/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)		种类	名称	含量/($\mu\text{g} \cdot \text{g}^{-1}$)	
		阶段II	阶段III			阶段II	阶段III
生物碱类	烟碱	905.04	1 580.71	酸类	棕榈酸	9.09	—
	小计	905.04	1 580.71		α -羟基-2-咪喃乙酸	—	35.62
	L-苏丁醇	—	24.74		棕榈油酸	—	23.67
	木糖醇	—	26.92	小计	9.09	59.29	
	1,2,6-己三醇	—	46.10	酚类	4-甲基苯酚	41.36	—
醇类	3-甲氧基-1,2-丙二醇	22.99	—		苯酚	—	108.67
	脱水赤藓醇	14.89	—		邻甲酚	—	108.41
	DL-阿拉伯糖醇	99.08	—		间甲酚	—	83.60
	小计	136.96	97.76		愈创木酚	—	32.31
醛酮类	2,4-壬二烯醛	90.61	32.01		2,3-二甲苯基酚	—	34.52
	3-甲基-2-丁酮	—	9.78		香芹酚	—	49.67
	羟基丙酮	—	123.53		百里香酚	—	59.53
	2-环戊烯酮	—	15.65		小计	41.36	476.71
	甲基环戊烯醇酮	—	23.36		烯类	7-羟基法尼烯	—
	乙基环戊烯醇酮	—	25.19	新植二烯		53.63	109.63
	1-萘酮	—	35.42	小计		53.63	117.21
	4-羟基-3-甲氧基苯丙酮	—	19.75	呋喃类	糠醇	—	56.31
	2-羟基丙苯酮	19.39	68.22		糠醛	—	48.91
	巨豆三烯酮 A	—	22.21		5-甲基咪喃醛	—	95.53
	巨豆三烯酮 B	—	13.75		5-羟甲基糠醛	—	113.81
	小计	110.00	388.87		4-环戊烯-1,3-二酮	—	17.76
	γ -丁内酯	—	42.81		2(5H)-咪喃酮	—	6.73
	4-甲酸氧戊酯	28.78	30.43		DDMP	204.80	153.22
酯类	3-羟基庚酸甲酯	—	22.89	小计	204.80	492.27	
	甲酸糠酯	—	11.73	杂环类	5-甲基-2-苯基-1H-吡啶	6.07	—
	邻苯二甲酸二异丁酯	11.81	16.07		2-甲基-7-苯基吡啶	—	36.01
	邻苯二甲酸二丁酯	9.55	21.63		吡啶	20.22	16.10
	小计	50.14	145.56	小计	26.29	52.11	

注:—表示没有检测到。

程中被转移至气溶胶,该物质的热释放与烟碱类似;咪喃类物质主要来自原料中糖类的低温热解及还原糖与含氨基物质的美拉德反应^[28],阶段II时DDMP的释放量为204.80 $\mu\text{g}/\text{g}$,未检测到其他咪喃类物质;在阶段III时DDMP的释放量降低为153.22 $\mu\text{g}/\text{g}$,同时,由于热解程度的加强,生成了较多的糠醇、糠醛、5-甲基咪喃醛、5-羟甲基糠醛等咪喃类香味物质^[29]。

3 结论

本文利用辊压法制备了全烟叶和全烟梗再造烟叶,通过正交试验确定了全烟梗再造烟叶的最适

工艺参数,综合采用化学分析、扫描电镜、静态吸附法、热重技术、自建加热释放香味捕集平台等方法分析了两种再造烟叶的化学成分、形貌结构、甘油吸附性能、热失重行为及热释放香味物质。结果表明:1)综合考虑全烟梗再造烟叶的抗张强度和感官品质,确定的最适制备工艺参数(以烟梗粉末质量为基准)为水添加量75%、木浆纤维添加量为2.5%、CMC添加量为5%、辊压厚度为0.25 mm,烘烤温度为90 $^{\circ}\text{C}$ 。2)相比全烟叶再造烟叶,全烟梗再造烟叶具有低定量(265.33 g/m^2)、高抗张强度(0.43 kN/m)和高松厚度(0.83 cm^3/g)的特征,表面平整且均一度好,原始烟梗的色泽保留程度较

好, L^* 、 a^* 和 b^* 均高于全烟叶再造烟叶, 微观孔隙结构丰富, 纤维排列相对疏松。3) 全烟梗再造烟叶的甘油静态平衡吸附率为 25%, 高于全烟叶再造烟叶, 吸附过程符合准一级动力学模型, 且表现出较大的吸附速率常数。4) 全烟梗再造烟叶和全烟叶再造烟叶表现出相似的四阶段热解失重过程, 但全烟梗再造烟叶的热失重阶段 II 和 III 的最大失重速率温度向中间温度集中, 两阶段的 DTG_{\max} (分别为 13.25 %/min 和 7.97 %/min) 和 CPI 均高于全烟叶再造烟叶, 表现出良好的综合热解性能。5) 全烟梗再造烟叶在不同温度阶段的热释放香味物质种类和含量有明显差异, 高温阶段释放的香味物质种类和含量均高于低温阶段, 其中烟碱、新植二烯、DDMP、糠醇、糠醛、5-甲基呋喃醛、5-羟甲基糠醛等香味物质均能够有效释放。以烟梗取代烟叶制备的辊压法再造烟叶表现出较好的应用潜力, 后续可开展其在加热卷烟产品中的实际应用效果研究。

参考文献:

[1] 张金磊, 秦云华, 杨柳, 等. 造纸法再造烟叶品质提升技术研究进展[J]. 安徽农学通报, 2023, 29(5): 116-121.

[2] BOUÉ S, SCHLAGE W K, PAGE D, et al. Toxicological assessment of tobacco heating system 2. 2: Findings from an independent peer review [J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 2019, 104: 115-127.

[3] 赵玉宇, 崔成哲, 朱良华, 等. 加热不燃烧烟草制品的减害性能分析[J]. 科技创新与应用, 2020, 10(22): 66-67.

[4] SIMONAVICIUS E, MCNEILL A, SHAHAB L, et al. Heat-not-burn tobacco products: A systematic literature review [J]. Tobacco Control, 2019, 28(5): 582-594.

[5] 卢乐华, 高洁, 费菲, 等. 不同工艺电加热卷烟再造烟叶主要成分的释放性能[J]. 烟草科技, 2023, 56(3): 30-40, 77.

[6] 李奕蓉, 汤丹瑜, 刘春波, 等. 三种新型工艺加热卷烟再造烟叶的对比[J]. 烟草科技, 2023, 56(6): 59-68.

[7] 杨菁, 赵文涛, 艾明欢, 等. 不同类型的加热卷烟原料性能比较[J]. 中国烟草学报, 2020, 26(3): 1-8.

[8] 司晓喜, 唐石云, 朱瑞芝, 等. 不同原料稠浆法再造烟叶加热卷烟的气溶胶释放特性[J]. 中国烟草学报, 2021, 27(6): 1-9.

[9] 赵璐, 王丙武, 宋中邦, 等. 基于感官评价的加热不燃烧卷烟原料品种(系)筛选[J]. 烟草科技, 2020, 53(1): 21-28.

[10] 苏丹丹, 王小升, 张文军, 等. 不同梗叶比例对造纸法再

造烟叶片基的影响[J]. 纸和造纸, 2019, 38(1): 28-31.

[11] 董高峰, 田永峰, 唐石云, 等. 梗叶配比对加热卷烟专用稠浆法再造烟叶品质的影响[J]. 中国烟草学报, 2021, 27(1): 31-36.

[12] 郭春生, 王轶群, 陈晨, 等. 甘油对不同部位烤烟香味成分释放行为的影响[J]. 中国烟草科学, 2023, 44(2): 88-96.

[13] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 纸和纸板抗张强度的测定 恒速拉伸法: GB/T12914—2018 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2018.

[14] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 纸和纸板定量的测定: GB/T 451.2—2002 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2002.

[15] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 纸和纸板厚度的测定: GB/T 451.3—2002 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2002.

[16] 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.

[17] 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.

[18] 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.

[19] 国家烟草专卖局. 烟草及烟草制品 氯的测定 连续流动法: YC/T 162—2011 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.

[20] 国家烟草专卖局. 烟草及烟草制品 烟碱的测定 气相色谱法: YC/T 246—2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.

[21] 刘天择, 杨菁, 汪旭, 等. 不同部位烤烟化学成分及热解产物与加热卷烟感官质量的关系[J]. 中国烟草科学, 2023, 44(1): 77-84.

[22] 朱宏阳, 姚俊, 冯珊, 等. 1株产细菌纤维素芽胞杆菌的分离及鉴定[J]. 生物加工过程, 2014, 12(5): 80-84.

[23] PAREEK N, GILLGREN T, JÓNSSON L J. Adsorption of proteins involved in hydrolysis of lignocellulose on lignins and hemicelluloses [J]. Bioresource Technology, 2013, 148: 70-77.

[24] 高峰滔, 李祥林, 冯智渊, 等. 3种电加热卷烟专用再造烟叶的甘油饱和和吸附特性[J]. 烟草科技, 2022, 55(5): 41-49.

[25] 艾明欢, 杨菁, 沈轶, 等. TG-FTIR 联用研究 HnB 烟草基质在 400 °C 以下的热解特性和气相产物[J]. 中国烟草学报, 2020, 26(1): 8-14.

[26] 霍现宽, 刘珊, 崔凯, 等. 加热状态下烟草烟气香味成分释放特征[J]. 烟草科技, 2017, 50(8): 37-45.

[27] 唐培培, 曾世通, 刘珊, 等. 甘油对烟叶热性能及加热状态下烟气释放的影响[J]. 烟草科技, 2015, 48(3): 61-65.

[28] 王玉华,褚建忠,徐丙升,等. 烤烟自然醇化过程美拉德反应产物变化及与感官质量的关系[J]. 中国烟草科学,2015,36(4):85-90.

[29] 白冰,何静,杨静,等. 美拉德反应中间体二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)吡喃-4-酮的研究进展[J]. 食品与发酵工业,2024,50(5):326-333.

Optimization of preparation process and analysis of structure and performance of rolled reconstituted tobacco based on whole tobacco stem

XU Kejing¹, LIU Yuxuan², ZHANG Zhan¹, LYU Jingjing¹, LIANG Miao²,
LI Ruili², ZHANG Junsong², CHEN Xiaolong¹

1. Technology Center, China Tobacco Henan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou 450003, China;

2. College of Tobacco Science and Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450001, China

Abstract: Tobacco stem power and tobacco leave power were used to prepare rolled reconstituted tobacco, the suitable process parameters for reconstituted tobacco based on stem were determined through orthogonal experiments. The basic physicochemical properties, microstructure, glycerol adsorption performance, thermal weight loss characteristics and released aroma components under heating conditions were compared between the reconstituted tobacco prepared from whole tobacco leaves and stem. The results showed that the optimal addition amounts of water, wood pulp fiber, and carboxymethyl cellulose sodium were 75%, 2.5%, and 5% based on tobacco stem power, respectively, from the perspective of tensile strength and sensory quality. The rolled thickness and baking temperature were selected as 0.25 mm and 90 °C, respectively. The quantitative, tensile strength, and bulk thickness of whole stem reconstituted tobacco leaves were 265.33 g/m², 0.43 kN/m, and 0.83 cm³/g, respectively, which were superior to that of reconstituted tobacco based on whole leaves. The surface uniformity and color retention were good, the micro-pore structure was rich, and the fiber arrangement was relatively loose. The static equilibrium adsorption rate of glycerol in whole stem reconstituted tobacco was 25.0%, which was higher than that in whole leaves reconstituted tobacco. The adsorption process follows a quasi first order kinetic model and exhibited higher adsorption rate constant. Both types of whole leaves reconstituted tobacco exhibited similar four stage thermal decomposition weight loss processes. But the temperature for thermal weight loss stages II and III of whole stem reconstituted tobacco were more concentrated. The maximum weight loss rate and CPI of these two stages were higher than those of whole leaves reconstituted tobacco. The types and contents of aroma compounds released by whole stem reconstituted tobacco leaves in stage III were 41, with a content of 3 410.49 μg/g, all of which were higher than the types and contents of heat released aroma compounds in stage II. Among them nicotine, neonicotinoid, DDMP, furfuryl alcohol and other aroma substances could be effectively released. The rolled reconstituted tobacco prepared by tobacco stem had good tensile strength and loose thickness, rich micro-pore structure, and effective release performance for aroma substances under heating conditions. The good fragrance loading capacity and low raw material cost demonstrated its potential for application in heated cigarettes.

Key words: tobacco stem; rolled reconstituted tobacco; adsorption performance; thermal weight loss; flavor substance

[责任编辑:吴晓亭]