

烤烟香气物质成分及其在 成熟期间的变化

马常力* 韩锦峰 王瑞新

(河南农业大学, 郑州 450002)

艾 强

陈淑珍

(安阳卷烟厂, 安阳)

(郑州烟草分公司, 郑州)

摘 要 使用气相—质谱—计算机联用仪, 完成了对烤烟品种 NC₈₉ 香气物质主要成分的定性鉴定, 并对主要成分的香型进行了嗅香评定。在此基础上, 对不同成熟时期的烟叶香气物质主要成分进行了定量分析。

关键词 烤烟 香气物质 成熟度 香型

烟叶香气是烟叶质量的一个重要方面, 但烟叶香气物质成分却异常复杂。对于香气的研究, 国外开展较早。日本 Sanji 等人曾定性出香气成分的十二类百余种物质。R. C. Enzell 等定性出 300~400 种香气成分, 且较多偏重于烟气的研究。国内近两年才开始这方面的工作, 且进展较为缓慢, 但随着生产发展的需要, 这一研究愈来愈受到人们的关注。

我们在参考了少量资料的基础上, 摸索出稳定提取烟叶香气物质的方法, 以及分离、定性的 GC/MS 分析条件, 完成对烤烟品种 NC₈₉ 的香气物质主要成分的定性。在相同的分析条件下, 由卷烟调香师对每一个主要成分的香型进行了嗅评, 以期获得每一种物质的基本香型概念。

烟叶成熟度已成为国内外评价烟叶质量的首要外观因素^[3]。对成熟过程中烟叶组织解剖与生理生化方面的研究已取得不少令人满意的结果^[4]。但香气物质成分的变化尚少见报道, 因此, 在定性的基础上, 对不同成熟度烟叶的香气物质主要成分进行了定量分析, 以期了解烟叶在成熟、衰老期间香气物质成分的变化。

材料和方法

一、试验地情况

试验设在河南省襄城县烟草研究所。试验地土壤为红粘土, 每亩施氮量 5.4kg, 密度为 1300 株/亩, 单株留叶数 20 片。

二、试验材料

1. 定性分析样品 供试品种为 NC₈₉, 采用充分成熟的烤后烟叶, 中三等级 (ZH三),

烘干备测。

2. 成熟试验 采摘NC₉₅植株的中部叶片, 按未熟、成熟及过熟分开。将新鲜烟叶在85℃下杀死5分钟, 低于60℃烘干备测。各成熟度采收标准: (1)未熟, 烟叶黄绿, 主脉1/3发白; (2)成熟, 叶片出现黄白色斑块, 主脉全部变白发亮; (3)过熟, 烟叶焦尖焦边。

三、香气物质的提取

用自行设计的减压蒸馏+萃取装置, 首先气提, 之后用二氯甲烷萃取, 一次获得香气物质。具体做法是: 将20g样品和80ml水放入烧瓶内, 加热, 获得馏分用CH₂Cl₂萃取, 萃取物在氮气辅助下挥发, 氮气流速为45ml/min, 得约1ml用于测定。

四、定性与定量分析条件

1. GC/MS定性分析条件 质谱仪为VG-70SE(英国), 气相色谱仪为HP-5890(日本), 毛细管柱, OV-101 (2.5m×0.25mm I. D. WCOT), 载气: He, 汽化室温度为250℃, 分离器温度为250℃, 离子源温度200℃, 电子轰击电压70ev, 化学电离反应气体是异丁烷, 柱室温度50℃保持1分钟, 以5℃/min速度升到220℃, 保持10分钟, 载气流速0.8μm/min, 尾吹气 ml/min, 直接获得分子量及质谱片段图谱, 由谱库及质谱解析规律得到定性结果。

2. GC定量分析条件 色谱仪为HP-5890(日本), 检测器FID, 载气He, 毛细管柱OV-101, FID温度250℃, 汽化室温度240℃, 分流比1:25, 柱温50℃保持2分钟, 以3℃/min速度升到170℃, 保持30分钟, 之后以3℃/min升到220℃, 各组分相对含量以其峰面积占总峰面积的百分比表示。

五、香型评定

在定量分析条件下, 将柱尾端放空, 依保留时间, 由卷烟调香师嗅评每一个香气物质主要成分的香型。

结果与分析

一、烤烟香气物质成分的定性分析及嗅香评定

利用GC/MS对烤烟品种NC₉₅的香气物质主要成分进行定性研究, 结果见表1, 电子轰击总离子流图谱见图。

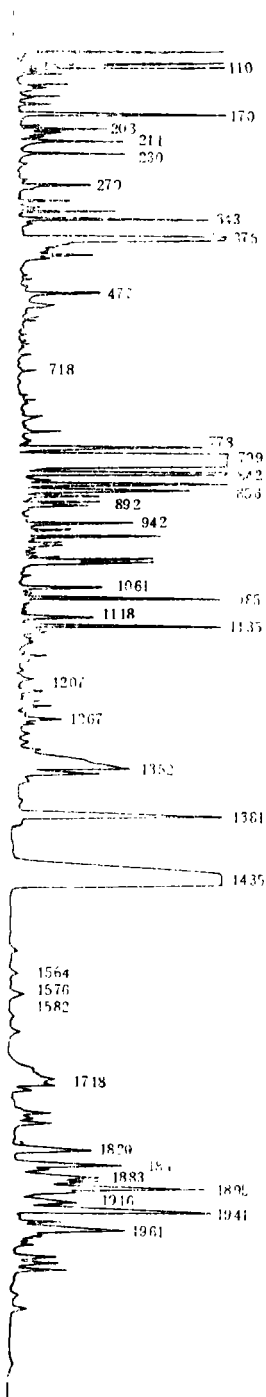


图 NC₉₅品种香气物质定性GC/MS图谱

表1 烤烟(NC₈₈)香气物质主要成分及香型

峰 号	分子量	分子式	化 合 物 名 称	香 型
110	78	C ₆ H ₆	苯	
170	96	C ₈ H ₄ O ₂	2-呋喃甲醛	
203	106	C ₈ H ₁₀	乙苯	
211	106	C ₈ H ₁₀	1, 4-二甲苯	甜椿味
230	106	C ₈ H ₁₀	1, 3-二甲苯	甜味
279	106	C ₇ H ₆ O	苯甲醛	杏仁味, 樱桃味
308	128	C ₉ H ₂₀	2, 3, 5-三甲基己烷	
343	110	C ₈ H ₁₄	1-乙基环己烯	味淡
375	120	C ₈ H ₈ O	苯己醛	皂花味, 焦香味
477	122	C ₈ H ₁₀ O	苯乙醇	甜味, 水果味
718	162	C ₁₀ H ₁₄ H ₂	烟碱	
799				
778	158	C ₉ H ₁₀ O ₂	3-甲基-2-乙酰苯酚	
842	194	C ₁₃ H ₂₂ O	茄酮	顺口, 橡胶味
856	190	C ₁₃ H ₁₈ O	1-(2, 6, 6-三甲基-1, 3-环己二烯)-2-丁烯-1-酮	豆香味
892	190	C ₁₃ H ₁₈ O	β-大马酮	清香
942	194	C ₁₃ H ₂₂ O	6, 10-二甲基(E)-5, 9-十一碳二烯-2-酮	
1061	190	C ₁₃ H ₁₈ O	巨豆-4, 6(Z), 8(Z)-三烯酮-3	橡胶味
1085	190	C ₁₃ H ₁₈ O	巨豆-4, 6(Z), 8(E)-三烯酮-3	轻味, 稍浓香
1118	190	C ₁₃ H ₁₈ O	巨豆-4, 6(E), 8(Z)-三烯酮-3	甘草味
1135	190	C ₁₃ H ₁₈ O	巨豆-4, 6(E), 8(E)-三烯酮-3	清香, 甘草味
1207	218	C ₁₅ H ₂₂ O	茄哪士酮	草药香
1267	242	C ₁₅ H ₃₀ O	十三碳酸-12-甲酯	
1284	178	C ₁₄ H ₁₀	9-亚甲基-9H-蒽	
1352	228	C ₁₄ H ₂₈ O ₂	十四碳酸	
1381	262	C ₁₈ H ₂₈ O	异戊间二烯茄酮	
1443	278	C ₂₀ H ₃₈	新植二烯	刺激味
1564	272	C ₂₀ H ₃₂	香叶基香叶二烯	辛香味
1576	270	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	十六碳酸甲酯	
1582	278	C ₁₆ H ₂₂ O ₄	1, 2-苯二甲酸异丁正丁酯	琥珀香
1718	256	C ₁₈ H ₃₂ O ₂	十四碳酸甲酯	淡浓香
1820	272	C ₂₀ H ₃₂	环十四碳四烯	
1883	306	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	(1S, 2E, 4R, 6R, 7E, 11E)-2, 7, 11-西柏三烯-4, 6-二醇	草药香味, 烘烤香味
1846	322	C ₂₀ H ₃₄ O ₃	(1S, 2E, 4R, 6R, 7E, 11S)-2, 7, 12(20)-西柏三烯-4, 6, 11-三醇	稍甜味, 烘烤香味
1895	288	C ₂₀ H ₃₂ O	10-异丙基-3, 7, 13-三甲基-13-十四碳四烯-1-醇	辛香味, 烘烤味
1941				
1916	304	C ₂₀ H ₃₂ O ₂	(1S, 2E, 4R, 6E, 8R, 11S, 12E)-8, 11-氧撑-2, 6, 12-两柏三烯-4-醇	草药香味, 烘烤香味
1961	306	C ₂₀ H ₃₄ O ₂	(1S, 2E, 4R, 6R, 8E, 11E)-2, 6, 11-西柏三烯-4, 8-二醇	烤香味, 稍甜味
2029				烘烤香味

对烤烟NC₈₈烟叶香气物质定性分析出36种主要成分, 其中烃类10种, 酮类10种, 醇类5种, 醛类3种, 酯类3种, 酸类2种以及吡咯类, 酚类, 蒽各一种。香气物质中相对含量较多的是新植二烯、烟碱、茄酮、苯乙醛、β-大马酮、10-异丙基-3, 7, 13-三甲基-2, 6, 11, 13-十四碳四烯-1-醇、巨豆-4, 6(Z), 8(E)-三烯酮-3、1, 3, 6, 10-环十四碳四烯、(1S, 2E, 4R, 6R, 7E, 11E)-2, 7, 11-

西柏三烯—4, 6—二醇、十四碳酸等。

9—亚甲基—9 H—蒽在烤烟香气物质中出现以前未见报道。

从香型评定看(表1), 相对含量较多的物质如新植二烯等没有明显的香气特征, 苯乙醛、苯乙醇等小分子物质对烤烟香气有良好影响。香气物质中草药香的成分占有相当的比例, 主要是西柏三烯。巨豆三烯酮类四个同分异构体之间的香型差异很大, 这在一定程度上说明香气(味)物质化学结构上的复杂性。

二、烟叶成熟期间香气物质主要成分的变化

对成熟期间香气物质主要成分变化的研究表明, 其相对含量变化非常明显, 定量分析结果见表2。

表2 烟叶成熟期间香气物质主要成分的变化(%)

峰 号	化 合 物 名 称	未 熟	成 熟	过 熟
110	苯	1.761	1.116	1.106
170	2—呋喃甲醛	0.215	0.322	0.220
203	乙苯	tr	0.044	0.041
211	1, 4—二甲苯	0.183	0.187	0.170
230	1, 3—二甲苯	0.151	0.152	0.141
279	苯甲醛	tr	0.080	0.061
308	2, 3, 5—三甲苯己烷	tr	0.052	0.036
343	1—乙基环己烯	0.112	0.249	0.181
375	苯乙醛	0.362	0.399	0.307
477	苯乙醇	tr	0.060	0.089
799	烟碱	17.558	9.869	8.721
842	茄酮	2.581	4.658	2.965
856	1—(2,6,6—三甲基—1,3—环己二烯)—2—丁烯—1—酮	0.360	0.579	0.416
892	β—大马酮	tr	0.044	0.038
1061	巨豆—4, 6(Z),8(Z)—三烯酮—3	tr	tr	0.130
1085	巨豆—4, 6(Z),8(E)—三烯酮—3	tr	0.111	0.024
1118	巨豆—4, 6(E),8(Z)—三烯酮—3	0.067	0.093	0.116
1135	巨豆—4, 6(E),8(E)—三烯酮—3	0.085	0.099	0.102
1207	茄萏土酮	0.240	0.206	0.496
1267	十三碳酸—12—甲基甲酯	tr	tr	0.080
1352	十四碳酸	tr	0.098	0.190
1381	异戊间二烯茄酮	0.476	0.675	0.737
1435	新植二烯	22.288	27.639	23.824
1564	香叶基香叶二烯	tr	0.398	0.387
1576	—1—六碳酸甲酯	tr	0.171	0.285
1582	1, 2—苯二甲酸异丁正丁酯	2.012	2.542	2.001
1820	3,7,11—三乙基—1,3,6,10—环十四碳四烯,	2.722	3.656	3.489
1883	(1S, 2E, 4R, 6R, 7E, 11S)—2, 7, 11—西柏三烯—4, 6—二醇	2.783	0.739	2.601
1895	10—异丙基—3, 7, 13—三甲基—2, 6, 11—十四碳四烯—1—醇	8.374	9.211	14.441
1916	(1S, 2E, 4R, 6E, 8R, 11S, 12E)—8, 11—双撑—2, 6, 12—西柏三烯—4—醇	6.431	6.581	7.699

由表2看出: 新植二烯、β—大马酮、茄酮、2—呋喃甲醛、(1S, 2E, 4R, 6R,

7 *E*, 11*S*) — 2, 7, 12—西柏三烯—4, 6, 11—三醇, 香叶基香叶二烯、1—乙基己烯、1—(2, 6, 6—三甲基—1, 3—环己二烯)—2—丁烯—1—酮、苯乙醛等成分的含量随着成熟度的增加而升高, 在成熟叶中含量最高, 随后下降。

(1*S*, 2*E*, 4*R*, 6*R*, 7*E*, 11*E*) — 2, 7, 11—西柏三烯—4, 6—二醇、3, 7, 13—三乙基—1, 3, 6, 10—环十四碳四烯、10—异丙基—3, 7, 13—三甲基—2, 6, 11, 13—十四碳四烯—1—醇、1, 2—苯二甲酸异丁正丁酯、异戊间二烯茄酮、十六碳酸甲酯、十四碳酸、苯乙醇、巨豆—4, 6 (*E*), 8 (*Z*)—三烯酮—3等成分的含量从烟叶进入成熟期开始, 其含量一直增加, 在过熟的烟叶中含量最高, 相反, 苯的含量在成熟过程中却一直下降。

茄哪士酮等成分的含量变化呈V字型, 在未熟和过熟的叶片中含量较高, 在成熟的叶片中含量较低, 另外一些成分如乙苯等成分含量较低, 占0.044%, 变化也很小。

结 论

目前, 烟叶香气质量差量少已成为制约我国烟叶质量提高的重要因素, 对香气研究的重要性是不言而喻的。但由于烟草香气化学成分的复杂性, 限于研究的设备与方法, 这项研究工作必然是长期而艰巨的。我们这项研究, 初步得出以下结论:

烤烟香气物质成分异常复杂, 初步定性出36种成分, 相对含量较大的是新植二烯、烟碱、苯乙醛等。

苯乙醛等小分子物质对烤烟香气有良好影响, 而含量较大的组分, 如新植二烯等的香型却没有明显特征。另外, 在香气物质成分中草药香型的物质占有相当的比例。

β —大马酮、茄酮、2—呋喃甲醛等成分的含量, 随着成熟度增加而升高, 在适熟之后下降。异戊间二烯茄酮、苯乙醇等成分的含量在烟叶成熟衰老过程中一直增加。

参 考 文 献

- 1 姚益群等: 云南烟草香气研究. 烟草科技, 1988, (4): 24~27
- 2 Anderson R A, Kasper M J et al. Tobacco constituents PACCS, 1977: 184~216
- 3 Chakraborty M K. Improvement of tobacco aroma and smoke flavor by post-curing processing. Indian J Tech, 1965, 3 (11): 371~372
- 4 Schmacher J N, Vestal I. Mass spectrometry reviews. Tob Sci, 1974, 18: 43~47
- 5 Prabhu S R, Chakraborty M K. Investigation on some aroma-bearing constituents in flue-cured tobacco of different aroma attainments. Tob Res, 1983, 9 (2): 56~60

The Main Aromatic Components and Their Changes in Flue-Cured Tobacco During the Maturity Period

Ma Changli Han Jinfeng Wang Ruixin

(Henan Agricultural University, Zhengzhou)

Chen Shuzhen

(Henan Tobacco Company, Zhengzhou Branch, Zhengzhou)

Abstract The main aromatic components in flue-cured tobacco were identified and qualitatively determined by GC/MS. The qualitative analyses on the aromatic components in NC89 showed that the main components were neophytidiene; nicotine; solanone; benzeneacetaldehyde; 10-isopropyl-3, 7, 13-trimethyl-2, 6, 11, 13-tetradecaen-1-ol; 1, 3, 6, 10-cyclotetradecatetraene; 4, 6(*Z*), 8(*E*)-megastigmatrien-3-one; prenylsolanone; tetradecanoic acid; hexadecanoic acid and 2-buten-1-one, 1(2-6, 6-trimethyl-1, 3-cyclohexadien-1-yl). The quantitative analyses showed that the relative contents of neophytidiene; solanone; β -damascone; 2-furancarboxaldehyde; (1*S*, 2*E*, 4*R*, 6*R*, 7*E*, 11*S*)-2, 7, 12-cembratriene-4, 6, 11-triol were the highest in the mature leaves. But the relative contents of tetradecanoic acid; benzeneethanol; prenylsolanone; 10-isopropyl-3, 7, 13-trimethyl-2, 7, 11, 13-tetradecatetraene-1-ol and 4, 6(*E*)-8(*Z*)-megastigmatrien-3-one kept increasing even in over-mature leaves. However, benzene kept decreasing during the whole maturity period. The relative content of solanascone was very low in mature leaves.

Key words: Flue-cured tobacco; Aromatic components; GC/MS; Maturity