



邹恩凯,王硕赢,陈栋,等. 低次烟叶提取物膜分离组分分析及卷烟加香研究[J]. 轻工学报,2025,40(2):108-115.
ZOU E K,WANG S Y,CHEN D,et al. Analysis of membrane-separated components from low-grade tobacco leaf extract and its application in cigarette flavoring[J]. Journal of Light Industry,2025,40(2):108-115.
DOI:10.12187/2025.02.012

低次烟叶提取物膜分离组分分析及卷烟加香研究

邹恩凯¹,王硕赢²,陈栋¹,王菲¹,黄龙伟¹,罗海涛¹

1. 江西中烟工业有限责任公司 技术中心,江西 南昌 330000;
2. 郑州轻工业大学 烟草科学与工程学院,河南 郑州 450001

摘要: 为研究膜分离技术对低次烟叶提取物挥发性成分及感官品质的影响,选用 0.1 μm 微滤膜、300 kDa 及 10 kDa 超滤膜对低次烟叶提取物进行分离,利用气相色谱-质谱联用(GC-MS)法结合主成分分析、聚类分析探究分离组分的挥发性成分差异,并进行卷烟加香实验。结果表明:1)未分离组分(M0)、0.1 μm 透过液(M1)、0.1 μm 截留液(M2)、300 kDa 透过液(M3)、300 kDa 截留液(M4)、10 kDa 透过液(M5)和 10 kDa 截留液(M6)中共检测出 71 种挥发性成分,且大部分挥发性成分在 M6 中被富集;2)可将上述 7 种膜分离组分分为 3 类,M0、M1 的挥发性成分相似,M2、M4、M5、M6 的挥发性成分相似,M3 与其他 6 种组分具有显著差异;3)M3 的整体加香效果最佳,且 M3 中对卷烟感官有重要作用的巨豆三烯酮、新植二烯、糠醛等挥发性成分含量显著高于 M4、M5、M6,具有提升卷烟的香气质、香气量,增加甜感和烟气浓度的作用。

关键词: 低次烟叶;提取物;卷烟加香;膜分离技术;挥发性成分

中图分类号: TS41 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-1553(2025)02-0108-08

0 引言

低次烟叶不能直接作为卷烟原料^[1],大部分以掩埋或焚烧方式处理,不仅造成资源浪费,且会对环境造成污染^[2-6]。近年来,随着烟草行业不断推进供给侧结构性改革,国家烟草专卖局指导性文件中明确指出,要创新不适用烟叶利用技术,提高低次烟叶的可用性^[7]。因此,如何提高低次烟叶的利用率是当前烟草行业中的研究热点^[8]。

低次烟叶富含多种致香成分,如新植二烯、苯丙氨酸代谢产物、类胡萝卜素降解产物等,已有研究^[9]表明,低次烟叶提取物对提升卷烟香气品质有重要作用。然而,低次烟叶粗提物中含有的蛋白质、淀粉、蜡质等大分子物质,对卷烟感官品质起负面作用,因此需要对其进行分离纯化。膜分离技术是利用天然或人工合成的高分子薄膜,以外界能量或化学位差为推动力对不同组分进行分离、纯化、富集的一项新技术,具有节能、高效等优点^[10-11]。

收稿日期:2024-06-17;修回日期:2024-08-18;出版日期:2025-04-15

基金项目:中国烟草总公司重大科技项目(110202201048(XX-07));江西中烟工业有限责任公司科技项目(赣烟工科计 2022-04)

作者简介:邹恩凯(1990—),男,河南省郑州市人,江西中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为卷烟原料和配方。

E-mail:huanglw579@sina.com

通信作者:罗海涛(1981—),男,江西省高安市人,江西中烟工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为卷烟产品开发和

维护。E-mail:273874991@qq.com

吴彦等^[12]利用膜分离技术分离纯化罗汉果浸膏,并进行卷烟加香实验,发现 100 kDa 截留液组分的加香效果最佳。刘绍华等^[13]利用 50 nm 陶瓷膜对鸢尾根提取物进行膜分离,发现 50 nm 透过液组分对卷烟加香效果最佳。许春平等^[14]选取 50 nm 陶瓷膜、100 kD 有机膜和 10 kD 有机膜对薄片叶膏进行多级膜分离,发现经 10 kD 透过液组分加香后的卷烟烟气中酚类、烷烃类和杂环类成分显著增加,卷烟感官评吸效果最好。

目前,利用膜分离技术对低次烟叶提取物进行分离纯化的研究鲜见报道。为降低低次烟叶中木质素含量,提升其提取物的香气品质,本文拟以低次烟叶为研究对象,选用漆酶对其进行预处理,采用超声辅助提取法制备低次烟叶提取物,设计 3 级膜分离组合,采用气相色谱-质谱联用(GC-MS)法对分离得到的各提取液组分进行挥发性成分分析、主成分分析及聚类分析,并进行卷烟加香评价,旨在选取适用于卷烟加香的提取物组分,为低次烟叶天然香料的开发及膜分离技术在烟草领域的应用提供参考。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

低次烟叶(2018 年采摘于江西石城)、空白卷烟,由江西中烟工业有限责任公司提供;乙酸苯乙酯(纯度>98%),百灵威科技有限公司;二氯甲烷,北京迪科马科技有限公司;无水硫酸钠(分析纯),国药集团化学试剂有限公司;无水乙醇(分析纯),天津市富宇精细化工有限公司;氢氧化钠(分析纯),天津大茂化学试剂厂;漆酶(酶活 5000 U/g),沧州夏盛酶生物技术有限公司。

1.2 主要仪器与设备

7890-5977 型 GC-MS 仪,美国 Agilent 公司;小

型切向膜分离系统、0.1 μm 微滤膜、300 kDa 和 10 kDa PES(Polyethersulfone)超滤膜,美国 Millipore 公司;BPS-100CL 型恒温恒湿箱,上海一恒科学仪器有限公司;XU-JY16-11 D 型超声波细胞破碎仪,上海析牛莱伯仪器有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 酶液配制 准确称取 0.80 g 漆酶于 25 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。

1.3.2 样品预处理 将低次烟叶回潮后切丝,切丝后放入 40 ℃烘箱中,干燥 10 h。称取 200.00 g 干燥后的烟丝于密封袋中,将配制的 25 mL 漆酶溶液均匀喷施至烟丝上,加酶量为 20 U/g,并将其敞口放入恒温恒湿箱(温度 45 ℃,相对湿度 75%)中,酶解 48 h 后,将烟丝密封放入 80 ℃烘箱中干燥 30 min 进行灭酶处理。

1.3.3 低次烟叶提取物制备 准确称取 40.00 g 灭酶后的烟丝置于 1000 mL 烧杯中,按照 1:20(g/mL)的料液比加入 800 mL 体积分数为 80%的重蒸乙醇水溶液,用封口膜进行密封后,放入超声波细胞破碎仪(功率 750 W)中,超声 60 min。重复上述操作 4 次,得到约 3200 mL 低次烟叶提取物。

1.3.4 低次烟叶提取物膜分离 对低次烟叶提取物进行多级膜分离,实验流程见图 1。将未经过膜分离的组分记为 M0;M0 过 0.1 μm 微滤膜,得到的透过液组分记为 M1,截留液组分记为 M2;M1 过 300 kDa 超滤膜,得到的透过液组分记为 M3,截留液组分记为 M4;M3 过 10 kDa 超滤膜,得到的透过液组分记为 M5,截留液组分记为 M6。其中 M0 取 200 mL,将 M1—M6 均定容至 500 mL,备用。

1.3.5 膜分离组分挥发性成分测定 参照文献[15]的方法,将得到的 7 种膜分离组分别取 10 mL 置于 100 mL 锥形瓶中,加入 30 mL 二氯甲烷溶液,超声萃取 30 min。将二氯甲烷萃取液在分液漏斗中

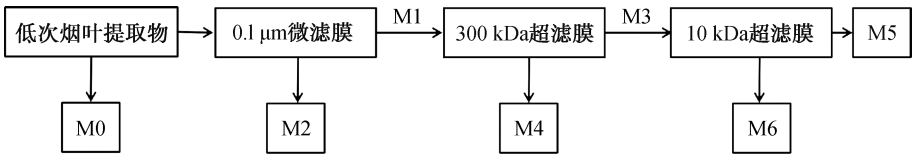


图 1 低次烟叶提取物多级膜分离实验流程图

Fig. 1 Flow chart of multi-stage membrane-separated experiments of low-grade tobacco leaf extract

静置,待其分层后,取下层萃取液,加入适量无水硫酸钠,静置过夜。将过夜后的萃取液过滤,加入 1 mL 内标(0.25 mg/mL 乙酸苯乙酯-二氯甲烷),将其置于 60 ℃ 条件下,常压浓缩至 1 mL,过 0.45 μm 有机滤膜后,进行 GC-MS 分析。

GC 条件:HP-5 MS 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);进样口温度为 280 ℃;载气为 He;流量为 1.0 mL/min;升温程序为 50 ℃ 保持 2 min,以 8 ℃/min 的速率升温至 280 ℃,保持 25 min;进样量为 1 μL;分流比为 5:1。

MS 条件:溶剂延迟 5 min;离子源 EI;电离电压 70 eV;传输线温度 280 ℃;电子倍增器电压 1635 V;离子源温度 230 ℃;四极杆温度 150 ℃;质量扫描范围(m/z)30~550 amu。

根据 GC-MS 得到总离子流图,利用 NIST17 标准谱库对各色谱峰的质谱信息进行检索,以匹配度高于 80% 的结果予以定性,采用内标法进行半定量。

1.3.6 膜分离组分卷烟加香感官评吸分析 用进样针将 M0—M6 组分分别注射入空白卷烟中,注射剂量为 3 μL。将注射的卷烟样品置于温度 22 ℃、相对湿度 60% 的条件下平衡 48 h,参照《卷烟 第 4 部分:感官技术要求》(GB 5606.4—2005)^[16],由江西中烟工业有限责任公司的 7 名具有评吸员资质的人员组成评价小组,分别依照光泽(满分 5 分)、香气(满分 32 分)、谐调(满分 6 分)、杂气(满分 12 分)、刺激性(满分 20 分)和余味(满分 25 分)这 6 项指标进行定性描述,记录整个抽吸过程中的感官感受,比较抽吸前后的差异。

1.4 数据处理

使用 Excel 2020 对数据进行描述统计,利用 SPSS 27.0 进行主成分分析及聚类分析,使用 Origin 2021 软件进行绘图。

2 结果与讨论

2.1 膜分离组分挥发性成分分析

7 种膜分离组分中挥发性成分的总离子流图如图 2 所示,采用内标法对各成分进行定量分析,结果见表 1。由表 1 可知,共检测出 71 种挥发性成分,

M0 中共检测出 33 种挥发性成分,总量为 10 328.49 μg/g;M1 中共检测出 34 种挥发性成分,总量为 8 294.12 μg/g;M2 共检测出 33 种挥发性成分,总量为 2 567.35 μg/g;M3 共检测出 39 种挥发性成分,总量为 4 668.51 μg/g;M4 共检测出 39 种挥发性成分,总量为 1 948.01 μg/g;M5 共检测出 41 种挥发性成分,总量为 1 840.89 μg/g;M6 共检测出 33 种挥发性成分,总量为 2 956.34 μg/g。

广泛存在于 7 种膜分离组分中的物质有烟碱、2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4 氢-吡喃酮、棕榈酸、东莨菪内酯、5-羟甲基糠醛、棕榈酸甲酯、巨豆三烯酮、新植二烯等。其中新植二烯作为叶绿素降解产物的代表性致香成分,在烟支燃吸时产生一种令人愉悦的香味,具有增加香气浓度的作用,使卷烟吸味更加醇厚、有劲头;5-羟甲基糠醛具有烤甜香、焦甜香味,在卷烟抽吸过程中可增加卷烟的甜感^[12,17-18];巨豆三烯酮及其异构体主要为类胡萝卜素降解产物,阈值较低、刺激性小,对卷烟感官品质,尤其是香气质、香气量的提升具有重要作用^[19-20],是烟草中重要的中性致香成分,具有花香、果香、清甜香味。

一些物质如 3,3,4,6-四甲基-2,3-2H-苯并呋喃-2-酮、东莨菪内酯等在原样中的含量较高,但在各截留液和透过液中检出值较低。这是由于这些组分的水溶性稍差,分离过程中在膜上形成了死吸附,导致香味物质有所损失^[10]。一些物质如邻苯二

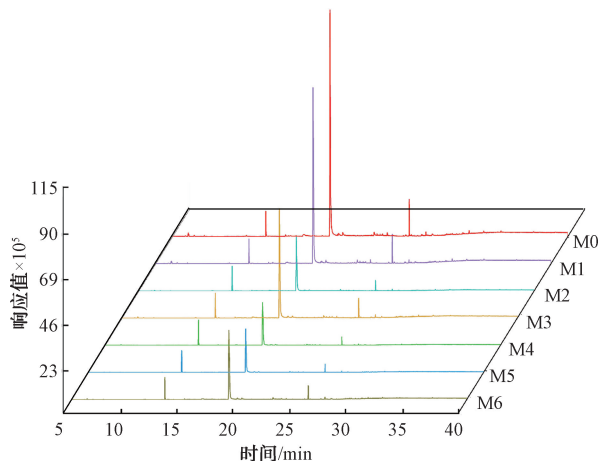


图 2 7 种膜分离组分中挥发性成分的总离子流图
Fig. 2 Total ion current chromatograms of volatile compounds in 7 membrane-separated components

表 1 膜分离组分挥发性成分与含量								
Table 1 Volatile components and contents of membrane-separated component								μg/g
种类	化合物名称	M0	M1	M2	M3	M4	M5	M6
酸类	丙二酸	—	—	—	—	—	1. 13	—
	乙酸	36. 43	28. 73	8. 44	15. 89	7. 88	5. 88	9. 77
	3-羟基丙酸	—	—	—	—	4. 10	—	—
	壬酸	—	—	—	17. 71	—	5. 92	—
	十三酸	30. 40	—	—	—	—	—	—
	棕榈酸	77. 30	67. 49	27. 82	45. 11	24. 38	19. 95	34. 19
	月桂酸	—	—	—	—	1. 00	—	—
	2-氧代十八烷酸	29. 25	19. 99	5. 06	3. 50	—	—	—
	总计	173. 38	116. 21	41. 32	82. 21	37. 36	32. 88	43. 96
醇类	丙醇	13. 36	11. 58	2. 50	4. 07	2. 35	—	2. 69
	仲丁醇	101. 27	85. 95	—	—	18. 28	6. 95	16. 89
	1-氨基-2-丙醇	5. 57	—	—	—	—	—	—
	(R)-(-)-2-丁醇	—	—	16. 79	28. 83	—	—	—
	麦芽醇	—	—	—	6. 66	—	—	—
	L-苏丁醇	4. 09	8. 90	2. 15	13. 74	0. 67	0. 21	1. 75
	2,4-二甲基苯甲醇	—	—	—	21. 89	—	8. 81	16. 07
	4-亚甲基-5-己烯-2-醇	—	—	—	—	1. 81	3. 37	—
	总计	124. 29	106. 43	21. 44	75. 19	23. 11	19. 34	37. 40
醛酮类	丁二醛	—	—	—	5. 06	—	—	—
	查耳酮	—	—	—	—	—	4. 50	—
	兔耳草醛	50. 02	40. 07	—	34. 85	7. 36	—	10. 09
	4-环戊烯-1,3-二酮	6. 66	9. 39	1. 51	—	1. 84	1. 11	1. 68
	9-羟基-4,7-巨豆二烯-3-酮	74. 12	47. 37	—	29. 78	—	12. 61	18. 29
	巨豆三烯酮	104. 52	64. 45	19. 83	46. 47	19. 06	14. 59	23. 45
	总计	235. 32	161. 28	21. 34	116. 16	28. 26	32. 81	53. 51
酚类	2,5-二特丁基对苯二酚	—	—	—	—	—	15. 86	—
	邻乙氧基苯酚	—	—	—	—	—	—	2. 21
	2,4-二叔丁基苯酚	—	—	—	—	4. 54	—	—
	苯酚	4. 01	3. 30	—	0. 57	—	—	—
	邻苯二酚	—	4. 28	1. 88	—	—	1. 23	—
	东莨菪内酯	131. 80	71. 58	31. 75	58. 95	22. 35	24. 08	41. 52
	2,6-二叔丁基苯酚	47. 08	—	—	—	—	—	9. 10
	3,5-二叔丁基邻苯二酚	53. 46	—	—	40. 39	11. 65	—	—
	2,5-二叔丁基酚	—	11. 98	—	8. 21	—	5. 66	—
	4-乙烯基-2,6-二甲氧基苯酚	—	—	—	—	5. 92	4. 60	6. 38
	4,6-二叔丁基间苯二酚	—	—	—	—	—	—	9. 08
酯类	总计	236. 35	91. 14	33. 63	108. 12	44. 46	51. 43	68. 29
	乙酸仲丁酯	37. 69	34. 53	6. 58	9. 97	6. 89	2. 83	6. 88
	二氢猕猴桃内酯	—	—	3. 79	6. 03	—	2. 14	—
	棕榈酸甲酯	25. 22	18. 51	5. 60	11. 10	6. 22	4. 03	6. 88
	乙酰氧基乙酸十一酯	—	—	—	—	9. 90	—	—
含氧杂环类	总计	62. 91	53. 04	15. 97	27. 10	23. 01	9. 00	13. 76
	糠醛	1. 25	0. 93	0. 22	0. 42	0. 13	0. 20	0. 94
	2,5-二甲基呋喃	—	—	—	—	—	—	0. 58
	2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4-氢-吡喃酮	45. 82	38. 11	12. 45	22. 68	11. 53	8. 42	14. 13
	5-羟甲基糠醛	251. 94	171. 71	71. 45	129. 84	69. 11	49. 89	86. 77

表1(续)

种类	化合物名称	M0	M1	M2	M3	M4	M5	M6
含氧杂环类	2,4-二羟基-2,5-二甲基-3(2H)-呋喃-3-酮	—	—	—	—	—	4.00	—
	5,6-二氢-6-丙基-2H-吡喃-2-酮	—	—	—	8.64	3.78	4.18	6.29
	2-戊基-2,3-二氢吡喃-6-酮	—	—	1.59	—	—	—	2.37
	六氢-3-亚甲基-2-(3H)-苯并呋喃酮	—	—	—	—	—	—	2.76
	3,3,4,6-四甲基-2,3-2H-苯并呋喃-2-酮	35.49	—	—	—	—	—	—
	2-丙基-4-氢吡喃-3-醇	—	—	0.59	—	1.43	0.71	—
	总计	334.50	210.75	86.30	161.58	85.98	67.40	113.84
含氮杂环类	吡啶	1.51	1.14	0.28	1.22	0.12	1.00	—
	2-氨基吡啶	—	10.50	—	—	0.41	—	—
	吡啶吡咯酮	25.98	18.68	7.04	12.45	7.52	4.30	8.93
	2-甲基吡嗪	—	—	0.84	—	0.65	—	—
	油酸酰胺	—	—	—	—	—	1.47	—
	烟碱	8 170.82	6 642.94	2 053.72	3 593.93	1 418.33	1 376.10	2 295.80
	麦斯明	50.42	30.42	18.75	—	—	—	—
	2,3-联吡啶	39.62	22.43	7.90	13.31	6.15	5.64	12.78
	2,4-二甲基苯并喹啉	237.55	215.75	62.85	154.37	127.02	95.70	142.43
	2,5-二甲基吡咯	—	0.66	0.83	0.61	—	—	—
	2-甲基-7-苯基-1H-吡啶	23.46	13.53	1.56	8.04	—	6.96	8.78
	4,5-二氨基-6-羟基嘧啶	—	—	—	0.37	0.65	—	—
	2-乙酰氨基嘧啶	—	—	—	—	—	0.20	—
	2-羟基吡嗪	—	—	—	0.67	—	—	—
	5-甲基-2-苯基-1H-吡啶	29.98	19.13	5.11	1.10	4.32	0.99	13.70
	4-苯基吡啶并嘧啶	—	2.39	2.16	0.50	4.28	—	1.40
	2-异丁基哌嗪	—	—	—	—	—	0.36	—
	1-甲基-3-苯基吡啶	20.30	85.84	27.45	15.56	7.81	24.10	—
	5-甲基-2-苯基吡啶	118.33	104.77	34.16	84.55	19.06	29.10	—
	1-丁基-2-烯基吡咯烷	—	—	—	—	2.16	1.92	—
	3-(3,6-二甲基辛-2,7-二烯基)-1H-吡啶	—	10.24	—	—	2.33	0.93	4.76
	2-乙烯基吡啶	—	—	—	—	0.52	—	—
	3-(1-甲基-2-吡咯烷基)吡啶	—	—	4.16	6.98	—	—	—
	总计	8 717.97	7 178.42	2 226.81	3 893.66	1 601.33	1 548.77	2 488.58
烯烃类	新植二烯	443.77	376.85	120.54	204.49	104.50	79.26	137.00

酚、2,5-二叔丁基酚、4-乙基-2,6-二甲氧基苯酚、二氢猕猴桃内酯、2,5-二甲基吡咯等物质在原样中没有被检出,原因可能是在原样中这些挥发性成分的含量过低无法被检出,但经滤膜富集后可被检出^[21-22]。7 种膜分离组分中,M5 中特有成分最多(6 种),包括丙二酸、查耳酮、油酸酰胺、2-乙酰氨基嘧啶、2-异丁基哌嗪和 2,5-二特丁基对苯二酚;M0、M3、M4 和 M6 的特有成分均为 3 种。

71 种挥发性成分可分为 8 大类:酸类(8 种)、醇类(8 种)、醛酮类(6 种)、酚类(11 种)、酯类(4 种)、含氧杂环类(10 种)、含氮杂环类(23 种)及烯

烃类(1 种)。对比透过液组分的挥发性成分含量,发现随着膜分离次数的增加,透过液组分挥发性成分含量逐级降低;对比截留液组分的挥发性成分含量,发现 M6 的挥发性成分总量高于 M2、M4,大部分香气成分如杂环类(2 602.42 μg/g)、醇类(37.40 μg/g)、酚类(68.29 μg/g)等在 M6 中被富集,因此,可推测 10 kDa 超滤膜对杂环类、醇类、酚类等大部分挥发性成分具有较好的富集作用。

2.2 主成分分析

利用 SPSS 27 软件对 7 种组分中的 71 种挥发性成分含量进行主成分分析,结果见表 2。由表 2

可知,前4个主成分的累计贡献率达84.637%,说明这4个主成分基本保留了原来的特征和差异。因此,上述4个主成分可以说明检测数据的变化趋势,根据其贡献率大小将其分别命名为第1、第2、第3、第4主成分。

主成分中的因子载荷能够反映各指标对主成分贡献率大小^[23],其中乙酸、棕榈酸、巨豆三烯酮、东莨菪内酯、烟碱、新植二烯等25种物质在主成分1中具有较高矩阵(|载荷值|>0.8),表明主成分1主要反映了这25种挥发性成分的变异信息^[13]。同理,主成分2主要反映了壬酸、麦芽醇、丁二醛、二氢猕猴桃内酯等7种挥发性成分的变异信息;主成分3主要反映了查耳酮、壬二酸、2,5-二特丁基对苯二酚、2,4-二羟基-2,5-二甲基-3(2H)-咪喃-3-酮等7种挥发性成分的变异信息;主成分4主要反映了邻乙氧基苯酚、4,6-二叔丁基间苯二酚、2,5-二甲基咪喃等5种挥发性成分的变异信息。

2.3 聚类分析

根据主成分分析得到的4个主成分的贡献率可计算出71种挥发性成分的特征向量,结合载荷值可计算出7个膜分离组分的4个主成分的综合得分 Y_1 、 Y_2 、 Y_3 、 Y_4 ,并对4个主成分综合得分进行加权求和,得到综合因子评分 $Y=0.515Y_1+0.189Y_2+0.159Y_3+0.137Y_4$,结果见表3。利用SPSS 27对7种膜分离组分的综合因子评分进行聚类分析,结果见图3。由图3可知,在欧氏距离为10时可将7种膜分离组分分为2类,其中M0、M1为一类,其余5个膜分离组分为一类,说明0.1 μm 透过液组分与原液的挥发性成分相似;在欧氏距离为5时可进一步将7种组分分为3类,M0、M1为一类,M3为一类,M2、M4、M5、M6为一类。上述结果表明,0.1 μm

表2 主成分的特征值及贡献率

Table 2 The eigenvalues and cumulative contribution rate of principal components

主成分	特征值	贡献率/%	累计贡献率/%
1	30.923	43.554	43.554
2	11.340	15.971	59.525
3	9.569	13.477	73.002
4	8.261	11.635	84.637

透过液组分与原液的挥发性成分较为相似,3个截留液组分的挥发性成分较为相似,300 kDa 超滤膜透过液组分与其他6个组分的挥发性区别较大。

2.4 感官评吸结果分析

膜分离组分感官评吸得分见表4。由表4可知,经M0加香后的卷烟刺激性较大,口感舒适性较差,原因可能为M0未经过超滤膜过滤,其大分子物

表3 主成分综合得分

Table 3 Comprehensive scores of principal components

膜分离组分	第一主成分 Y_1	第二主成分 Y_2	第一主成分 Y_3	第二主成分 Y_4	综合因子评分 Y
M0	1 912.004	-36.150	80.844	181.153	1 014.859
M1	1 529.762	-26.645	68.061	157.604	814.681
M2	468.741	0.588	16.852	49.669	250.833
M3	839.160	32.780	27.018	89.207	454.577
M4	348.471	-11.401	6.591	38.171	183.467
M5	323.160	-0.050	23.470	33.146	174.580
M6	537.340	-9.954	16.491	35.624	282.156

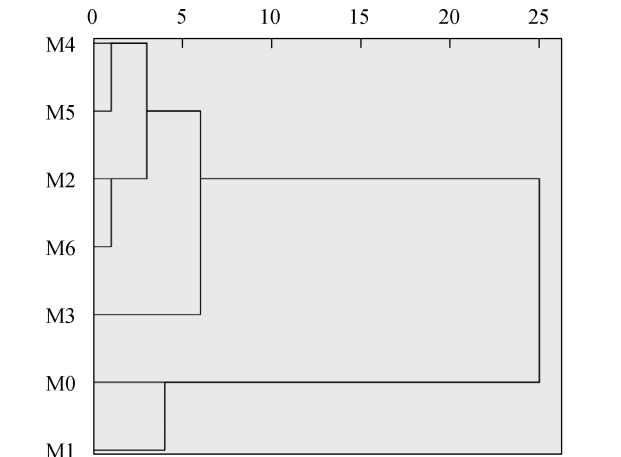


图3 膜分离各组分聚类分析图

Fig. 3 Cluster analysis diagram of each membrane-separated component

表4 膜分离组分感官评吸得分

Table 4 Sensory evaluation scores of membrane-separated component

样品	光泽	香气	谐调	杂气	刺激性	余味	总分
M0	5.0	27.5	5.0	8.7	15.5	20.2	81.9
M1	5.0	27.3	5.0	9.1	15.9	20.7	83.0
M2	5.0	26.7	5.0	8.7	15.7	20.5	81.6
M3	5.0	27.5	5.0	9.7	16.7	21.1	85.0
M4	5.0	26.3	5.0	9.3	16.3	21.5	83.4
M5	5.0	25.1	5.0	9.3	16.1	21.7	82.2
M6	5.0	26.3	5.0	9.5	17.1	21.7	84.6

质如蛋白质、淀粉等含量较高,导致加香后的卷烟感官品质较差;无法透过 0.1 μm 微滤膜的大分子物质被截留在 M2 中,结合 GC-MS 结果可知,M2 中挥发性成分含量较少,说明大部分对口感有提升作用的小分子挥发性成分透过微滤膜到达 M1,从而导致 M2 加香卷烟的香气质量无明显提升且杂气多、刺激性大;M3 的加香结果最好,对香气质量有提升效果,烟气浓度增大,透发性好,结合 GC-MS 分析结果可知,M3 中对卷烟口感提升较大的挥发性成分如巨豆三烯酮、新植二烯、糠醛等含量与 M2、M4、M5、M6 相比较多,而经过 0.1 μm 微滤膜、300 kDa 超滤膜过滤后,M3 中蛋白质、淀粉等大分子物质含量与 M0、M1、M2 相比较少,因而杂气与刺激性相比 M0、M1、M2 有所改善;M5 中香气物质的含量较低,导致其加香的卷烟香气量不足、刺激性较大;M4 和 M6 中挥发性成分含量适中,大分子物质经过多级膜分离被截留,因此二者的加香效果良好,对提升烟气的香气质、甜感及柔和烟气起重要作用。因此,M3 的整体加香效果最佳。

3 结论

本文对低次烟叶进行生物酶预处理后制备低次烟叶提取物,对所得提取物进行 3 级膜分离,得到 7 种组分(M0、M1、M2、M3、M4、M5、M6),利用 GC-MS 分析结合卷烟感官评价对各组分进行对比分析,结果表明:1) 7 种组分中共检测出 71 种挥发性成分,挥发性成分含量由多到少依次为 M0、M1、M3、M6、M2、M4、M5,其中大部分挥发性成分如杂环类、醇类、酚类等 M6 中被富集,说明 10 kDa 超滤膜对挥发性成分有较好的富集作用。2) 对检测到的 71 种挥发性成分进行主成分分析及聚类分析,可将 7 种组分分为 3 类,其中 M0、M1 的挥发性成分较为相似,M2、M4、M5、M6 的挥发性成分较为相似,M3 与其他 6 种组分的挥发性成分相差较大。3) 7 种组分中 M3 的加香效果最佳,能够有效提升卷烟的香气品质,减轻杂气并降低刺激性。由以上可知,膜分离技术能够在留存低次烟叶提取物原有香味的基础上,去除对卷烟感官产生负面作用的大分子物质,制备高品质的烟草本香香料,进而提升低

次烟叶的利用率。

参考文献:

- [1] 李萌,王旭东,罗昭标,等. 混菌固态发酵低次烟叶工艺优化及挥发性致香成分分析[J]. 河南农业科学, 2022,51(9):171-180.
- [2] WANG X B, WANG Z, DAI Y, et al. Thermogravimetric study on the flue-cured tobacco leaf pyrolysis and combustion using a distributed activation energy model [J]. Asia-Pacific Journal of Chemical Engineering, 2017, 12(1):75-84.
- [3] 陆炳祥,张德祥. 低次烟叶热解特性及动力学机理函数[J]. 华东理工大学学报(自然科学版), 2019, 45(5):711-718.
- [4] LISUMA J, MBEGA E, NDAKIDEMI P. Influence of nicotine released in soils to the growth of subsequent maize crop, soil bacteria and fungi [J]. International Journal of Agriculture and Biology, 2019, 22:1-12.
- [5] YE J B, ZHENG S S, ZHANG Z, et al. Bacterial cellulose production by *Acetobacter xylinum* ATCC 23767 using tobacco waste extract as culture medium [J]. Bioresource Technology, 2019, 274:518-524.
- [6] 张博,王新惠,孔波,等. 基于烟草废弃物的水热反应香料制备及卷烟加香应用研究[J]. 轻工学报, 2024, 39(3):72-79.
- [7] 刘洪坤,毛文龙,游敏,等. 改善低次烟叶品质的生物发酵工艺优化[J]. 中国烟草科学, 2024, 45(2):99-107.
- [8] 李萌,曾婷婷,杨金初,等. 冠突散囊菌 GT-1 固态发酵对低次烟叶品质的影响[J]. 陕西科技大学学报, 2024, 42(3):38-45.
- [9] 王倩玉. 低次烟叶浸膏、精油的制备及其在卷烟加香中的应用研究[D]. 南昌:南昌大学, 2022.
- [10] 郑建宇,刘晶,周桂园,等. 超滤膜组合技术对烟草提取物化学成分的影响[J]. 烟草科技, 2019, 52(12):70-78.
- [11] 郑美玲,杨金初,刘前进,等. 烤甘薯浸膏的精细化加工及应用研究[J]. 中国食品添加剂, 2023, 34(7):188-196.
- [12] 吴彦,俞金伟,黄东业,等. 膜分离技术精制罗汉果香味成分及应用[J]. 烟草科技, 2019, 52(7):51-60.
- [13] 刘绍华,曲利利,白家峰,等. 鸢尾根提取物膜分离组分分析及卷烟加香研究[J]. 云南大学学报(自然科学版), 2020, 42(6):1181-1189.
- [14] 许春平,周鹏飞,刘远上,等. 膜分离精制薄片叶膏挥发性成分分析及卷烟纸加香应用研究[J]. 轻工学报, 2022, 37(5):61-68.
- [15] 许春平,李萌姗,王墨染,等. 复合酶处理对低次烟叶化学成分和感官品质的影响[J]. 贵州农业科学, 2015, 43(1):35-40.
- [16] 国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委

员会. 卷烟 第4部分:感官技术要求:GB 5606.4—2005[S]. 北京:中国标准出版社,2006.

[17] PARK H,NOH E,KIM M,et al. Analysis of volatile and nonvolatile compounds in decaffeinated and regular coffee prepared under various roasting conditions [J]. Food Chemistry,2024,435:137543.

[18] WANG J Q,FU Y Q,CHEN J X,et al. Effects of baking treatment on the sensory quality and physicochemical properties of green tea with different processing methods [J]. Food Chemistry,2022,380:132217.

[19] 曹建敏,别瑞,王玉华,等. 烤烟新品种中烟特香 301 特征香气物质研究[J]. 中国烟草科学,2022,43(2): 64–70.

[20] 胡仙妹,张晨,杨雪鹏,等. 不同干燥方式对烟用细菌纤维素结构及挥发性香味成分的影响[J]. 轻工学报, 2023,38(4):77–83.

[21] 罗瑞芝,张会梅,苏小琴,等. 不同材质及孔径超滤膜对麦冬皂苷类成分的影响[J]. 药物评价研究,2018, 41(3):457–461.

[22] VAN DER BRUGGEN B,MÄNTTÄRI M,NYSTRÖM M. Drawbacks of applying nanofiltration and how to avoid them:A review[J]. Separation and Purification Technology, 2008,63(2):251–263.

[23] GRABER M F,PÉREZ-CORREA J R,VERDUGO G, et al. Spinning cone column isolation of rosemary essential oil [J]. Food Control,2010,21(5):615–619.

Analysis of membrane-separated components from low-grade tobacco leaf
extract and its application in cigarette flavoring

ZOU Enkai¹,WANG Shuoying²,CHEN Dong¹,WANG Fei¹,HUANG Longwei¹,LUO Haitao¹

1. Technology Center,China Tobacco Jiangxi Industry Co.,Ltd.,Nanchang 330000,China;

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

Abstract: In order to study the effect of membrane separation technology on the volatile components and sensory quality of low-grade tobacco leaf extract, 0.1 μm microfiltration membrane, 300 kDa and 10 kDa ultrafiltration membranes were used to separate low-grade tobacco leaf extract, and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) combined with principal component analysis and cluster analysis were used to explore the differences in volatile components of the separated components and then the cigarette flavoring test was carried out. The results showed that: 1) A total of 71 volatile components were detected in unseparated fraction (M0), 0.1 μm permeable solution (M1), 0.1 μm interceptor solution (M2), 300 kDa permeable solution (M3), 300 kDa permeable solution (M4), 10 kDa permeable solution (M5) and 10 kDa retentate (M6),and most of the volatile components were enriched in M6. 2) The seven membrane-separated components could be divided into 3 categories, the volatile components of M0 and M1 components were similar, the volatile components of M2, M4, M5 and M6 components were similar, and M3 was significantly different from the other 6 components. 3) M3 had the best flavoring effect, combined with GC-MS detection and analysis, the content of volatile components such as megastigmatrienone, neophytadiene and furfural, which played an important role in cigarette sensory, was significantly higher than that of M4, M5 and M6, enhancing the aroma quality, aroma intensity, sweetness and smoke concentration of cigarettes.

Key words: low-grade tobacco leaf;extract;cigarette flavoring;membrane separation technology;volatile component

[责任编辑:杨晓娟 贾学伟]