



史清照,范武,任瑞冰,等. 基于膜分离及柱色谱技术的烟草提取物精加工产品的制备[J]. 轻工学报, 2025,40(5):101-109.
SHI Q Z,FAN W,REN R B,et al. Preparation of refined products of tobacco extracts based on membrane separation and column chromatography techniques[J]. Journal of Light Industry,2025,40(5):101-109.
DOI:10.12187/2025.05.012

基于膜分离及柱色谱技术的烟草提取物精加工产品的制备

史清照¹,范武¹,任瑞冰²,柴国璧¹,张文龙²,张启东¹,张建勋¹,李河霖²

1. 中国烟草总公司郑州烟草研究院,河南 郑州 450001;
2. 吉林烟草工业有限责任公司 技术研发中心,吉林 长春 130000

摘要:为高效利用废弃烟叶资源并拓展其多元化精加工产品体系,以废弃烟叶为原料,采用乙醇水溶液加热浸提制备烟草提取物,利用膜分离及二维柱色谱技术对烟草提取物进行精加工,通过感官评价筛选风格特征突出的特色风味组群,并对组群间的风味重组工艺进行探索,同时采用 Py-GC-MS 技术对重组样品进行成分分析。结果表明:水提法获得的烟草提取物的产率最高且感官评价综合表现较好;精加工共获得了 16 个组群,其中膜分离 5 nm 截留液及柱色谱分离的 A1、C1、E2 流份的感官效果各具特色,可作为烟草提取物的特色风味组群;重组样品中,1[#]和 2[#]重组样品能够提高卷烟的烤烟烟香、烘焙香、清香、甜香等特征且整体感官效果较好;1[#]和 2[#]重组样品的热裂解产物中以杂环类及芳香族化合物居多,包含甜香、清香、坚果香等香气类型。

关键词:卷烟;烟草提取物;特色风味组群;重组;感官评价

中图分类号:TS426 **文献标识码:**A **文章编号:**2096-1553(2025)05-0101-09

0 引言

在卷烟加工生产过程中,烟叶原料的损耗一直是企业关心的重要命题,打叶复烤、烟草制丝、卷包等是产生烟叶损耗的主要工艺环节^[1]。我国烟草制造业每年产生的烟末、烟叶碎片等废弃物处于百万吨水平,其中一部分用于再造烟叶生产,但仍有相当一部分被废弃,这不仅造成了资源浪费,还可能对环境产生一定的危害。加强对废弃烟叶的

资源化利用,是环境保护和可持续发展的重要环节^[2]。废弃烟叶作为烟叶的原有组成部分,一方面保留了质量较高且比例相对合理的香味成分及其前体物,作为烟草香料的提取原料具有较高的回收利用价值^[3]。但另一方面,同正常烟叶相比,废弃烟叶在重要化学成分构成方面仍存在显著区别^[4],导致其提取物的风味表现与正常烟叶提取物存在差异。探索合理的精细化加工工艺路线,强化烟叶造碎提取物的风味功能表现,对于提高烟叶生产加

收稿日期:2024-08-22;修回日期:2024-09-26;出版日期:2025-10-15

基金项目:中国烟草总公司重点实验室项目(中烟办(2019)69号);国家烟草专卖局创新平台科研活动稳定支持专项项目(国烟科(2021)171号);吉林烟草工业有限责任公司资助项目(442022DG0410)

作者简介:史清照(1989—),女,河南省永城市人,中国烟草总公司郑州烟草研究院高级工程师,博士,主要研究方向为烟用香精香料。E-mail:qingzhao0813@163.com

通信作者:李河霖(1988—),男,吉林省长春市人,吉林烟草工业有限责任公司高级工程师,主要研究方向为烟用香精香料。E-mail:lihelin@jilintobacco.com.cn

工废料的再利用价值,推动企业降耗提质增效的高质量发展具有重要意义。

膜分离和柱色谱技术是食品和烟草研究领域常用且有效的分离技术,研究者利用两种技术分别从绿茶^[5]、肉汤^[6-7]、河蟹^[8]、豆瓣酱^[9]、罗汉果提取物^[10]、烟草提取物^[11-12]、卷烟烟气颗粒物^[13-15]等复杂体系中分离获得了特征突出的香气(花香、焦甜香、酸香、烟熏香和辛香等)、味觉(甜味、酸味、苦味等)、化学感觉(凉感、涩感、辣感等)等特色风味组群,这对体系特征风味表现的物质基础剖析和特色凸显的天然香料的制备开发起到了重要支撑作用。

本研究以废弃烟叶为原料,采用不同比例的乙醇水溶液加热浸提制备烟草提取物,通过感官导向的膜分离和柱色谱技术获得烟草提取物特色风味组群,并研究各特色风味组群间的重组应用,以期增强废弃烟叶的使用价值及开发多元化的烟草提取物精加工产品提供参考。

1 材料与方法

1.1 主要材料与试剂

参比卷烟、废弃烟末(直径 1.00~2.36 mm 以下,清香型),吉林烟草工业有限责任公司提供;无水乙醇(AR),德国 Merck 公司;蒸馏水(电导率 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$),广州屈臣氏食品饮料有限公司;乙醇(体积分数 95%,食品级),新乡市先丰医药新材料有限公司;葡聚糖凝胶(HT-SD01)、反向硅胶(HT-120-30-ODS-B),均为食品级,苏州汇通色谱分离纯化有限公司。

1.2 主要仪器与设备

GSC-20L 型高温恒温循环油浴锅、DLSB-30/20 型低温冷却循环泵,上海予华仪器设备有限公司;CLJECTOR 型自动注射加香仪,德国 Burghart 公司;AS-1020E 型裂解仪,日本岛津公司;7895A/5975C 型气相色谱-质谱联用(GC-MS)仪,美国 Agilent 公司;CP224S 型分析天平(感量 0.000 1 g),德国 Sartorius 公司;HY-5 型振荡器,金坛中大仪器厂;超滤膜(孔径 0.22 μm),天津津腾公司;一次性使用无菌注射器(1 mL),河南曙光健士医疗器械集团股份有限公司;制备级全自动二维柱色谱分离平

台,郑州烟草研究院自研;膜分离系统,江苏凯米膜科技股份有限公司联合研发;R210 型旋转蒸发器,瑞士 Büchi 公司。50 nm 陶瓷膜、50 kDa 卷式有机膜、5 nm 陶瓷膜、1 kDa 卷式有机膜、反渗透膜,南京工业大学膜科学技术研究所。

1.3 实验方法

1.3.1 烟草提取物制备 将废弃烟叶粉碎后置于萃取罐中,向萃取罐内加入一定量的蒸馏水,分别以 30%(若无特指,百分数均指体积分数)乙醇、50%乙醇、70%乙醇、95%乙醇作为萃取溶剂,控制烟末与各萃取溶液质量比均为 1:10,提取温度为 80 $^{\circ}\text{C}$,提取时间为 3 h。提取结束后,上清液经减压浓缩至相对密度为 1.2,获得烟草提取物。

1.3.2 烟草提取物的多级膜分离 使用蒸馏水将烟草提取物配制成质量分数为 10%的溶液,依次使用 50 nm 陶瓷膜、50 kDa 卷式有机膜、5 nm 陶瓷膜、1 kDa 卷式有机膜进行分离,每级膜分离的透过液作为下一级膜分离的分离对象,收集每级分离所得截留液。使用反渗透对最后一级膜分离透过液进行浓缩,收集反渗透截留液。具体精细化加工流程如图 1 所示。

1.3.3 烟草提取物的二维柱色谱分离 使用制备级全自动二维色谱分离平台对 35 mL 烟草提取物反渗透截留液进行柱色谱分离。一维柱色谱尺寸为 50 mm $\times$ 400 mm,填料为葡聚糖凝胶,洗脱剂为蒸馏水,流速为 8 mL/min,洗脱时间为 200 min,紫外检测波长分别为 230 nm 和 280 nm。一维柱色谱分离在 0~49 min、49~82 min、82~120 min、120~200 min 时间段的流出液分别进入 4 根捕集柱,捕集柱尺寸为 26 mm $\times$ 200 mm,填料为反向硅胶。捕集过程中收集捕集柱流出液,完成捕集后,使用 10%~90%的乙醇梯度(乙醇体积占比每分钟匀速增加 0.8%)洗脱捕集柱,所得洗脱液分别进入第二维柱色谱进行分离。

第二维色谱柱尺寸为 20 mm $\times$ 460 mm,填料为反向硅胶,二维分离时间为 100 min,采用试管收集分离流份,每根试管收集 15 mL,紫外检测波长分别为 230 nm 和 280 nm。依据第二维柱色谱紫外吸接收信号,将隶属于同一紫外吸收峰下的流份合

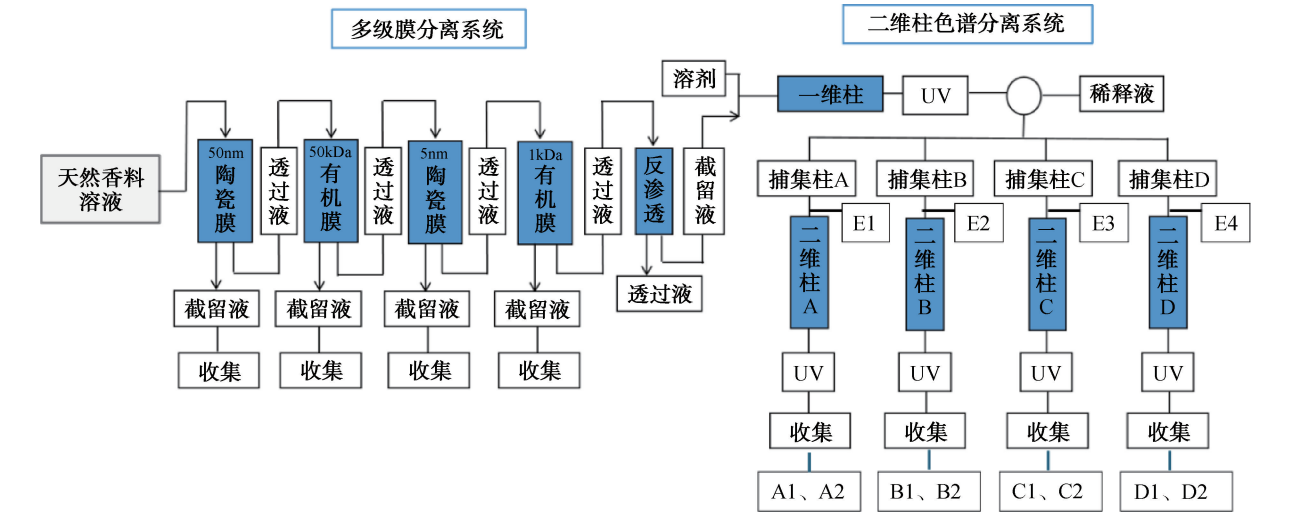


图 1 烟草提取物精细化加工流程图

Fig. 1 Flow chart of the refined processing of the tobacco extract

并为一组,将无紫外吸收的连续流份合并为另一组。

1.3.4 分离样品产率计算 将4级膜分离截留液及合并后的二维分离流份置于40℃条件下减压蒸馏至1/10,通过冷冻干燥除去剩余溶剂,分离样品的产率按照下式计算:

$$\text{产率} = \frac{\text{组群干物质质量}}{\text{烟草提取物上样质量}} \times 100\%$$

1.3.5 烟草提取物及其分离样品感官评价 用蒸馏水将烟草提取物或分离获得的各组群样品溶解成质量分数为10%的溶液,用自动加香注射仪将各组群溶液以10 μg/g的用量加入参比卷烟中,在温度(22±1)℃、相对湿度(60±2)%的环境条件下密封保存48 h,备用。

依据《卷烟 中式卷烟风格感官评价方法》(YC/T 497—2014)^[16]中的方法对加香注射后的参比卷烟进行感官评价,每0.5分为一个计分单位。感官评价团队由10位具有省级及省级以上卷烟评委资质的评价人员组成,感官评价结果取得分平均值。

1.3.6 特色风味组群重组 通过四因素三水平正交试验进行特色风味组群重组实验,具体重组方案见表1。以分离组群在参比卷烟上的用量为基础,采用双重黄金分割法设定各特色风味组群的用量,将重组获得的9种产品注射到参比卷烟中,依据1.3.5中的方法进行感官评价。

1.3.7 重组产品热裂解分析 热裂解条件:裂解温

表 1 烟草提取物特色风味组群重组方案

Table 1 Recombination plan of the characteristic flavor groups of tobacco extract

产品编号	特色风味组群比例			
	5 nm	A1	C1	E2
1	1.00	1.00	1.00	1.00
2	6.67	2.53	1.00	2.53
3	6.67	1.00	2.53	1.00
4	2.53	6.67	1.00	1.00
5	2.53	2.53	2.53	6.67
6	2.53	1.00	6.67	2.53
7	1.00	6.67	2.53	2.53
8	1.00	2.53	6.67	1.00
9	1.00	1.00	1.00	6.67

度为900℃;裂解时间为0.2 min;连接口温度为280℃;样品进样量为1 μL。

GC条件:DB-5MS毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);载气为He;柱流量为1 mL/min;进样口温度为250℃;进样模式为直接进样,分流比为50:1;程序升温为40℃保持3 min,以10℃/min的速率升温至240℃,再以20℃/min的速率升温至280℃,保持15 min。

MS条件:传输线温度为250℃;电离方式为EI;离子源温度为230℃;四极杆温度为150℃;电离能量为70 eV;扫描模式为全扫描;质量扫描范围(z/m)为29~450 amu;溶剂延迟时间为3 min。

依据目标物出峰面积占比计算目标物的质量分数。

1.4 数据处理与分析

采用 Origin 2019 软件进行常规数据统计分析; 利用 Agilent MSD 工作站进行 GC-MS 分析。

2 结果与讨论

2.1 烟草提取物制备结果分析

不同溶剂提取废弃烟叶的产率不同,其中水提烟草提取物的产率最高,为 74.1%;随着溶剂中乙醇体积分数(依次为 30%、50%、70%和 95%)的升高,提取物产率呈下降(依次为 62.9%、57.8%、46.8%和 35.7%)趋势,水提获得的产率约为 95%乙醇提取产率的 2 倍。

不同烟草提取物在卷烟中的感官评价结果如图 2 所示。由图 2 可知,不同烟草提取物在卷烟上的抽吸感受不同。水提烟草提取物在提高卷烟香气、丰富性、烤烟烟香、烘焙香和甜香方面的综合表现较好。95%乙醇提取获得的烟草提取物虽然在掩盖杂气和改善舒适性方面有较明显的贡献,但在提升香气和丰富性方面贡献不明显,且对烟气浓度有较明显的负面作用,而 50%乙醇提取获得的烟草提取物在各方面虽有细微的提升作用,但整体对卷烟感官品质的贡献不如水提烟草提取物。因此,选定水提烟草提取物为后续的精细化加工对象。

2.2 烟草提取物特色风味组群分离结果分析

烟草提取物膜分离及二维柱色谱分离组群产率见表 2。由表 2 可知,烟草提取物膜分离及二维柱色谱分离组群的总产率为 64.77%,其中膜分离产率为 45.22%,柱色谱产率为 19.55%。烟草提取物经多级膜分离共获得了 4 级截留液样品,其中 1 kDa 截留液产率最高,为 14.67%。最后一级膜分离透过液经反渗透浓缩后进入二维柱色谱分离系统,经第一维柱色谱分离获得的流份依据其紫外吸收情况(见图 3a))共划分为 4 段,分别进入第二维

表 2 烟草提取物膜分离及二维柱色谱分离组群产率

Table 2 Yields of the groups of tobacco extract separated by membrane technology and two-dimensional column chromatography %			
组群编号	产率	组群编号	产率
50 nm 截留液	12.25	C1	2.76
50 kDa 截留液	5.04	C2	0.24
5 nm 截留液	13.26	D1	0.38
1 kDa 截留液	14.67	D2	0.33
A1	2.82	E1	3.22
A2	0.32	E2	5.91
B1	2.43	E3	0.32
B2	0.82	E4	—

注:A1、A2、B1、B2、C1、C2、D1、D2 分别代表经图 2 中的二维柱 A、B、C、D 分离获得的组群;E1—E4 分别对应图 2 中捕集柱 A—D 的流出组群;—代表得率较低,无法计算出准确值。

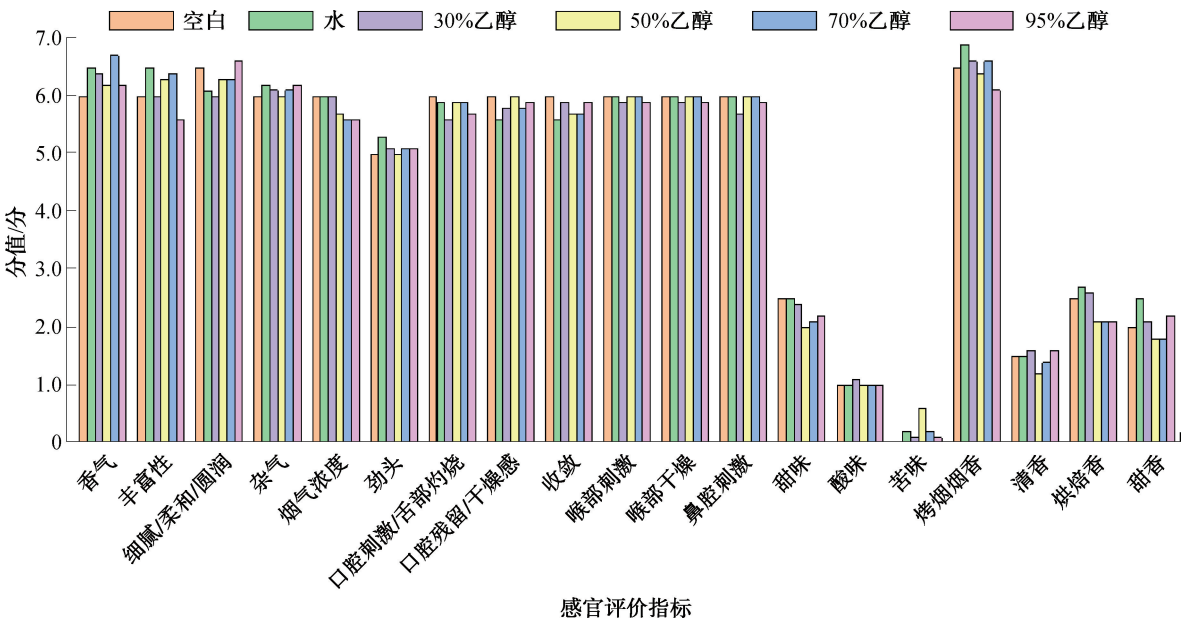


图 2 烟草提取物的感官评价结果

Fig. 2 Sensory evaluation results of the tobacco extracts

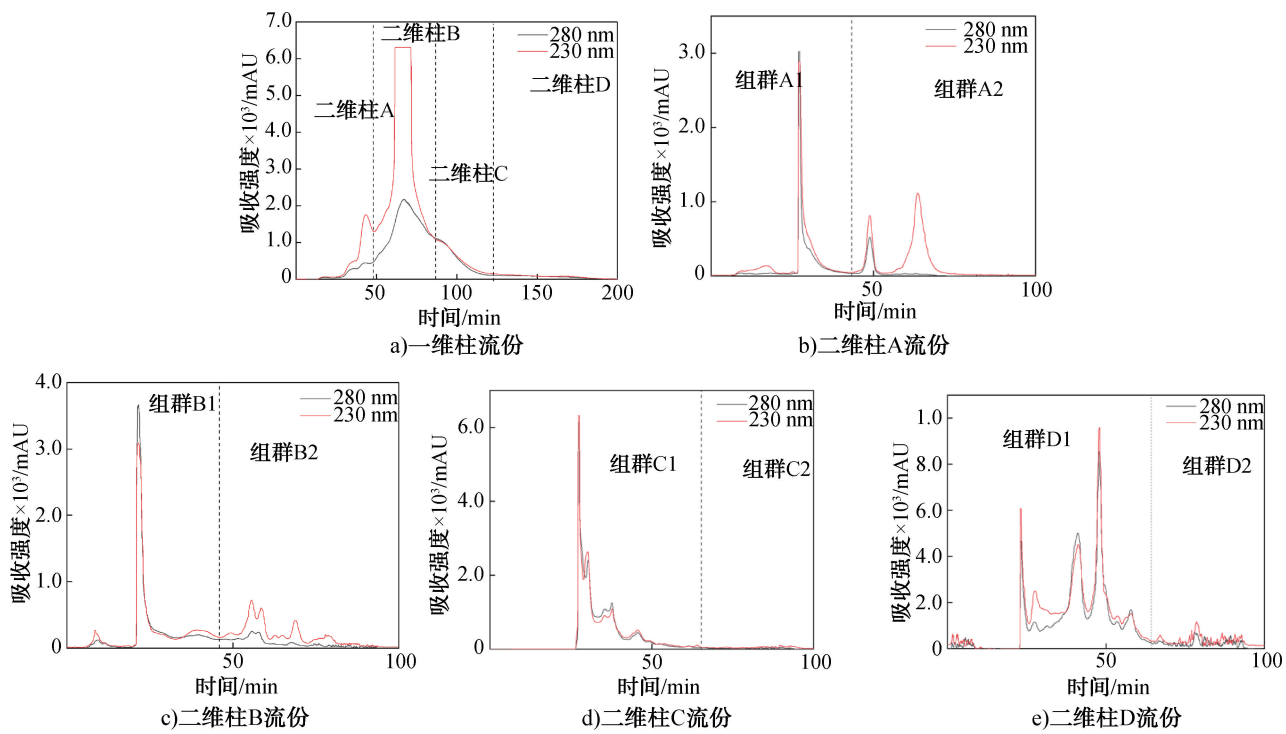


图 3 烟草提取物二维柱色谱分离流份的紫外吸收光谱

Fig. 3 UV absorption spectra of the fractions of tobacco extract separated by two-dimensional column chromatography

色谱柱,进行进一步的分离。依据紫外吸收情况将第二维柱色谱分离流份划分为 8 个组群,连同捕集柱的流出液(E1—E4)共获得 12 个组群。不同组群间产率差异明显,其中 E2 组群的产率最高,E4 组群中成分较少,无法计算出准确产率。

对烟草提取物精加工获得的样品进行了感官评价,结果见表 3。考虑到生产成本,产率过低的组群 E4 不再进行评价。由表 3 可知,烟草提取物经膜分离及柱色谱分离获得的组群间感官作用差异较大,且优劣区分明显。其中 5 nm 截留液加香后卷烟烟气烤烟烟香、烘焙香、甜香突出,香气整体明显提升;组群 A1 加香后卷烟烟气细腻柔和且圆润,烤烟烟香、清香突出;组群 C1 加香后卷烟烟气能够显著增强甜味、烘焙香,同时有效提高烤烟烟香;组群 E2 加香后卷烟烟气甜味突出,还能有效提升烤烟烟香。然而,其余各组群,如 1 kDa 截留液、E4 等,不同程度地增加了参比卷烟的刺激性、残留感和杂气;而 50 kDa 截留液、C3 等则降低了参比卷烟的香气、丰富性等负面感官特征。因此,将 5 nm 膜分离截留液及 A1、C1、E2 组群确定为烟草提取物的特色风味组群。通过多级膜分离和二维柱色谱分离,获得了 4 种感官特征各异且整体感官效果良好的烟草提取物特色风味组群,这显著提升了卷烟调香香料

使用的自由度。

2.3 特色风味组群重组样品感官评价结果分析

将烟草提取物的 4 个特色风味组群以不同比例进行重组,共得到 9 种重组样品,感官评价结果如图 4 所示。由图 4 可知,1[#]重组样品的烤烟烟香、清香、烘焙香提升明显,相较于空白卷烟提升了 0.5 分;甜香显著增加,提升了 1.0 分,同时细腻柔和圆润感明显增强,杂气明显降低。2[#]重组样品的清香、烘焙香、甜香及细腻柔和圆润感和杂气指标评分与 1[#]重组样品一致,此外,2[#]重组样品的烤烟烟香更突出,提升了 0.8 分,且明显提升了空白卷烟的香气与丰富性。3[#]和 4[#]重组样品的刺激性有所提升,烤烟烟香、甜香等指标改善不明显;5[#]及 7[#]—9[#]重组样品的香气或丰富性特征有所降低;6[#]样品虽然烤烟烟香、烘焙香和甜香有明显提升,但却降低了空白卷烟的香气。

由此可知,通过将烟草提取物不同特色风味组群进行组合,能够获得感官特征各异的重组样品。进一步筛选后,能够获得整体感官表现较好且个性特征增强的香料。通过进一步优化组合方式,可以获得更多元化的重组样品,以满足多样化的卷烟调香需求,这种特色风味组群的制备与重组技术也可为其他烟用天然香料的精细化加工提供思路借鉴。

表 3 烟草提取物膜分离及柱色谱分离样品感官评价结果

Table 3 Sensory evaluation results of the tobacco extract products separated by membrane technology and column chromatography from the tobacco extract															
感官评价 指标	50 nm 截留液	50 kDa 截留液	5 nm 截留液	1 kDa 截留液	A1	A2	B1	B2	C1	C2	D1	D2	E1	E2	E3
香气	6.5	5.5	7.0	5.0	6.4	6.0	6.4	6.1	6.8	5.6	6.0	5.5	6.0	6.4	5.2
丰富性	6.0	5.6	6.5	5.0	6.4	6.0	6.4	6.2	6.6	5.8	5.9	5.8	6.0	6.4	5.3
细腻/柔和/圆润	6.0	6.3	6.5	6.4	6.9	6.9	6.7	6.4	6.6	6.3	6.3	6.3	6.4	6.5	6.3
杂气	6.2	6.0	6.4	6.0	6.4	6.1	6.1	6.0	6.3	5.7	6.0	5.8	6.0	6.4	6.0
烟气浓度	6.0	5.5	6.0	5.7	6.0	6.0	5.6	5.9	6.0	5.8	6.0	6.0	6.0	6.0	5.9
劲头	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.1	5.3	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0
口腔刺激/舌部灼烧	5.4	5.9	6.0	5.4	6.0	6.3	6.2	6.0	6.0	5.5	5.6	5.7	5.8	6.0	5.8
口腔残留/干燥感	5.8	6.0	6.0	5.8	6.0	6.3	6.1	5.6	5.9	5.9	5.8	5.8	5.8	6.0	5.8
收敛	6.0	5.7	5.5	5.8	6.0	6.0	6.1	5.6	5.9	5.8	6.0	5.8	5.8	6.0	5.8
喉部刺激	5.9	6.0	6.1	6.0	6.0	6.1	6.0	6.0	6.0	6.0	5.8	5.8	5.9	6.0	5.8
喉部干燥	6.0	6.0	6.0	5.9	6.0	6.1	6.0	6.0	6.0	6.0	5.9	5.9	6.0	6.0	6.0
鼻腔刺激	5.8	6.0	6.0	5.7	6.0	6.1	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	5.8	6.0	6.0	5.8
甜味	2.8	2.0	2.6	2.2	2.5	2.5	2.5	2.5	2.9	2.3	2.5	2.5	2.5	2.9	2.3
酸味	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.4	1.2	1.3	1.0	1.0	1.0	1.1	1.0	1.1
苦味	0.1	0.7	0.0	0.2	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
烤烟烟香	6.5	6.4	7.0	5.8	6.9	6.5	6.5	6.5	6.8	6.4	6.5	6.5	6.5	6.9	6.3
晾晒烟烟香	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.3
清香	1.5	1.0	1.4	1.0	1.8	1.5	1.5	1.5	1.4	1.3	1.8	1.6	1.5	1.4	1.3
果香	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	1.1	0.0	0.0	0.0	0.0	0.2	0.0	0.0
烘焙香	2.5	2.0	3.0	1.8	2.1	2.3	2.5	2.4	2.9	2.3	2.4	2.4	2.5	2.7	2.3
甜香	3.0	1.6	3.0	1.7	2.8	2.0	2.2	2.1	2.8	2.0	2.1	2.0	2.1	2.5	1.8

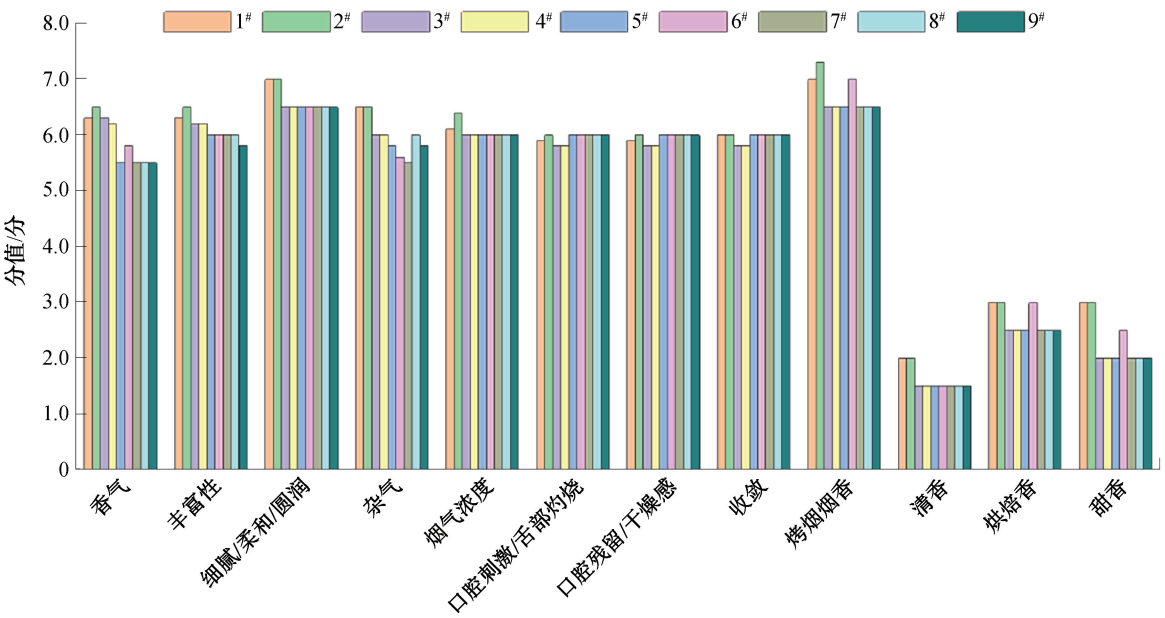


图 4 烟草提取物特色风味组群重组样品感官评价结果

Fig. 4 Sensory evaluation results of the recombination products of characteristic groups separated from the tobacco extract

2.4 特色风味组群重组样品热裂解分析

为从物质基础构成的角度进一步理解重组产品在卷烟上的感官表现,对两种优选的 1[#]和 2[#]重组样品进行了热裂解分析,结果见表 4。由表 4 可知,共检出 60 种裂解产物,从化合物结构上来看,杂环类及芳香族化合物占比较高,前者共计 28 种,包含吡啶、哌嗪、吡咯、吡啶等,后者共计 37 种,包含苯乙

烯、苯酚、喹啉等。总体来看,烟碱的含量占比最高,在 1[#]和 2[#]重组样品中分别占比 19.32%和 32.53%。除烟碱外,1[#]重组样品中大部分成分的热裂解产物相对含量均高于较 2[#]重组样品,如环戊酮、2-甲基吡啶、2-甲基哌嗪。这些裂解产物的香气类型丰富多样,包括甜香(如甲苯、2-甲基吡啶)、坚果香(如 2-甲基哌嗪、2,6-二甲基吡啶)、清香

表 4 1[#]和 2[#]重组产品 Py-GC-MS 分析结果
Table 4 Py-GC-MS analysis results of the 1[#] and 2[#] recombination products

化合物名称	香气描述	相对含量/%		化合物名称	香气描述	相对含量/%	
		1 [#]	2 [#]			1 [#]	2 [#]
吡啶	酸腐的鱼胺,特殊气味	0.25	0.15	乙酸苯酯	海狸香,木质、烟熏	0.71	0.85
环戊酮	醚类、薄荷味	0.34	0.25	邻甲基苯腈	/	0.45	0.42
甲苯	甜蜜的	0.14	0.13	对甲基苯酚	水仙、动物、含羞草、酚类气味	1.87	1.60
2-甲基吡啶	甜蜜的,强烈不愉快的吡啶气味	1.71	1.54	对甲苯腈	/	0.29	0.32
2-甲基哌嗪	坚果、可可、烤巧克力、花生、清香	0.18	0.13	吡啶	/	0.30	0.30
2-环戊烯酮	/	0.36	0.22	苯乙腈	/	0.22	0.18
3-甲基吡咯	/	1.37	1.6	2-甲基茛	/	0.92	0.81
2-甲基吡咯	/	0.82	0.91	1-甲基茛	/	0.48	0.75
乙基苯	有芳香气味	5.13	4.94	奥昔菊环	茶的气味	0.10	0.31
对二甲苯	/	1.15	1.54	间甲酚	木质皮革味	0.74	0.46
2,6-二甲基吡啶	坚果、胺木质、面包、可可油	0.16	0.25	1,4-二羟基萘	/	0.15	0.21
苯乙烯	甜香脂花塑料,有特殊香气	3.75	3.85	萘	辛辣	2.54	2.39
2-乙基吡啶	绿色的草地上	0.55	0.52	2-甲基-7-氮杂吡啶	/	0.30	0.44
γ-丁内酯	奶油、油脂、焦糖	0.17	0.15	喹啉	药用、发霉、烟草、橡胶土	1.96	1.77
2,6-二甲基吡啶	可可、烤坚果烤牛肉咖啡、炒花生	0.05	0.10	异喹啉	香脂、草药、苯甲醛、茴香	0.36	0.25
2,5-二甲基吡咯	/	0.15	0.14	吡啶	动物花蛾球粪便茶	3.18	2.60
3-乙基-1H-吡咯	/	0.18	0.16	2-甲基萘	甜花木本	1.26	1.17
2-乙基吡啶	/	0.75	0.49	2-甲基喹啉	/	0.24	0.18
2,3-二甲基吡啶	/	0.34	0.34	α-甲基萘	茶化学药用樟脑	1.21	0.82
3-甲基吡啶	清香、泥土榛子	0.48	0.49	烟碱	/	19.32	32.53
3-乙基吡啶	烟草味,皮革气味	1.44	1.16	联苯	刺鼻的玫瑰绿色天竺葵	0.37	0.27
2-乙基甲苯	/	0.81	0.44	4-甲基吡啶	/	0.93	0.71
3-乙基吡啶	/	7.06	5.15	2-甲基吡啶	动物吡啶、比粪臭素更新鲜,没有粪便气味	0.54	0.44
苯酚	酚醛塑料橡胶,甜的医药的气味	3.89	3.66	麦司明	/	0.70	0.54
α-甲基苯乙烯	/	0.31	0.33	2,7-二甲基萘	/	0.59	0.40
苯甲腈	杏仁样气味	1.46	1.53	2-乙基萘	/	0.21	0.16
3-甲基苯乙烯	/	1.55	1.57	联苯烯	/	0.96	0.58
3-氰基吡啶	/	2.55	2.06	二烯烟碱	/	10.04	10.52
茛	/	2.31	2.14	1-萘甲腈	/	0.28	0.30
邻甲酚	发霉的酚醛塑料味,药用草本气味,皮革质气味	0.61	0.51	2,3-联吡啶	/	0.85	0.90

注:香气描述栏信息来自 <http://perflavory.com/> 及 <https://www.chemicalbook.com/>, 其中/表示未查询到香气特征信息。

(如 2-乙基吡啶、3-甲基吡啶)、烟熏香(如 3-乙基吡啶、乙酸苯酯)、皮革气味(如邻甲酚、间甲酚)、药香(如喹啉、异喹啉)等多种类型,这些成分对参比卷烟的清香、烘焙香、甜香等指标有直接贡献。此外,具有甜香特征的成分含量相对较高,如 2-甲基吡啶、苯乙烯、苯酚、2-甲基萘的相对含量均超过 1%,这可能是 1[#]和 2[#]重组样品甜香特征突出的主要原因。

3 结论

本文利用溶剂萃取法对废弃烟叶进行提取获得烟草提取物,通过对比不同提取溶剂的提取产率和提取物感官评价结果,最终确定水提物作为精细化加工的对象。经四级膜分离及二维柱色谱分离共获得 16 个组群,感官评价结果表明,膜分离 5 nm 截留液和柱色谱分离的 A1、C1、E2 组群风格特征突出,感官评价结果较好,被确定为烟草提取物的特色风味组群。在此基础上,开展了特色风味组群间的重组实验,获得了两种能够提高卷烟烤烟烟香、烘焙香、清香、甜香等特征且整体感官评价结果较好的重组样品。对重组样品进行了 Py-GC-MS 分析,共鉴定出 60 种化合物,其中以杂环类及芳香族化合物为主,包含甜香、清香、坚果香等多种香气类型。值得注意的是,具有甜香特征的成分含量相对较高,这可能是重组样品甜香特征突出的主要原因。本研究为利用废弃烟叶资源制备高品质、多元化的烟草提取物提供了技术参考。

参考文献:

[1] 王中山,赵静宜,杨正军,等. 制丝加工过程烟叶损耗监控模型的建立及应用[J]. 农产品加工,2022(6):76-78,87.
[2] 谷彦岭,陈治妍,张长安,等. 废弃烟草同时提取烟碱及制备浸膏的研究[J]. 农产品加工,2022(5):20-23.

[3] 陈芊如,孟娜,马斯琦,等. 烟草废弃物资源综合利用研究进展[J]. 江西农业学报,2024,36(1):146-153.
[4] 朱垌榕,陈飞龙,赵伦旭,等. 废弃烟叶分段式提取制备特色烟用香料[J]. 香料香精化妆品,2024(2):94-98.
[5] LI Y C,ZHOU J T,XU W L,et al. Key aroma components in Lu' an Guapian green tea with different aroma types from five tea tree varieties decoded by sensomics[J]. Food Bioscience,2024,61:104551.
[6] WANG L H,QIAO K N,HUANG Y,et al. Optimization of beef broth processing technology and isolation and identification of flavor peptides by consecutive chromatography and LC-QTOF-MS/MS[J]. Food Science & Nutrition, 2020,8(8):4463-4471.
[7] HUANG Y,DUAN W,WANG L H,et al. Orthogonal optimization of beef stir-fried process followed by isolation and identification of the umami peptides by consecutive chromatography and LC-Q-TOF/MS[J]. International Journal of Food Properties,2019,22(1):1773-1785.
[8] LU Q,QIU C H,ZHU J S,et al. Elucidation of key fatty aroma compound contributing to the hepatopancreas of Eriocheir sinensis using sensomics approach by GC-IMS and GC-MS-O[J]. Food Chemistry,2024,455:139904.
[9] JIANG L,SHEN S W,ZUO A T,et al. Unveiling the aromatic differences of low-salt Chinese horse bean-chili-paste using metabolomics and sensomics approaches[J]. Food Chemistry,2024,445:138746.
[10] 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.
[11] 曹珂,孙志涛,杨春强,等. 白肋烟提取物的分离及在卷烟中的应用[J]. 生物化工,2022,8(1):87-91.
[12] 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.
[13] 张启东,刘俊辉,柴国璧,等. 卷烟主流烟气颗粒物酸味成分感官导向分析[J]. 烟草科技,2019,52(11):30-40.
[14] 朱浩,柴国璧,迟广俊,等. 卷烟主流烟气烟熏香成分的感官导向分析[J]. 烟草科技,2017,50(1):41-49.
[15] 王丁众,张启东,刘俊辉,等. 烟气苦味成分的感官导向鉴定和液相色谱-高分辨质谱分析[J]. 质谱学报,2016,37(5):414-421.
[16] 国家烟草专卖局. 卷烟 中式卷烟风格感官评价方法:YC/T 497—2014[S].

Preparation of refined products of tobacco extracts based on membrane separation and column chromatography techniques

SHI Qingzhao¹,FAN Wu¹,REN Ruibing²,CHAI Guobi¹,ZHANG Wenlong²,
ZHANG Qidong¹,ZHANG Jianxun¹,LI Helin²

1. Zhengzhou Tobacco Research Institute of CNTC,Zhengzhou 450001,China;

2. Technology Research and Development Center, Jilin Tobacco Industrial Co., Ltd., Changchun 130000, China

Abstract: To make full use of discarded tobacco leaves and develop a diverse range of refined products, tobacco extract was prepared from discarded tobacco leaves by heating extraction with an ethanol aqueous solution. The tobacco extract was then refined using membrane separation and two-dimensional column chromatography techniques. We used sensory evaluation to screen out characteristic flavor groups with prominent style features and explored the recombination process among these characteristic flavor groups. Py-GC-MS was used to analyze the recombinant products. The results showed that the yield of tobacco extract obtained by heating extraction with an ethanol aqueous solution was the highest, and the overall sensory effect was good. A total of 16 groups were obtained through refining, among which the sensory effects of the 5 nm retentate from membrane separation and the A1, C1, and E2 fractions from column chromatography separation showed distinct characteristics, serving as the characteristic flavor groups of tobacco extracts. Among the recombinant samples, samples 1[#] and 2[#] could enhance the characteristics of tobacco aroma, baking aroma, light aroma, and sweet aroma of cigarettes, and have a good overall sensory effect. The pyrolysis products of recombinant samples 1[#] and 2[#] were mainly composed of heterocyclic and aromatic compounds, including sweet, light, nutty, and other aroma types.

Key words: cigarette; tobacco extract; characteristic aroma component group; recombination; sensory evaluation

[责任编辑:杨晓娟 贾学伟]

(上接第 100 页)

(Pro). The Maillard reactions of L-phenylalanine (Phe) and L-leucine (Leu) primarily occurred during the stem-drying stage, while no significant Maillard reactions occurred throughout the entire curing stage for L-proline (Pro). The products generated by the three amino acids during the curing stage were distinctly different. The main products of L-leucine (Leu) were isoamyl-substituted pyrazines, while those of L-phenylalanine (Phe) were various aromatic aldehydes and ketones, and no relevant products were detected for L-proline (Pro). The established model reaction system allows for the simple and effective characterization of the stages and intensity of Maillard reactions of different amino acids during tobacco leaf curing through changes in absorbance, which holds significant application value for optimizing tobacco leaf curing processes.

Key words: Maillard model reaction; tobacco flue-curing process; reaction rule; Maillard reaction products; amino acid

[责任编辑:杨晓娟 贾学伟]