

‘糊烟’净油提取与精制工艺研究及成分分析

张品南*, 周斌, 金亮, 祝彪, 刘思彤

成都宏亿实业集团有限公司技术中心, 成都 610101

摘要:以四川‘糊烟’为原料,正己烷为提取溶剂,在单因素试验基础上再经正交试验优化‘糊烟’净油提取工艺;以活性白土为脱色剂,无水乙醇为除蜡剂,分别研究了对脱色与除蜡效果的影响因素;再使用气相-质谱连用仪(GC-MS)分析提取出净油的挥发性成分。试验结果显示:‘糊烟’净油提取最优工艺条件为:料液比 1:10(g/mL),提取温度 55 °C,提取 2 次,每次提取时间为 0.5 h。最优脱色条件为:脱色土用量为 150 g/L,脱色处理温度 35 °C,脱色搅拌时间 3 h;最优除蜡条件为:无水乙醇用量 1:10(g/mL),析蜡温度为 0 °C,析蜡时间为 4 h。通过 GC-MS 共分析出 52 种成分,并首次在烟草净油挥发性成分中检出鸢尾酮、罗勒烯、别罗勒烯、反式-异柠檬烯、右旋萜二烯、 α -(甜)没药烯、天然维生素 E。本研究成果以期四川特色烟‘糊烟’净油或精油等系列产品的开发提供一定技术参考。

关键词:‘糊烟’净油;提取;精制;挥发性成分

中图分类号:TQ654

文献标识码:A

DOI:10.16333/j.1001-6880.2015.11.020

Extraction, Purification and Chemical Components of Absolute Oil from ‘Paste’ Tobacco

ZHANG Pin-nan*, ZHOU Bin, JIN Liang, ZHU Biao, LIU Si-tong

Technical center of Chengdu Hongyi industry group Co. Ltd., Chengdu 610101, China

Abstract: A process for extraction of absolute oil from Sichuan ‘paste’ tobacco was optimized through single factor test and orthogonal test with n-hexane as extraction solvent. In addition, the effect of various factors on the decolorization and wax removing efficiency was investigated with activated clay as decoloring agent and anhydrous ethanol as wax removing agent. Eventually, volatile components of ‘paste’ tobacco absolute oil were analyzed using GC-MS. The results showed that the optimal conditions were: solid to liquid ratio of 1:10, extraction temperature of 55 °C, extraction duration of 0.5 h and extracting for 2 times; the optimal conditions of decoloration were: 150 g/L of activated clay, 35 °C of temperature, mixing and adsorption time for 3 h; the optimal conditions of wax removing were: anhydrous alcohol 1:10 (g/mL), wax removing temperature 0 °C and wax removing time for 4 h. Fifty-two volatile components were detected in the absolute oil of ‘paste’ tobacco, in which irone, ocimene, alloocimene, *trans*-islimonene, dextro-terpadiene, α -bisabolene and natural vitamin E were firstly reported in the volatile components of tobacco absolute oil. The result of this study will provide some technical references for the development and application of the ‘paste’ tobacco absolute oil or essential oil products.

Key words: ‘paste’ tobacco absolute oil; extraction; purification; volatile components

‘糊烟’又称糊米叶子烟,是将糯米或大米,在铁锅里翻炒,至糊,再导入水在铁锅里熬制,冷却后过滤得到糊米水,将糊米水浇到晒好的烟叶上,堆积自然发酵 60 d 左右而制成,是雪茄烟生产的重要原材料。采用此法制烟的地区主要集中于四川什

邛^[1,2]。该烟由于糊米水发酵糖化作用,使得烟叶触摸有粘黏感,外观红亮有光泽,抽吸后口感回味甘甜,烟油富有,具有馥郁清雅、吃味醇厚、余味尚佳等独特的雪茄烟风格,除去了烟叶本身的杂味和苦涩味,且抽吸后第二天不会出现喉咙发干,积痰等现象,深受广大吸烟者的青睐,因而成为四川主要特产之一。开发其净油作为普通卷烟增香剂或调和剂,给烟用调香师提供一种独特香原料,具有重要实际应用价值。

为了明确‘糊烟’净油提取工艺以及净油中主要致香成分与其它烟草净油的区别,本文采用正己烷为提取溶剂,活性白土脱色,无水乙醇脱蜡,GC-MS等工艺与分析手段,探讨‘糊烟’净油最优的提取工艺,研究最佳精制方法,并分析出其主要的致香成分,为工业化生产‘糊烟’净油与烟用加香提供一定的参考。

1 材料与amp;方法

1.1 材料、试剂和仪器

烟叶原料:‘糊烟’烟叶分三个等级(一级、二级、三级),2014年产自四川什邡,材料以三个等级烟叶按1:1:1混合后粉碎至10~20目,当天使用当天粉碎。

正己烷、无水乙醇均为分析纯,购自于成都市科龙化工试剂厂;活性白土,购自于巩义市新华豫净水剂厂。

R-214 旋转蒸发仪,上海申生科技有限公司;200 L 提取浓缩机组,上海东亚压力容器制造有限公司;Alpha-1505 紫外/可见分光光度计,上海谱元仪器有限公司;6890 GC-5973 MS 联用仪,美国安捷伦科技有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 ‘糊烟’净油提取

取粉碎好的烟叶置于200 L 提取罐中,按比例加入提取溶剂正己烷,在一定温度下进行提取。提取一定时间后收集提取液进行减压浓缩(浓缩温度为45℃、真空度为-0.06 MPa)。以浓缩回收溶剂(溶剂回收率视为100%)对提取罐中烟叶进行重复提取,一定时间后再次收集提取液进行浓缩。按试验设计提取次数对烟叶进行反复提取后,收集浓缩后所得净油,称量净油,按公式(1)计算得率。

$$\text{‘糊烟’净油得率}(\%) = \frac{\text{净油质量}}{\text{投料烟叶质量}} \times 1000 \quad (1)$$

1.2.1.1 单因素实验设计

分析各因素对‘糊烟’净油提取得率的影响,以净油得率为判断依据,各因素水平设计如下:料液比1:5、1:8、1:10(g/mL);提取温度25、35、45、55℃;提取时间为0.5、1、2、3 h;循环提取次数1、2、3次,其它条件(以下4个因素是除考查因素外的另3个)设计为料液比1:10(g/mL)、提取温度45℃、提取时间2 h、循环提取次数为2次。

1.2.1.2 正交试验设计

为了确定最佳的提取工艺条件,在单因素试验水平基础之上,采用四因素三水平的正交方法进行试验^[3]。因素水平设计如表1所示。

表1 正交试验因素水平表

Table 1 Factor and level of orthogonal test

| 水平 Level | 因素 Factor | | | |
|-------------|---------------------------------------|---|--------------------------------------|--------------------------------------|
| | A 料液比 Solid-liquid ratio (g/mL) | B 提取温度 Extraction temperature (℃) | C 提取时间 Extraction duration (h) | D 提取次数 Times of extraction (n) |
| 1 | 1:5 | 35 | 0.5 | 1 |
| 2 | 1:8 | 45 | 1 | 2 |
| 3 | 1:10 | 55 | 2 | 3 |

1.2.2 ‘糊烟’净油脱色脱蜡

以提取所得到的净油为基础,添加正己烷为溶剂,配成浓度为20(g/L)的含净油的正己烷溶液,按比例加入活性白土并在一定温度下搅拌脱色,脱色完成后过滤收集溶液,浓缩去除溶剂,得净油脱色浸膏。脱色完成的浸膏按一定比例加入无水乙醇作为脱蜡溶剂并加热溶解,置低温条件下存放一段时间析蜡,待无蜡质析出时,真空条件下过滤得滤液,浓缩滤液得成品‘糊烟’净油。

分析各因素对‘糊烟’净油脱色工艺的影响,以得到的净油色度为主要判定依据。各因素水平设置

如下:活性白土用量50、100、150、200(g/L);脱色搅拌温度:25、35、45、55℃;脱色搅拌时间1、2、3、4 h,其它条件设置(以下3个因素是除考查因素外的另2个)活性白土用量100(g/L)、脱色搅拌温度35℃、脱色搅拌时间为2 h。

分析各因素对‘糊烟’净油脱蜡工艺的影响,以除蜡率为判定依据。各因素水平设置如下:净油脱色浸膏与无水乙醇用量比1:5、1:10、1:15、1:20(g/mL);析蜡存放温度5、0、-5、-10℃;析蜡存放时间1、2、4、6 h,其它条件设置(以下3个因素是除考查因素外的另2个)净油脱色浸膏与无水乙醇用量比

1:10、析蜡存放温度 0 ℃、析蜡存放时间 2 h。

色度测定^[4]:用分光光度计,10 mm 的比色槽,分别在波长 460 (A)、550 (B)、620 (C) 和 670 nm (D)处测定待测油的光密度值 A、B、C、D,按公式(2)计算色度值。

$$\text{光测色度} = 1.29A + 69.7B + 42.1C - 56.4D \quad (2)$$

除蜡率测定:称量所需脱蜡净油浸膏重(A),将脱出蜡质放入烘箱中 150 ℃烘烤 4 h 除其中乙醇后称重得(B),按公式(3)计算除蜡率。

$$\text{除蜡率}(\%) = \frac{B}{A} \times 100\% \quad (3)$$

1.2.3 净油成份 GC-MS 分析^[5]

1.2.3.1 色谱条件

色谱柱:HP-5MS 石英毛细柱(30 mm × 0.25 mm,0.25 μm);升温程序:40 ℃保持 2 min,以 4 ℃/min 升至 220 ℃,保持 20 min,再从 220 ℃以 15 ℃/min 升至 250 ℃,保持 2 min;载气:氦气(≥99.99%);分流口吹扫流量:50 mL/min,分流比:15:1。

1.2.3.2 色谱条件

电子轰击(EI)离子源;电子能量:70 eV;离子

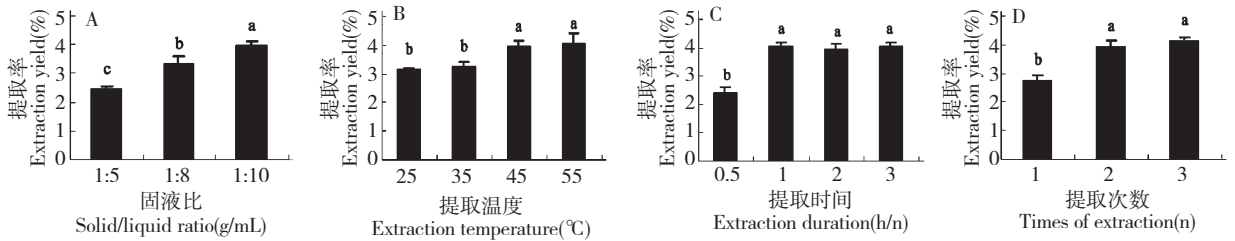


图1 料液比(A)、提取温度(B)、提取时间(C)和提取次数(D)对净油提取得率的影响

Fig. 1 The effects of solid-liquid ratio (A), extraction temperature (B), extraction duration (C) and times of extraction (D) on absolute oil extraction yield

注:每个处理三次重复,不同小写字母代表显著性差异($P \leq 0.05$),下同。

Note: Each value was expressed as mean ± standard deviation ($n = 3$), different small letters indicated significant differences ($P \leq 0.05$). Same as below.

2.1.2 提取温度对净油得率的影响

图1(B)显示:净油提取得率随着提取温度的升高呈现逐渐增加的趋势,尤其当提取温度达到 45 ℃时,差异显著,而当提取温度升高到 45 ℃后,净油提取得率趋于稳定,基本保持不变。这说明在一定范围内温度升高有利于净油溶出,当温度达到一定值时净油溶出量已达到最大限度,此时温度继续升高对净油得率影响不大,过高的温度造成能源浪费,并且降低了工业生产的安全性,因此选定 45 ℃为最佳

源温度:230 ℃;四极杆温度:150 ℃;传输线温度:280 ℃;扫描范围:35 ~ 350 amu(原子质量单位);电子倍增器电压:1029 V;进样量:1 μL;溶剂延迟(SD)2.0 min;检索谱库:NIST 和 fLavour(自建)库;定量方法:色谱峰面积归一化法。

1.2.4 数据统计分析

用 Excel 软件处理数据和绘图,SPSS 19.0 软件进行数据统计分析并采用 Duncan's 新复极差法^[3]进行差异显著性检验($P \leq 0.05$)。本文同一图中标有不同小写字母表示在 5% 水平上差异显著。

2 结果与讨论

2.1 ‘糊烟’净油最佳提取条件的确定

2.1.1 料液比对净油得率的影响

图1(A)可看出:随着料液比例的增大,‘糊烟’净油提取率持续增加,差异显著。当料液比为 1:10 (g/mL)时提取率最高,达到 3.94%,约是 1:5 (g/mL)时的 1.63 倍。因考虑到工业生产料液比例过大会造成提取效率下降、溶剂回收成本增加、提取容器利用率低等影响,故最高料液比考虑 1:10 (g/mL)。

的提取温度。

2.1.3 提取时间对净油得率的影响

由图1(C)可知:当提取时间为 0.5 h 时,净油提取得率为 2.39%;当提取时间为 1 h 时,净油提取得率有着显著性的提高,达到 4.01%;但当提取时间大于 1 h 后随着提取温度的增加,净油提取得率基本趋于稳定,不再随时间延长而增加。因而,为避免不必要的时间浪费,提取时间可控制为 1 h。

2.1.4 循环提取次数对净油得率的影响

从图 1(D)可看出,随着浸提次数的增加,净油得率有明显增加,但在浸提两次之后,继续增加浸提次数,净油的得率增加甚微。增加浸提次数一方面

使溶剂的消耗量增加,另一方面使工艺流程时间延长,考虑生产中的成本因素,选取两次为最佳浸提次数。

2.1.5 四因素三水平正交试验

表 2 正交试验结果

Table 2 Results of orthogonal test

| 试验号 No. | 因素 Factor | | | | 提取率 Extraction yield (%) |
|------------|---------------------------------------|--|--------------------------------------|--------------------------------------|--------------------------------|
| | A 料液比 Solid-liquid ratio (g/mL) | B 提取温度 Extraction temperature (°C) | C 提取时间 Extraction duration (h) | D 提取次数 Times of extraction (n) | |
| 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.562 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 2 | 2.473 |
| 3 | 1 | 3 | 3 | 3 | 2.507 |
| 4 | 2 | 1 | 2 | 3 | 3.184 |
| 5 | 2 | 2 | 3 | 1 | 2.781 |
| 6 | 2 | 3 | 1 | 2 | 4.188 |
| 7 | 3 | 1 | 3 | 2 | 3.194 |
| 8 | 3 | 2 | 1 | 3 | 4.162 |
| 9 | 3 | 3 | 2 | 1 | 2.873 |
| K1 | 2.181 | 2.647 | 3.304 | 2.405 | |
| K2 | 3.384 | 3.139 | 2.843 | 3.285 | |
| K3 | 3.410 | 3.189 | 2.827 | 3.284 | |
| R | 1.229 | 0.543 | 0.461 | 0.880 | |

根据正交实验数据,采用回归方程系数绝对值大小和差异分析,得出单因素对‘糊烟’净油提取得率影响作用大小关系与最优提取工艺组合,结果如表 2 所示:不同因素对净油提取得率的影响为料液比 > 提取次数 > 提取温度 > 提取时间。‘糊烟’净油最佳提取工艺为 $A_3B_3C_1D_2$,即‘糊烟’净油最佳的提取工艺条件为:以正己烷为提取溶剂,按料液比 1:10(g/mL),在 55 °C 条件下,提取 2 次每次提取时间为 0.5 h。根据正交结果的到的最佳提取条件进行验证性试验,实际测得提取率为 4.193‰。

2.2 最佳脱色工艺

由图 2(A)可看出,随着活性白土用量的增加‘糊烟’净油色度逐渐下降,当活性白土用量达到 150 g/L 时净油色度值趋于稳定,为 49.35,较 50 g/L 时降低了 53.48%;而活性白土用量增加至 200 g/L 时其色度值较前一梯度略有下降,但相差甚微。说明活性白土对毛油有较好的脱色效果,但其最佳的处理效果存在一定的浓度范围,综合考虑成本与毛油的损耗所以选择 150 g/L 活性白土用量为最佳条件。

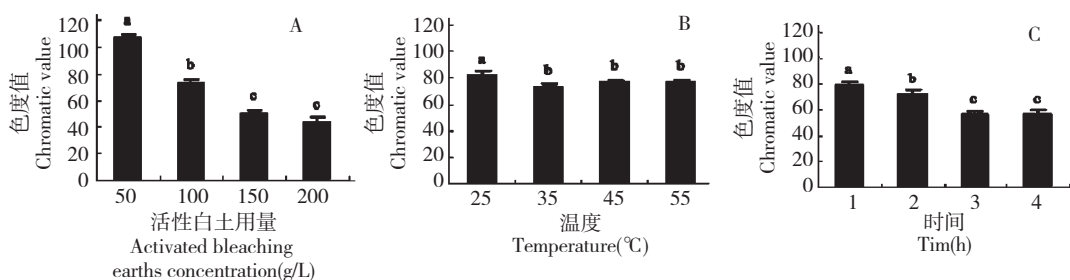


图 2 活性白土用量(A)、脱色处理温度(B)、脱色搅拌时间(C)对净油脱色效果的影响

Fig. 2 The effects of activated bleaching earths concentration (A), temperature (B) and time (C) on decoloration effect

从图2(B)可看出,此种条件下温度对活性白土脱色效果有一定影响,但总体影响不大,在35℃条件下脱色效果较好,继续增加温度则脱色效果无明显差异。为稳定产品色度值,故选择35℃条件下最为最佳的脱色处理温度。

从图2(C)可看出,随脱色处理时间的延长净油

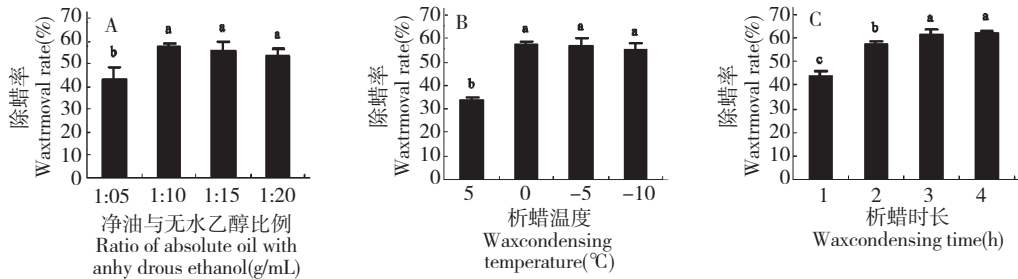


图3 净油与无水乙醇比例(A)、析蜡温度(B)、析蜡时间(C)对除蜡率的影响

Fig. 3 The effects of absolute oil/anhydrous ethanol ratio (A), wax-condensing temperature (B) and wax-condensing time (C) on wax removal rate

由图3(A)可看出,随着净油浸膏与无水乙醇比例逐渐增大,在1:10时除蜡率明显上升,为57.09%,当继续增加乙醇比例时除蜡率没有明显升高的现象,并稍有降低的趋势,但差异不明显。分析原因可能是当无水乙醇使用量较低时蜡质分离不够彻底,蜡质中会含有一部分净油成分,当无水乙醇使用量较高时又有少部分蜡质溶于乙醇中无法析出,因此选择1:10(g/mL)为最佳的净油浸膏与无水乙醇除蜡比例。

由图3(B)可看出,随着析蜡储存温度降低,除蜡率逐渐升高,温度降低至0℃以下时基本保持稳定。由于温度下降,降低了蜡质在无水乙醇中的溶解度,所以温度过低可能会导致净油成分的流失,造成净油提取得率的下降,综合考虑选择0℃为最佳的析蜡温度。

由图3(C)可看出,随着析蜡时间的延长除蜡率逐渐提高,当析蜡时间超过4h时除蜡率基本稳定。可能是蜡质析出是一个缓慢的过程,到达4h后蜡质结晶过程基本完成,所以为节约操作时间,选择4

色度值逐渐降低,当搅拌脱色达3h后净油的色度值基本稳定。原因可能是此时已达到活性白土吸附饱和度,再延长脱色时间已无意义,所以最佳的脱色搅拌时长不宜超过3h。

2.3 最佳除蜡工艺

h为最佳的处理时间。

2.4 净油成分分析结果

由表(3)可以看出从‘糊烟’净油中分析鉴定出52种挥发性成分,主要包括酮醛类、醇酚类、酯类、烷烃类、大量杂环化合物类、高级脂肪烃与其它中性成分。其中保留时间在11.939、23.279、37.566、44.077min时这四个峰面积较大、相对含量较高。它们分别是右旋萜二烯(7.774%)、烟碱(24.430%)、新植二烯(20.154%)、植物醇(8.960%)。属于烟草致香成分还有:角鲨烯、反式角鲨烯、植酮、棕榈酸乙酯、 β -紫罗兰酮、二氢猕猴桃内酯、 α -大马酮等。

使用正己烷提取的‘糊烟’净油与有关文献报道的采用其它溶剂或方法提取的烟草净油或精油挥发性成分有一定差异,其中鸢尾酮、罗勒烯、别罗勒烯、反式-异柠檬烯、右旋萜二烯、 α -(甜)没药烯、天然维生素E等是在烟草净油中首次发现,造成不同主要原因可能是由于糊烟叶是通过特殊的发酵工艺制作而成的,在发酵过程中可能存在物质转化^[6]。

表3 ‘糊烟’净油挥发性成分分析结果

Table 3 Analysis result of volatile compounds in ‘paste’ tobacco absolute oil

| 序号 No. | 保留时间 t_r (min) | 分子量 Molecular weight | 化合物名称 Compounds name | 英文名称 English name | 分子式 Molecular formula | 相对含量 Relative amount (%) |
|-----------|---------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|-----------------------------|
| 1 | 6.422 | 106.17 | 1,2-二甲苯 | 1,2-Xylene | C ₈ H ₁₀ | 0.100 |
| 2 | 8.895 | 136.232 | 5,6-三甲基-1,3,6-庚二烯 | 2,5,6-Trimethyl-1,3,6-heptatriene | C ₁₀ H ₁₆ | 0.141 |

| | | | | | | |
|----|--------|----------|------------------|--|-------------------|--------|
| 3 | 9.153 | - | - | - | - | 0.049 |
| 4 | 10.453 | 138.252 | 6-二甲基-2-反式-6-辛二烯 | 2,6-Octadiene | $C_{10}H_{18}$ | 0.257 |
| 5 | 10.612 | 122.17 | 对甲基苄醇 | 4-Methylbenzyl alcohol | $C_8H_{10}O$ | 0.145 |
| 6 | 10.983 | 110.19 | 6-甲基-1,5-庚二烯 | 6-Methyl-1,5-heptadiene | C_8H_{14} | 0.493 |
| 7 | 11.523 | 136.23 | 反式-异柠檬烯 | Trans-IsoliMonene | $C_{10}H_{16}$ | 0.225 |
| 8 | 11.640 | 138.25 | 3-甲基-6-异丙基环己烯 | 3-Methyl-6-isopropyl-1-cyclohexene | $C_{10}H_{18}$ | 2.317 |
| 9 | 11.769 | 134.22 | 邻异丙基甲苯 | 1-Methyl-2-(1-methylethyl) benzene | $C_{10}H_{14}$ | 0.194 |
| 10 | 11.939 | 136.23 | 右旋萜二烯 | (+)-Limonene | $C_{10}H_{16}$ | 7.774 |
| 11 | 12.185 | - | - | - | - | 0.102 |
| 12 | 12.308 | - | - | - | - | 0.121 |
| 13 | 12.698 | 136.23 | (E)-B-罗勒烯 | (E)-3,7-dimethylocta-1,3,6-triene | $C_{10}H_{16}$ | 0.065 |
| 14 | 14.156 | 132.20 | 1-烯丙基-2-甲苯 | 1-Allyl-2-methylbenzene | $C_{10}H_{12}$ | 0.183 |
| 15 | 14.296 | 136.23 | 1-乙基-6-亚乙基环己烯 | 1-Ethyl-6-ethylidene | $C_{10}H_{16}$ | 0.115 |
| 16 | 15.651 | 136.24 | 别罗勒烯 | Allo-ocimene | $C_{10}H_{16}$ | 0.135 |
| 17 | 16.087 | 136.24 | 罗勒烯 | Ocimene | $C_{10}H_{16}$ | 0.177 |
| 18 | 17.323 | 136.23 | 松油烯 | 1,3-Cyclohexadiene | $C_{10}H_{16}$ | 0.200 |
| 19 | 17.730 | 316.48 | 二十碳五烯酸甲酯 | Methyl eicosapentaenoate | $C_{21}H_{32}O_2$ | 0.136 |
| 20 | 22.481 | 164.24 | 对丁基苯甲醇 | 4-Butylbenzyl alcohol | $C_{11}H_{16}O$ | 0.164 |
| 21 | 23.279 | 162.23 | 烟碱 | L-nicotine | $C_{10}H_{14}N_2$ | 24.430 |
| 22 | 23.891 | 136.23 | 萜品油烯 | Terpinolene | $C_{10}H_{16}$ | 0.253 |
| 23 | 24.188 | 282.55 | 植烷 | Phytane | $C_{20}H_{42}$ | 0.253 |
| 24 | 26.628 | 222.37 | 里哪醇 | Farnesol | $C_{15}H_{26}O$ | 1.092 |
| 25 | 26.895 | 282.55 | 正二十烷 | N-eicosane | $C_{20}H_{42}$ | 0.378 |
| 26 | 26.988 | 410.72 | 反式角鲨烯 | Trans-squalene | $C_{30}H_{50}$ | 1.153 |
| 27 | 28.461 | 206.32 | 2,4-二叔丁基苯酚 | 2,4-Di-tert-butylphenol | $C_{14}H_{22}O$ | 0.820 |
| 28 | 28.543 | 206.32 | 鸢尾酮 | Irone | $C_{14}H_{22}O$ | 0.485 |
| 29 | 28.920 | 180.24 | 二氢猕猴桃内酯 | (2,6,6-Trimethyl-2-hydroxycyclohexylidene) acetic acid lactone | $C_{11}H_{16}O_2$ | 0.323 |
| 30 | 30.771 | 270.49 | 硬脂醇 | 1-Hydroxyoctadecane | $C_{18}H_{38}O$ | 0.883 |
| 31 | 32.972 | 204.35 | 长叶蒎烯 | (+)-Alpha-longipinene | $C_{15}H_{24}$ | 0.115 |
| 32 | 34.180 | 194.36 | 1-十四炔 | 1-Tetradecyne | $C_{14}H_{26}$ | 0.200 |
| 33 | 34.617 | 196.3721 | 2-己基-1-辛烯 | 2-Hexyl-1-octene | $C_{14}H_{28}$ | 0.789 |
| 34 | 37.566 | 278 | 新植二烯 | Neophytadiene | $C_{20}H_{38}$ | 20.154 |
| 35 | 37.667 | 268.48 | 植酮 | Fitone | $C_{18}H_{36}O$ | 2.033 |
| 36 | 39.351 | 410.72 | 角鲨烯 | Squalene | $C_{30}H_{50}$ | 3.058 |
| 37 | 39.460 | 262.43 | 金合欢基丙酮 | Farnesylacetone | $C_{18}H_{30}O$ | 0.522 |
| 38 | 40.526 | 278.34 | 邻苯二甲酸二丁酯 | Dibutyl phthalate | $C_{16}H_{22}O_4$ | 1.687 |
| 39 | 40.643 | 292 | 植物呋喃 | 3-(4,8,12-Trimethyltridecyl) furan | $C_{20}H_{36}O$ | 1.885 |
| 40 | 41.297 | 284.48 | 棕榈酸乙酯 | Ethyl palmitate | $C_{18}H_{36}O_2$ | 0.823 |
| 41 | 43.903 | 192.3 | β -紫罗兰酮 | β -Ionone | $C_{13}H_{20}O$ | 3.257 |
| 42 | 44.077 | 296.531 | 植物醇 | Phytol | $C_{20}H_{40}O$ | 8.960 |
| 43 | 45.130 | 308.4986 | 亚油酸乙酯 | Ethyl linoleate | $C_{20}H_{36}O_2$ | 2.242 |
| 44 | 45.265 | 310.5145 | 油酸乙酯 | Ethyl oleate | $C_{20}H_{38}O_2$ | 1.850 |

| | | | | | | |
|----|--------|----------|----------------------|---|--|-------|
| 45 | 45.496 | 206.32 | β -甲基紫罗兰酮 | β -Methylionone | C ₁₄ H ₂₂ O | 1.891 |
| 46 | 46.038 | 148.20 | 2-烯丙基-6-甲基苯酚 | 2-Allyl-6-methylphenol | C ₁₀ H ₁₂ O | 1.685 |
| 47 | 46.585 | 192.2973 | α -大马酮 | α -Damascone | C ₁₃ H ₂₀ O | 1.345 |
| 48 | 49.614 | 204.3511 | α -(甜)没药烯 | α -Bisabolene | C ₁₅ H ₂₄ | 1.391 |
| 49 | 51.281 | 152.23 | 2,4,6-三甲基-3-环己烯-1-羧醛 | 3-Cyclohexene-1-carboxaldehyde, 2,4,6-trimethyl | C ₁₀ H ₁₆ O | 0.625 |
| 50 | 58.930 | 412.69 | 醋酸豆甾醇 | Stigmasterol | C ₂₉ H ₄₈ O | 0.554 |
| 51 | 60.152 | 386 | 胆固醇 | Cholesterol | C ₂₇ H ₄₆ O | 0.836 |
| 52 | 60.454 | 430.71 | 天然维生素 E | Tocopherols | C ₂₉ H ₅₀ O ₂ | 0.727 |
| 合计 | | | | | | 99.79 |

3 结论

本文以四川什邡地区特有的‘糊烟’为原料,正己烷为溶剂,利用 200 L 中试实验设备进行净油提取,并采用脱色、脱蜡工艺手段,对提取得到的‘糊烟’净油进行精制处理。通过单因素和正交试验设计,得出‘糊烟’净油最优提取工艺为:料液比 1:10 (g/mL);提取温度 55 °C;提取 2 次;每次提取时间 0.5 h。该条件下进行提取验证‘糊烟’净油提取得率为 4.193% 达到最大值,说明该提取工艺达到了较理想的优化效果。

通过单因素筛选,得出‘糊烟’净油最佳的精制条件,其中脱色条件为:35 °C 条件下每升净油溶液中加入活性白土 150 g 密封搅拌脱色 3 h 效果最佳。除蜡条件为:加热条件下每克‘糊烟’净油加入 10 mL 无水乙醇充分溶解,放入 0 °C 条件下析蜡 4 h 效果最佳。

对采用此方法提取精制所得的‘糊烟’净油进行了 GC-MS 分析,共鉴定出 52 种化合物,其中包括大量的烟草致香成分,同时还有几种成分在其它烟草净油(精油)或提取物中未曾见相关检出报告,这可能就是造成四川‘糊烟’特征所在。因此开发具

有四川特色烟草净油或致香成分,用于卷烟加香,赋予卷烟独特的烟草本香,并对当前低焦油卷烟的开发提供原料,具有重要的实际应用价值。

参考文献

- Xia SH (夏绍华). The dilemma and way out of Shifang Sun-cured tobacco production base. *Tobacco Sci Technol* (烟草科技), 1996, 3: 29.
- Zhao YX (赵奕熹). Study on chemical composition of fermented Sun-cured tobacco soaked in extract of coking rice. Chengdu: Sichuan Agricultural University, MSc. 2013.
- Xu XH (徐向宏), He MZ (何明珠). The test design and the Design-Expert, SPSS application. Beijing: Science Press, 2010. 147-157.
- Li ML (李孟楼), Zhuang SH (庄世宏). Study on decoloration of prickly ash seed oil. *Acta Botan Boreali-occidentalia Sin* (西北植物学报), 2002, 6: 1460-1464.
- Li F (李峰). Study on the determination method of aroma components of tobacco and tobacco essence. Guangzhou: South China University of Technology, MSc. 2010.
- Zhu DH (朱大恒), Han JF (韩锦峰), Yu JC (于建春), et al. Study on changes of aroma components in flu-cured tobacco during fermentation and aging. *Acta Tabacaria Sin* (中国烟草学报), 1999, 4: 6-11.

(上接第 1966 页)

- Song CH (宋春红), Li RF (李瑞峰). Role of nitric oxide in the pathogenesis of type 2 diabetes mellitus. *Chin J Endocrinol Metabol* (中华内分泌代谢杂志), 2005, 226: 409-419.
- Zhao LJ (赵莉娟), Feng JL (冯俊俐). Traditional Chinese medicine treatment of type 2 diabetes insulin resistance. *World J Integr Tradit Western Med* (世界中西医结合杂志). 2008, 2: 111-112.

- Wang XY (汪晓云), Liao KL (廖昆灵), Lu W (卢薇), et al. Relationship between nitric oxide and insulin resistance in type 2 diabetes mellitus. *Guizhou Med J* (贵州医药), 2001, 25: 18-19.
- Kelsey MM, Forster JE, Van Pelt RE, et al. Adipose tissue insulin resistance in adolescents with and without type 2 diabetes. *Pediatric Obesity*, 2014, 9: 373-382.