

# 香料烟浸膏香气物质成分研究<sup>\*</sup>

赵铭钦, 韩富根, 邵惠芳, 王豹祥

(河南农业大学 烟草系, 河南 郑州 450002)

**[摘 要]** 采用 GC/MS 技术对香料烟浸膏的香气物质进行了研究。结果表明, 在分析出的 21 种香气成分中, 分别有脂肪酸类 8 种, 酯类 5 种, 醛类 2 种, 氮硫杂环类 2 种, 烃类、醇类、酮类、内酯类各 1 种, 其中相对含量较高的物质成分是糠醛、 $\beta$ -甲基戊酸、十六碳酸、烟碱、新植二烯, 其次是乙酰丙酸乙酯、异戊酸、苯乙酸乙酯、羟基丁二酸二乙酯等。同时, 对 3 种提取工艺条件下香料烟浸膏的香气成分含量进行了对比分析。结果表明, 以水为萃取剂的一次蒸馏法提取效果最好, 多数香气成分含量较高; 其次是水和乙醇用量各半的二次萃取蒸馏法; 传统的以乙醇作萃取剂的二次蒸馏法提取出的浸膏质量最差, 多数香气物质含量也最低。

**[关键词]** 香料烟浸膏; 香气成分; 相对含量

**[中图分类号]** TS41<sup>+</sup> 1

**[文献标识码]** A

**[文章编号]** 1671-9387(2005)06-0023-04

香料烟是制造混合型卷烟的必需原料, 由于其独特的香型和特殊的香吃味, 构成了混合型卷烟浓郁纯正的香气特征。近年来, 随着低焦油安全性混合型卷烟市场的逐步扩大和卷烟消费档次的不断提高, 利用烟草原料提取香精香料的研究与应用倍受重视。有关烟草浸膏, 如白肋烟浸膏、烤烟浸膏的提取工艺曾有过研究<sup>[1-3]</sup>, 但是对于香料烟浸膏的提取工艺以及香气物质组成和作用方面的研究尚未见报道。本研究在对香料烟浸膏提取技术与应用效果研究的基础上, 采用 GC/MS (气相色谱/质谱联用) 技术对香料烟浸膏的香气物质组成及其相对含量进行了研究, 以便为其进一步推广应用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料与提取

试验选取的提取材料为湖北陨西县烟草公司提供的香料烟叶片, 经粉碎制成烟末, 过 0.246 mm (60 目) 筛后备用。香料烟浸膏的提取采用下列 3 种方法进行。

方法 1: 此新工艺由河南农业大学研制<sup>[1,2]</sup>, 用水作为萃取剂, 采用一次蒸馏获得浸膏。

方法 2: 提取工艺同方法 1, 但以水和乙醇用量各半作为萃取剂, 分两次萃取后再进行蒸馏获得浸膏。

方法 3: 采用传统的烟草浸膏提取工艺<sup>[2]</sup>, 用体

积分数 95% 乙醇作萃取剂, 进行二次蒸馏后获得浸膏。

### 1.2 香气物质提取及定性定量分析

浸膏香气物质提取采用蒸馏法进行, 用 GC/MS 与微机联用仪进行香气物质的定性、定量分析。GC/MS 条件为: Supelco-Wax 毛细管柱 (30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu$ m); He 压力为 12.5 Pa; 升温程序以 4  $^{\circ}$ C/min 从 60  $^{\circ}$ C 升温至 240  $^{\circ}$ C, 保持 20 min, 进样口温度 250  $^{\circ}$ C, 分流比 15:1; 进样量 2.0  $\mu$ L; 离子源 (EI) 温度 170  $^{\circ}$ C; EI 能量 70 eV; PMT 电压 270 V, 传输线温度 250  $^{\circ}$ C。质谱分析直接获得分子量及质谱片段图谱, 自动检索 Wiley 和 Nist 谱库获得定性结果; 色谱图分析采用面积归一化法, 得到各组分的相对含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 香料烟浸膏香气物质成分定性分析结果

对方法 1 所得的香料烟浸膏进行 GC/MS 分析, 共定性出 21 种物质 (表 1), 其中脂肪酸类 8 种, 包括异戊酸、 $\beta$ -甲基戊酸、十四碳酸、十五碳酸、十六碳酸、油酸、亚油酸、亚麻酸; 酯类 5 种, 包括乙酰丙酸乙酯、丁二酸二乙酯、苯乙酸乙酯、羟基丁二酸二乙酯、苹果酸二乙酯; 氮硫杂环类 2 种, 包括烟碱、7-乙基苯丙噻吩; 醛类 2 种, 包括糠醛、5-甲基糠醛; 烃类 (新植二烯)、醇类 (香叶醇)、酮类 (巨豆二烯酮)、

<sup>\*</sup> [收稿日期] 2004-08-27

[基金项目] 河南省教育厅科技攻关重点项目 (96210018)

[作者简介] 赵铭钦 (1964-), 男, 河南新密市人, 副教授, 主要从事烟草化学与烟草加工等研究。

内酯类(降龙涎香内酯)各 1 种。

表 1 香料烟浸膏香气物质成分定性分析结果

Table 1 Relative content of aroma components in aromatic tobacco condensate

| 序号<br>No. | 香气物质名称<br>Name of aroma<br>components            | 保留时间/<br>m in<br>Reserving<br>time | 分子式<br>Molecular<br>formula                    | 分子离子<br>[M <sup>+</sup> ] | 香型<br>Aroma<br>type                                  |
|-----------|--------------------------------------------------|------------------------------------|------------------------------------------------|---------------------------|------------------------------------------------------|
| 1         | 糠醛 Furfural                                      | 11.38                              | C <sub>5</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>   | 43                        | 甜味、焦糖香 Sweetness, caramel aroma                      |
| 2         | 5-甲基糠醛 5-methylfurfural                          | 14.52                              | C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>   | 50.5                      | 甜香 Sweetness                                         |
| 3         | 乙酰丙酸乙酯 Ethyl levulinate                          | 14.86                              | C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O <sub>3</sub>  | 72                        | 青甜香 Greenish sweetness                               |
| 4         | 异戊酸 Isovaleric acid                              | 17.38                              | C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>  | 51                        | 酸味、药草香 Sourness, aroma of medicinal herbs            |
| 5         | 丁二酸二乙酯 Diethyl succinate                         | 18.13                              | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>  | 87                        | 果香 Fruit aroma                                       |
| 6         | 苯乙酸乙酯 Ethyl phenyl acetate                       | 18.86                              | C <sub>10</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub> | 82                        | 甜果香 Sweet fruit aroma                                |
| 7         | $\beta$ -甲基戊酸 $\beta$ -methylvaleric acid        | 20.86                              | C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>2</sub>  | 58                        | 酸臭味、药草香 Sour stinking odor, aroma of medicinal herbs |
| 8         | 烟碱 Nicotine                                      | 22.46                              | C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> N <sub>2</sub> | 81                        | 稍苦 A little bitter                                   |
| 9         | 新植二烯 Neophytadiene                               | 24.42                              | C <sub>20</sub> H <sub>38</sub>                | 139                       | 刺激 Irritation                                        |
| 10        | 羟基丁二酸二乙酯<br>Hydroxy diethyl succinate            | 25.46                              | C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>5</sub>  | 95.5                      | 淡果香 Weak fruit aroma                                 |
| 11        | 苹果酸二乙酯 Diethyl malate                            | 28.11                              | C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O <sub>5</sub>  | 95                        |                                                      |
| 12        | 巨豆三烯酮(化合物D)<br>Megastigmatrienone(combination D) | 34.24                              | C <sub>13</sub> H <sub>18</sub> O              | 95                        | 清香、甘草香 Faint scent, licorice aroma                   |
| 13        | 香叶醇 Geranyl                                      | 37.56                              | C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O              | 77                        | 皂香、青香 Soap aroma, green aroma                        |
| 14        | 十四碳酸 Tetradecanoic acid                          | 40.68                              | C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub> | 114                       | 酸甜香 Sour sweetness aroma                             |
| 15        | 7-乙基苯并噻吩<br>7-ethyl-benzothiophene               | 43.66                              | C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> S              | 82                        | 芳香 Aromatic                                          |
| 16        | 十五碳酸 Pentadecanoic acid                          | 44.85                              | C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub> | 121                       |                                                      |
| 17        | 十六碳酸 Palmitic acid                               | 46.43                              | C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 128                       | 辛香、果香 Spice aroma, fruitflavour                      |
| 18        | 降龙涎香内酯 Norambrenolide                            | 52.00                              | C <sub>16</sub> H <sub>26</sub> O <sub>2</sub> | 125                       | 柏木香、龙涎香 Cypress aroma, ambergris                     |
| 19        | 油酸 Oleic acid                                    | 53.61                              | C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub> | 131                       | 脂肪、脂脂香 Fat aroma, cured fat aroma                    |
| 20        | 亚油酸 Linoleic acid                                | 54.98                              | C <sub>18</sub> H <sub>32</sub> O <sub>2</sub> | 130.5                     | 涩口 Astringent                                        |
| 21        | 亚麻酸 Linolenic acid                               | 58.62                              | C <sub>18</sub> H <sub>30</sub> O <sub>2</sub> | 130                       | 刺激 Irritation                                        |

定量分析结果显示,浸膏中以烟碱、新植二烯、 $\beta$ -甲基戊酸、糠醛、十六碳酸、N-苯基萘胺含量最高,其相对含量均在 1% 以上,其次为异戊酸、乙酰丙酸乙酯、苯乙酸乙酯、羟基丁二酸二乙酯、亚油酸等,其余的 13 种成分相对含量较低,均在 0.4% 以下。上述物质中以酸性成分和酯类成分占大多数,尤其是  $\beta$ -甲基戊酸、异戊酸以及羧酸酯类化合物含量较高,这表明采用新工艺提取后的香料烟浸膏,体现了香料烟的特征香气,使浓郁的香料烟烟香更加突出。

## 2.2 不同提取条件对香料烟浸膏香气成分含量的影响

香气是评价香精香料和烟草制品的重要指标之一<sup>[4,5]</sup>,烟叶中致香物质成分复杂,其中被称为精油类的物质含量虽小,但对烟叶及其萃取物的香气含量影响极大。

对不同提取工艺条件下,香料烟浸膏香气物质

的测定结果(表 2)表明,用方法 1 提取的浸膏有 16 种成分领先,用方法 3 提取的只有 2 种成分领先。特别要指出的是,在用水作萃取剂时(方法 1),其浸膏中对香料烟香气贡献较大,且香型表现突出的物质成分含量最高,如糠醛、乙酰丙酸乙酯、异戊酸、丁二酸二乙酯、苯乙酸乙酯、 $\beta$ -甲基戊酸、羟基丁二酸二乙酯、巨豆三烯酮(化合物D)、香叶醇、十六碳酸、降龙涎香内酯(赖百当类衍生物)等。有显著甜香味的 5-甲基糠醛,只有在水中用水作萃取剂进行蒸馏时(方法 1)才表现出一定的含量。用乙醇萃取蒸馏(方法 3)或用水、乙醇用量各半蒸馏萃取(方法 2)时,香气物质含量较高的成分有烟碱、新植二烯、7-乙基苯并噻吩、油酸、十四碳酸等,其中的新植二烯具有刺激性。

综合分析认为,要从烟叶中提取更为丰富的香味物质,关键在于萃取剂的选择和提取条件等关键

技术的掌握。所以, 以水作为萃取溶剂, 配合适宜的 含量, 有利于突出香料烟自身的香气特点。酸化和蒸馏提取条件, 有助于提高浸膏的香气物质

表 2 不同提取条件对香料烟浸膏香气成分含量的影响

| Table 2 Effect of different extracting conditions on the content of aroma components in aromatic tobacco condensate |                                               |                  |                  |                  |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------|------------------|------------------|------------------|
| 序号<br>No.                                                                                                           | 香气物质名称 Name of aroma components               | 方法 1<br>Method 1 | 方法 2<br>Method 2 | 方法 3<br>Method 3 |
| 1                                                                                                                   | 糠醛 Furfural                                   | 1.807            | 0.458            | 0.549            |
| 2                                                                                                                   | 5-甲基糠醛 5-methylfurfural                       | 0.222            | tr               | tr               |
| 3                                                                                                                   | 乙酰丙酸乙酯 Ethyl levulinate                       | 0.438            | 0.082            | 0.245            |
| 4                                                                                                                   | 异戊酸 Isovaleric acid                           | 0.592            | 0.313            | 0.085            |
| 5                                                                                                                   | 丁二酸二乙酯 Diethyl succinate                      | 0.292            | 0.067            | 0.041            |
| 6                                                                                                                   | 苯乙酸乙酯 Ethyl phenyl acetic acid                | 0.449            | 0.064            | 0.165            |
| 7                                                                                                                   | $\beta$ 甲基戊酸 $\beta$ -methylvaleric acid      | 1.588            | 1.006            | 0.937            |
| 8                                                                                                                   | 烟碱 Nicotine                                   | 41.17            | 43.02            | 46.94            |
| 9                                                                                                                   | 新植二烯 Neophytadiene                            | 32.65            | 35.80            | 35.25            |
| 10                                                                                                                  | 羟基丁二酸二乙酯 Hydroxy diethyl succinate            | 0.546            | 0.089            | 0.085            |
| 11                                                                                                                  | 苹果酸二乙酯 Diethyl malate                         | 0.270            | tr               | 0.125            |
| 12                                                                                                                  | 巨豆三烯酮(化合物D) Megastigmatrienone(combination D) | 0.215            | 0.123            | tr               |
| 13                                                                                                                  | 香叶醇 Geranyl                                   | 0.389            | 0.301            | 0.211            |
| 14                                                                                                                  | 十四碳酸 Tetradecnoic acid                        | 0.106            | 0.292            | 0.145            |
| 15                                                                                                                  | 7-乙基苯并噻吩 7-ethyl-benzothiophene               | 0.376            | 0.381            | 0.484            |
| 16                                                                                                                  | 十五碳酸 Pentadecanoic acid                       | 0.106            | 0.065            | tr               |
| 17                                                                                                                  | 十六碳酸 Palmitic acid                            | 2.478            | 1.226            | 0.700            |
| 18                                                                                                                  | 降龙涎香内酯 Norambrenolide                         | 0.106            | 0.076            | 0.076            |
| 19                                                                                                                  | 油酸 Oleic acid                                 | 0.191            | 0.212            | 0.089            |
| 20                                                                                                                  | 亚油酸 Linoleic acid                             | 0.482            | 0.260            | 0.113            |
| 21                                                                                                                  | 亚麻酸 Linolenic acid                            | 0.212            | 0.177            | 0.189            |

注: tr 表示痕量。  
Note: tr represent trace

3 讨 论

烟草的类型决定了烟草的种质基础和香气物质的遗传特性, 其在长期的生态环境和栽培演化过程中形成了自身的香气特征。结合某种类型烟草的质量风格和香味特点, 有针对性地提取香味物质, 对于提高烟草浸膏和烟草萃取物的质量有重要意义。本研究结果表明, 采用不同提取工艺获取浸膏的香气物质含量存在很大差异, 而且这种差异会直接影响卷烟的加工效果。

香料烟是属于晾晒结合调制的一种烟草类型, 长期的干旱或半干旱条件形成了独特的香吃味和香气类型, 其浸膏中许多香味成分都具有较高的利用价值, 如糠醛、 $\beta$ 甲基戊酸、异戊酸、乙酰丙酸乙酯、巨豆三烯酮、丁二酸二乙酯、香叶醇、降龙涎香内酯等为重要的卷烟加香原料, 在烟用香料工业中应用广泛<sup>[3~5]</sup>。因此, 对于香料烟浸膏的提取开发和香料烟萃取物中主要成分, 如  $\beta$ 甲基戊酸、异戊酸、降龙涎香内酯等进行分离提纯, 具有一定的理论和实际应用价值。

[ 参考文献 ]

[1] 赵铭钦, 刘国顺, 赵吉刚, 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  
[2] 赵铭钦, 韩富根, 董志坚, 等. 香料烟浸膏提取工艺条件研究[J]. 烟草科技, 1999, (3): 11- 13  
[3] 张悠金, 金文博. 烟用香精香料[M]. 合肥: 中国科技大学出版社, 1996  
[4] 何通海, 金文博. 烟用香精香料研究进展[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1999  
[5] 符云鹏, 刘国顺, 高致明, 等. 香料烟香气物质成分与其颜色关系的研究[J]. 河南农业大学学报, 1996, 30(3): 222- 226

## Studies on aroma components of aromatic tobacco condensate

ZHAO Ming-qin, HAN Fu-gen, SHAO Hui-fang, WANG Bao-xiang

(The Tobacco Department of Henan Agricultural University, Zhengzhou, Henan 450002, China)

**Abstract** A study was carried out on aroma components of aromatic tobacco condensate with GC/MS. The results showed that there were 8 kinds of aliphatic, 5 kinds of esters, 2 kinds of aldehydes, 2 kinds of nitrogen sulfur heterocyclic rings and one kind of hydrocarbon, alcohols, ketone, lactones respectively in the analyzed 21 kinds of aroma components, and the content of furfural,  $\beta$ -methyl valeric acid, palmitic acid, nicotine, neohydriene were higher, next were acetyl ethyl propionate, cinnamic acid, phenyl ethyl acetate, hydroxylic diethyl succinate. At the same time, the contents of aroma components were tested with 3 extraction methods of aromatic tobacco condensate. The results showed that the quality of extract primary distilled by water was best and the contents of its aroma components were higher. Next was the twile distillation as extractant of equal water and ethyl alcohol. While the quality of extract made by the twile distillation as extractant ethyl alcohol was worst, and the contents of its most aroma components were also the lowest.

**Key words:** aromatic tobacco condensate; aroma constituent; relative content

(上接第 22 页)

**Abstract ID:** 1671-9387(2005)06-0018-EA

## Ridge regression analysis of seed yield components of six grass species

WANG Quan-zhen<sup>1,2</sup>, HAN Jian-guo<sup>1</sup>, ZHOU He<sup>1</sup>, LIU Fu-yuan<sup>2</sup>, ZHONG Yong<sup>2</sup>

(1 Institute of Grassland Science, China Agricultural University, Key Laboratory of Grassland Science in Beijing, Beijing 100094, China;

2 Gansu Branch of Chengdu Daye International Interest Co Ltd, Jiuquan, Gansu 735009, China)

**Abstract** Based on multi-factor orthogonal designed field experiment, the ridge regression models of seed yield components and seed yield of the 6 grass species are founded through ridge regression analysis with big samples. Except the model of *Agropyron* L., increasing any seed yield component can increase seed yield. The order of the seed yield components to its yield is weight per seed > seed numbers per spikelet > florets per spikelet > spikelets per shoot > shoots.

**Key words:** six grass species; seed yield; seed yield components; ridge regression analysis