

晒烟提取物在低焦油卷烟香气补偿中的应用研究

曾晓鹰¹ 李成斌² 李仙² 任周阳² 陈岭峰²

(1. 昆明卷烟厂技术中心, 昆明 650202)

(2. 云南瑞升科技有限公司, 昆明 650106)

摘要: 利用8种不同地区、不同等级的晒烟按一定的比例进行搭配组合成A[#]、B[#]两个晒烟叶组制备用于低焦油卷烟香气补偿的晒烟提取物, 该组提取物具有典型晒烟特征香气和陈烟香味, 无论从外观特征还是香味特征均优于进口90[#]同类产品。通过低焦油卷烟成品丝加香评吸, 具有丰富烟香、增加甜润感和细腻性、提高香气质的作用。

关键词: 晒烟提取物 GC-MS 香气成分 低焦油卷烟 香气补偿

随着中式低焦油卷烟的发展, 卷烟叶组配方中膨丝、梗丝和薄片的使用率增加, 作为卷烟制造核心技术之一的香精香料研究已提升到一个新的更高的技术层面, 尤其是对低焦油卷烟的香气补偿技术研究更加突出。晒烟具有独特的吸味和香气特征, 在烤烟型卷烟的叶组配方中可用来增香和改进吸味, 但目前大多数晒烟存在烟气粗糙, 劲头过大, 地方性气息较重, 影响其在卷烟叶组中的使用效果。

作者通过晒烟叶组搭配制备特殊的晒烟提取物, 将其用于低焦油卷烟加香应用, 不仅使低焦油卷烟的香气得到补偿, 而且克服了普通晒烟在卷烟配方中存在的烟气粗糙, 劲头过大, 地方性气息较重等不足, 并利用GC-MS分析技术对该晒烟提取物的香气成分分析研究, 为实现加香加料与原料、工艺、产品内在质量的有机结合, 以及加强低焦油卷烟的香气补偿技术研究进行了有益探索。

1 材料与设备

1.1 材料与试剂

来源于不同产地、不同等级的晒烟片, 分别标号为1[#]晒烟片, 2[#]晒烟片, 3[#]晒烟片, 4[#]晒烟片, 5[#]晒烟片, 6[#]晒烟片, 7[#]晒烟片, 8[#]晒烟片。

晒烟提取物90[#] (进口), 常规化学试剂, 焦油含量为12mg的烤烟型卷烟成品烟丝。

1.2 仪器与设备

SHZ-3型循环水真空泵; DL302型调温调湿箱; GC/MS (FINNIGAN TOP 8000/VOYAGER) 仪; 同时蒸馏萃取器; BUCHIR-3000型旋转蒸发仪。

2 方法

2.1 晒烟提取物的制备

按比例 (见表1) 将所选晒烟片进行搭配组合后, 加入10倍95%乙醇热回流两次, 每次回流2h, 合并滤液, 静置过夜, 取上清液减压浓缩至相对密度为1.1800±0.0050的膏体, 即为晒烟提取物。

表1 晒烟叶组配方

晒烟	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]	6 [#]	7 [#]	8 [#]
A	20%	10%	15%	20%	15%	20%	/	/
B	20%	10%	10%	15%	10%	15%	10%	10%

2.2 香气成分收集

分别取A[#]、B[#]、90[#]晒烟提取物25g放入同时蒸馏萃取装置一端的500ml圆底烧瓶中, 加入250ml蒸馏水, 用

电热套加热；装置的另一端为盛25ml二氯甲烷的100ml圆底烧瓶，在60℃下水浴加热，同时蒸馏萃取3h。二氯甲烷萃取液用无水硫酸钠干燥，置于4℃过夜，过滤，滤液倒入浓缩瓶中用Vigreux柱浓缩至约1ml，浓缩液用于GC-MS分析。

2.3 GC/MS分析条件

仪器：GC/MS (FINNIGAN TOP 8000/VOYAGER)，毛细管柱：HP-5MS (60M×0.32mm×0.25um)，进样温度：240℃，载气：He，流速：1ml/min，GC/MS接口温度：280℃，质谱扫描范围：35-455aum，离子源：EI源，电子能量：70ev。

通过检索WILEY、NIST谱图库，并结合标准质谱图和有关文献,确定挥发性成分。并用色谱峰面积归一化法定量计算得各挥发性成分在挥发油中的相对百分含量。

2.4 卷烟加香应用

将A[#]、B[#]和90[#]三种晒烟提取物分别按烟丝质量的0.001%添加于低焦油烤烟型卷烟成品烟丝上，平衡水分后制成卷烟进行对比评吸，选取效果较好的晒烟提取物再按0.00025%、0.0005%、0.001%、0.002%用量以加香方式分别添加于该低焦油卷烟成品烟丝上，平衡水分后制成卷烟进行对比评吸。

3 结果

3.1 晒烟提取物香味特征

晒烟提取物的香味特征及外观状态比较，见表2。

表2 晒烟提取物的香味特征及外观状态

样品	外观状态	香味特征
90 [#]	棕色膏体，流动性较差。	典型晒烟特征香气，但青气较重。
A [#]	深棕色膏体，流动性较好。	典型晒烟特征香气，陈烟香较浓。
B [#]	深棕色膏体，流动性较好。	典型晒烟特征香气，陈烟香较浓，略有青气。

从表2可知，三种晒烟提取物均具有典型晒烟特征香气，A[#]、B[#]无论从外观特征还是香味特征均优于90[#]。

3.2 晒烟提取物总离子流色谱图

三种晒烟提取物90[#]、A[#]、B[#]的总离子流色谱图分别见图1、图2、图3。

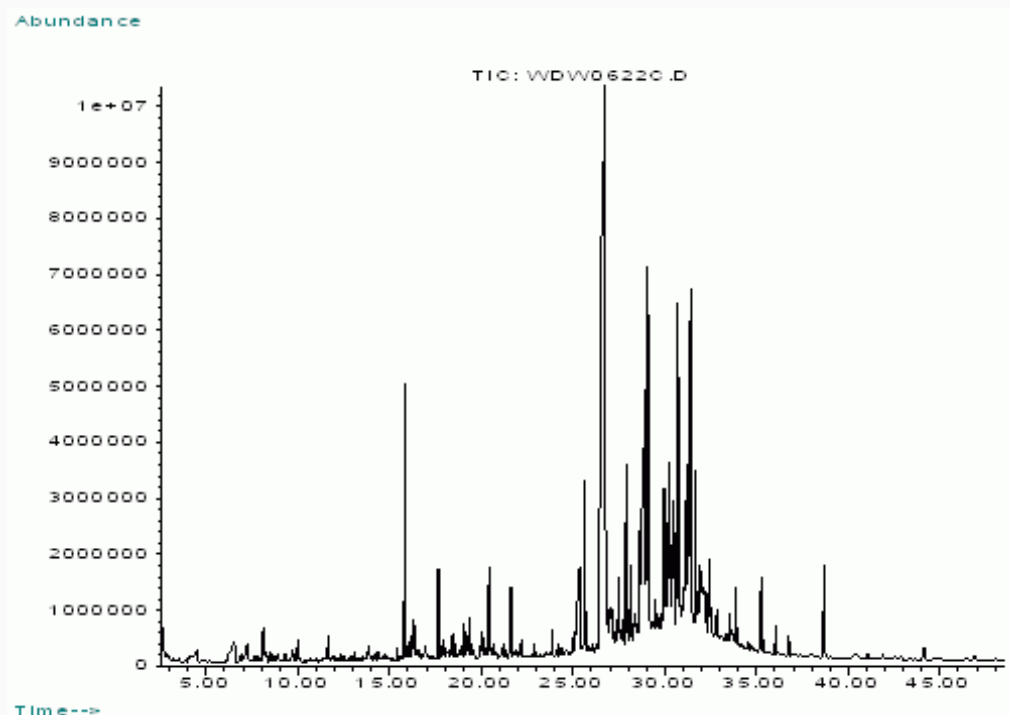


图1 晒烟提取物90[#]总离子流图

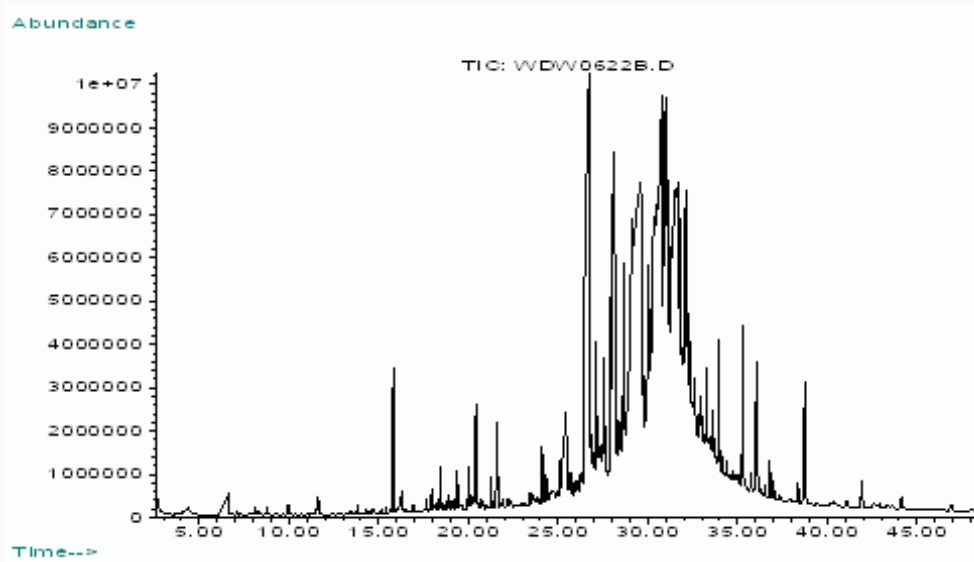


图2 晒烟提取物A#总离子流图

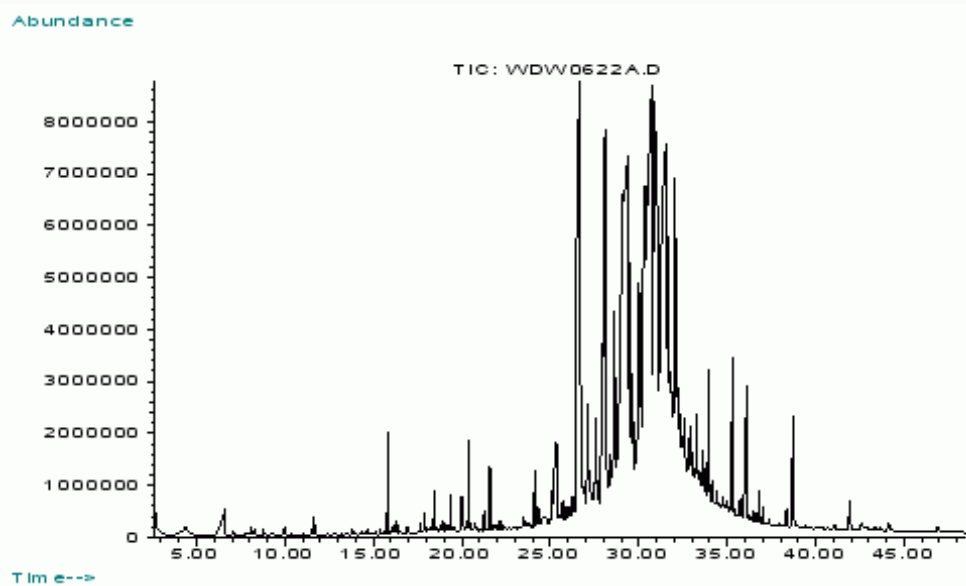


图3 晒烟提取物B#总离子流图

3.3 香味成分分析

GC/MS分离鉴定出的挥发性香味化合物见表3。

表3 三种晒烟提取物挥发性香味化合物分析结果

	化合物	相对百分比		
		90#	A#	B#
1	糠醛 3-Furaldehyde	0.07	0.13	0.09
2	2-甲基丁酸 2-methyl-Butanoic acid	—	0.13	1.45
3	3-甲基戊酸 3-methyl-Pentanoic acid	2.11	6.25	3.82
4	6-甲基-5-庚烯-2-酮 6-methyl-5-hepten-2-one	0.32	0.13	0.09
5	己酸 Hexanoic acid	0.71	0.38	—
6	二氢-3,5-二甲基-2(3H)-呋喃酮 Dihydro-3,5-dimethyl-2(3H)-Furanone	—	0.13	0.09
7	1-甲基-3-(1-甲基乙基)-苯 1-methyl-3-(1-methylethyl)-benzene	—	0.25	—
8	苯甲醇 Benzyl alcohol	0.18	0.63	0.36
9	苯乙醛 Benzeneacetaldehyde	0.14	0.50	0.27
10	乙酰丙酸乙酯 4-oxo-Pentanoic acid ethyl ester	0.21	—	—
11	2-乙酰基吡咯 1-(1H-pyrrol-2-yl)-Ethanone	—	0.50	0.36

12	4-(1,1-二甲基乙基)-吡啶	4-(1,1-dimethylethyl)-Pyridine	0.39	0.38	0.27
13	6-甲基-3,5-庚二烯-2-酮	6-methyl-3,5-heptadiene-2-one	0.54	—	—
14	苯乙醇	Phenylethyl alcohol	0.57	0.88	0.55
15	1-甲基-1H-吡咯-2-甲醛	1-methyl-1H-pyrrole-2-carboxaldehyde	0.14	0.13	0.09
16	安息香酸乙酯	Benzoic acid ethyl ester	0.11	—	—
17	烟酸乙酯	3-Pyridinecarboxylic acid ethyl ester	0.21	—	—
18	2,3-二氢苯并呋喃	2,3-dihydrobenzofuran	0.14	0.13	0.09
19	4-甲基-3-乙基-1H-吡咯-2,5-二酮	3-ethyl-4-methyl-1H-Pyrrole-2,5-dione	0.21	0.13	0.09
20	苯乙酸乙酯	Benzeneacetic acid ethyl ester	0.32	—	—
21	苯乙酸	Benzeneacetic acid	0.18	0.38	0.18
22	壬酸	Nonanoic acid	0.75	0.50	0.45
23	1-甲氧基-4-(2-丙稀基)-苯	1-methoxy-4-(2-propenyl)-Benzene	0.29	—	—
24	壬酸乙酯	Nonanoic acid ethyl ester	0.29	—	—
25	吲哚	Indole	0.43	0.25	0.27
26	茄酮	8-methyl-5-(1-methylethyl)-6,8-Nonadien-2-one	5.79	3.88	3.45
27	癸酸	Decanoic acid	0.86	0.13	—
28	β -大马酮	1-(2-6-6-trimethyl)-2-buten-1-one	2.46	0.38	1.00
29	香叶基丙酮	6,10-dimethyl-5-9-Undecadien-2-one	1.54	0.50	0.64
30	二氢猕猴桃内酯	5-6-7-7a-tetrmethyl-2(4H)-Benzofuranone	1.32	1.38	1.91
31	巨豆三烯酮 A	Megastigmatrienone A	1.36	1.63	1.91
32	月桂酸	Dodecanoic acid	1.07	0.63	1.18
33	巨豆三烯酮 B	Megastigmatrienone B	2.61	5.13	5.27
34	月桂酸乙酯	Dodecanoic acid ethyl ester	1.36	—	—
35	巨豆三烯酮 C	Megastigmatrienone C	1.07	1.50	2.00
36	巨豆三烯酮 D	Megastigmatrienone D	2.39	4.13	4.00
37	十三酸乙酯	Ethyl tridecanoate	0.32	—	—
38	十八醛	Octadecanal	1.18	—	—
39	十四酸甲酯	Methyl tetradecanoate	0.64	3.00	2.45
40	豆蔻酸	Tetradecanoic acid	6.43	14.25	13.09
41	豆蔻酸乙酯	Tetradecanoic acid ethyl ester	5.04	—	—
42	十五酸甲酯	Pentadecanoic acid methyl ester	1.11	58.13	4.09
43	新植二烯	2-6-6-trimethyl-Bicyclo[3.1.1]heptane	51.75	94.13	63.45
44	软脂酸甲酯	Hexadecanoic acid methyl ester	—	55.88	49.18
45	十五酸乙酯	Pentadecanoic acid ethyl ester	3.89	—	—
46	9,12,15-十八碳三烯-1-醇	9-12-15-Octadecatrien-1-ol	—	13.00	13.55
47	金合欢基丙酮 A	6,10-dimethyl-5-9-13-Pentadecatrien-2-one	6.11	12.00	8.18
48	软脂酸	Hexadecanoic acid	17.36	156.5	45.18
49	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	3.43	21.63	15.64
50	十七酸甲酯	Heptadecanoic acid methyl ester	—	18.00	—
51	软脂酸乙酯	Hexadecanoic acid ethyl ester	15.14	—	—
52	十七酸	Heptadecanoic acid	2.11	—	9.91
53	寸拜醇	Thunbergol	7.68	38.88	18.45
54	十七酸乙酯	Heptadecanoic acid ethyl ester	4.04	—	—
55	植醇	Phytol	9.57	34.50	25.18
56	亚麻酸甲酯	9,12,15-Octadecatrienoic acid methyl	9.82	105.9	104.7

	ester			
57	亚麻酸乙酯	9,12,15-Octadecatrienoic acid ethyl ester	17.93	89.00 43.00
58	硬脂酸甲酯	Octadecanoic acid methyl ester	—	53.38 36.18
59	硬脂酸乙酯	Octadecanoic acid ethyl ester	4.39	— —
60	硬脂酸	Octadecanoic acid	—	20.38 2.62
61	十九酸甲酯	Nonadecanoic acid methyl ester	—	20.00 —
62	二十酸甲酯	Eicosanoic acid methyl ester	—	10.13 8.55
63	二十一酸甲酯	Heneicosanoic acid methyl ester	—	5.13 3.27
64	二十二酸甲酯	Docosanoic acid methyl ester	—	4.38 3.55
65	二十三酸甲酯	Tricosanoic acid methyl ester	—	1.88 1.82
66	二十四酸甲酯	Tetracosanoic acid methyl ester	—	1.25 1.18
67	角鲨烯	Squalene	0.93	3.13 2.09
68	金合欢基丙酮 B	6,10-dimethyl-5,9,13-Pentadecatrien-2-one	1.25	1.50 1.45

注：表内相对峰面积百分比为该物质峰面积与内标物峰面积比值

从表3可知，90[#]、A[#]、B[#]三种晒烟提取物有亚麻酸甲酯、亚麻酸乙酯、糠醛、苯乙醛、茄酮、β-大马酮、二氢猕猴桃内酯、巨豆三烯酮、新植二烯、邻苯二甲酸二丁酯等35个相同香味成分。A[#]与90[#]相比较，新增加了二氢-3,5-二甲基-2(3H)-呋喃酮、十九酸甲酯、二十酸甲酯、二十一酸甲酯、二十二酸甲酯、二十三酸甲酯、二十四酸甲酯、9,12,15-十八碳三烯-1-醇等15个香味成分，减少了安息香酸乙酯、烟酸乙酯、壬酸乙酯、豆蔻酸乙酯、十七酸乙酯、硬脂酸乙酯、十八醛等16个香味成分。B[#]与90[#]相比较，新增加了二氢-3,5-二甲基-2(3H)-呋喃酮、9,12,15-十八碳三烯-1-醇、硬脂酸甲酯、二十酸甲酯、二十一酸甲酯、二十二酸甲酯、二十三酸甲酯、二十四酸甲酯等12个香味成分，减少了安息香酸乙酯、烟酸乙酯、壬酸乙酯、软脂酸乙酯、十七酸乙酯等17个香味成分。A[#]与B[#]相比较，有47个相同的香味成分，A[#]比B[#]多鉴定出己酸、1-甲基-3-(1-甲基乙基)-苯、癸酸、十七酸甲酯、十九酸甲酯等5个香味成分，未鉴定出十七酸这一香味成分。

3.4 卷烟加香评吸

将A[#]、B[#]和90[#]三种晒烟提取物分别按烟丝质量的0.001%添加于12mg低焦油烤烟型卷烟成品丝上，平衡水分后制成卷烟进行对比评吸，其评吸结果见表4。

表4 三种晒烟提取物加香试验对比评吸结果

提取物	评 吸 结 果
对照	香气略显平淡，口腔、鼻腔有明显干刺感，香气欠丰满，略粗糙。
90 [#]	丰富烟香，增加吸味的甜润感，显著降低刺激性（尤其是口腔和喉部的干刺感），提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸，对烤烟型的烤烟风格微有改变，微有青杂气。
A [#]	丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，显著提高香气质、降低刺激性（尤其是口腔和喉部的干刺感）、提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸。
B [#]	丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，效果略差于A [#] ，显著降低刺激性（尤其是口腔和喉部的干刺感），提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸。

从表4可知，A[#]、B[#]和90[#]三种晒烟提取物用于低焦油卷烟香味补偿，均能起到丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，显著提高香气质的作用，使用效果综合排序：A[#]>B[#]>90[#]>对照。选取低焦油卷烟香气补偿效果较好的A[#]晒烟提取物按0.00025%、0.0005%、0.001%、0.002%用量以加香方式分别添加于该低焦油卷烟成品丝上，平衡水分后制成卷烟进行对比评吸，其评吸结果见表5。

表5 晒烟提取物A[#]不同添加量加香试验对比评吸结果

用 量	评 吸 结 果
对 照	香气略显平淡，口腔、鼻腔有明显干刺感，香气欠丰满，略粗糙。
0.00025%	略增加吸味的甜润感和细腻感，能提高香气质、降低刺激性，提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸。

- 0.0005% 略丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，能提高香气质、降低刺激性（尤其是口腔和喉部的干刺感），提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸。
- 0.001% 丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，显著降低刺激性（尤其是口腔和喉部的干刺感），提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸。
- 0.002% 丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，显著降低刺激性（尤其是口腔和喉部的干刺感），提高抽吸的整体舒适性，使烟香更透发飘逸，对烤烟型的卷烟风格略有改变。
-

使用效果综合排序：0.001%组>0.0005%组>0.00025%组>0.002%组>对照，即用量为0.001%综合效果最好。

4 结论

利用8种不同地区、不同等级的晒烟按一定的比例进行搭配组合成A[#]、B[#]两组晒烟叶组，分别制备成晒烟提取物，与进口的90[#]晒烟提取物相比，均具有典型晒烟特征香气，而A[#]、B[#]具有陈烟香味，无论从外观特征还是香味特征均优于90[#]。利用SDE、GC/MS对三种晒烟提取物的香味成分分析比较，90[#]、A[#]、B[#]共有35个相同香味成分；A[#]比90[#]新增加了15个香味成分，减少了16个香味成分；B[#]比90[#]新增加了12个香味成分，减少了17个香味成分；A[#]与B[#]的香味成分基本一致，有47个相同的香味成分。

将A[#]、B[#]和90[#]三种晒烟提取物用于低焦油卷烟香味补偿，均优于对照，能起到丰富烟香，增加吸味的甜润感和细腻感，显著提高香气质的作用，在保持低焦油卷烟原有风格、增补香气的同时提高了卷烟抽吸的舒适性；用A[#]晒烟提取物进行不同添加量加香试验，该晒烟提取物在这一品牌低焦卷烟成品丝进行香味补偿的最佳使用量为0.001%。

参考文献

- [1] 张永红, 吴鸣, 胡建军等. 国内外香料烟质量与品质比较[J]. 烟草科技, 2004(1): 3-7.
 - [2] 梁俐俐. 土耳其香料烟挥发物的分析研究[J]. 中国烟草科学, 2001(2): 21-24.
 - [3] Schumacher J N, et al. Isolation and identification of some components of Turkish tobacco [J]. Tob Sci, 1974, 18:43-48.
 - [4] 李炎强, 洗可法. 直接进样法分析烟草挥发性和非挥发性酸性成分[J]. 烟草科技, 1998(6): 22-24.
 - [5] 赵铭钦, 董顺德, 于建军等. 香料烟浸膏对烤烟烟叶品质效应的影响[J]. 河南农业大学学报, 1999, 33(3): 286-288.
 - [6] 赵铭钦, 刘国顺, 于建军等. 香料烟浸膏提取工艺及其应用效果研究[J]. 河南农业大学学报, 1998, 32(增刊): 45-49.
-