

沙棘籽油的提取及其在卷烟中的应用

闫克玉¹, 杜紫娟¹, 王 勇²

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002;

2. 红塔烟草(集团)有限责任公司 昭通卷烟厂, 云南 昭通 657000)

摘要: 采用溶剂法, 利用索氏抽提器提取沙棘籽油, 用 GC-MS 对沙棘籽油脂肪酸成分进行分离鉴定, 共鉴定出 15 种脂肪酸成分, 其中不饱和脂肪酸占总量的 67.78%, 主要是亚麻酸, 占不饱和脂肪酸的 93.21%; 饱和脂肪酸主要是棕榈酸, 占饱和脂肪酸的 70.79%。单料烟加香试验结果表明, 沙棘籽油能与烟香协调, 提高香气质, 增加香气量, 同时, 还有减轻刺激性, 去除杂气和改善余味的作用, 更适合加到清香型单料烟中, 且添加量以烟丝质量的 1‰~1.5‰较为合适。

关键词: 沙棘籽油; 溶剂提取法; 单料烟; 加香

中图分类号: S793.6 文献标识码: A 文章编号: 1004-3268(2010)05-0044-04

Extracting of Sea Buckthorn Oil from *Hippophae rhamnoides* Seed and Its Applications in Tobacco

YAN Ke-yu¹, DU Zi-juan¹, WANG Yong²

(1. College of Food and Biology Engineering, Zhengzhou University of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;

2. Yunnan Zhaotong Hongta Tobacco(Group)Co., Ltd Zhaotong 657000, China)

Abstract: Sea Buckthorn oil was exacted from *Hippophae rhamnoides* seeds by solvent method, then it was analyzed with GC-MS method. The results showed that 15 fatty acid in the Sea Buckthorn oil were identified. The main fatty acid were unsaturated, 9, 12, 15-Octadecatrienoic acid (93.21%) among them. The major saturated fatty acid was Hexadecanoic acid, its content was 70.79%. The Sea Buckthorn oil was applied in cigarette as tobacco flavorant. The result indicated that it could harmonized with tobacco flavor, increasing aroma quality as well as quantity. At the same time, it could reducing offensive odor and improving aftertaste. Biocides it was better added in faint scent tobacco with the suitable additive ratio of 1‰to 1.5‰.

Key words: Sea Buckthorn oil; Solvent method; Mono tobacco; Cigarette flavorings

沙棘(*Hippophae rhamnoides* L.)为胡颓子科植物, 由于沙棘油富含维生素、黄酮及各种不饱和脂肪酸、氨基酸及多种微量元素等活性物质, 对扩张冠状动脉血管, 降低胆固醇, 防止动脉硬化, 烧伤、烫伤、刀伤、冻伤和放射性损伤、胃肠道溃疡、消化不良症、宫颈糜烂、咽炎、扁桃体腺炎、牙周炎、沙眼均有较好的疗效, 多用于食品、医药、保健等行业, 具有较高

的经济价值, 在生物学、医学方面已有较多报道^[1-4]。刘建福等^[5]将维生素 E、维生素 A 加到卷烟中, 考察了其对于卷烟自由基的清除效果, 结果表明, 添加了维生素 E、维生素 A 的卷烟, 主流烟气中自由基降低了 40%。Russo^[6, 7]则发明了含维生素 E 的烟草制品, 能够降低抽烟对喉部和肺部的刺激性。R. 科什等^[8]将羟基肉桂酸及其衍生物、β-胡萝卜素和维生素 E 等

收稿日期: 2009-10-28

基金项目: 河南省烟草专卖局科技攻关项目(豫烟科(2006)7号)

作者简介: 闫克玉(1950-), 男, 河南沈丘人, 教授, 硕士研究生导师, 主要从事烟草原料学、烟草化学、卷烟工艺学的教学和科研工作。E-mail: yankeyu411@126.com

天然物质加入卷烟或其滤嘴中,结果表明,可以降低烟气自由基和吸烟的危害。余振华等^[9]将红花净油应用于卷烟中,结果表明,红花提取物可以醇和卷烟吸味,增加烟气浓度,改善香气质,丰富烟香。而沙棘籽油含有丰富的维生素 E,具有较强的抗氧化性,可减少卷烟自由基生成,降低吸烟对人体的危害。此外沙棘油富含胡萝卜素和类胡萝卜素,氧化降解后可产生许多重要的卷烟香气物质,可以提高卷烟香气量^[10]。然而,沙棘油在卷烟中的应用研究报道较少。为此,采用索氏抽提法提取沙棘籽油,经水解甲基化后,利用气相色谱-质谱(GC-MS)技术分析其脂肪酸成分,并进行单料烟加香试验,以期对沙棘籽油的综合利用提供理论依据。

1 材料和方法

1.1 供试材料

沙棘籽,购于山西省关帝山国有林管理局南海滩林场;单料烟样品:A 浓香型(唐河 B₂F,襄县 C₃F,卢氏 X₂F);B 清香型(大理 B₂F,曲靖 C₃F,大理 X₂F)。

氢氧化钾(天津市凯通化学试剂有限公司)、无水乙醇、石油醚(60~90℃,天津市德恩化学试剂有限公司)、无水乙醚(天津市化学试剂三厂)。以上试剂均为分析纯。甲醇:高效液相色谱级,天津市科密欧化学试剂有限公司。

PL203 型电子天平:量程 210 g,感量 0.001 g,梅特勒-托利多仪器有限公司;电热恒温水浴锅:北京医疗设备总厂;HH-4 数显恒温水浴锅:金坛市华峰仪器有限公司;DHG-9145A 型电热恒温鼓风干燥箱:上海一恒科技有限公司;FSJ-114 型植物样本粉碎机:农牧渔业部扶沟科学仪器厂;SHB-II 型循环水式多用真空泵:郑州长城科工贸有限公司;RE-52A 旋转蒸发器:上海亚荣生化仪器厂;6890/5973N 型气-质谱联用仪:安捷伦科技有限公司;法国 KBF 240 恒温恒湿箱:香港路易企业有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 沙棘籽油的提取 准确称取沙棘籽粉末,烘干至恒定质量后,过筛,取粒度介于 0.180~0.250 mm 的沙棘籽粉末若干,用滤纸筒包好,置于索氏漏斗中,按比例加入石油醚(60~90℃),85℃下水浴加热浸提 8 h,冷却,用旋转蒸发器减压回收溶剂。提取物在干燥箱中烘干去除残留溶剂,冷却,密封保存备用。

1.2.2 沙棘籽油的甲基化及成分分析 水解-甲

基化:用移液管吸取沙棘籽油 0.5 mL,置于 25 mL 容量瓶中,加入乙醚-正己烷(2:1)2.5 mL,甲醇 2.5 mL,0.8 mol/L 氢氧化钾-甲醇溶液 2.5 mL,摇匀后静置 5 min。加蒸馏水至刻度,吸取上层溶液,待做 GC-MS 分析。

沙棘籽油的 GC-MS 分析色谱试验条件:HP-5MS 型弹性石英毛细管柱(30.0 m×250 μm×0.25 μm);载气:氦气;流速:1 mL/min,溶剂延迟 5 min;进样方式:分流,分流比 10:1;进样口温度 250℃,进样量 1 μL。程序升温:初始温度 80℃,保持 2 min,然后以 5℃/min 的速率升至 280℃,并保持 10 min。

质谱试验条件:电离方式为电子轰击(EI),电子能量 70 eV,离子源温度 230℃,四级杆温度 150℃,电子倍增器电压 2635 V,质量扫描范围 30~550 amu,传输线温度 250℃,溶剂延迟 3 min。对采集到的质谱图用 Nist 02 谱库进行检索。

1.2.3 沙棘籽油在单料烟中的加香与评吸试验 取在温度(22±1)℃,相对湿度(60±2)%条件下平衡好的单料烟丝各 4 份,每份 10 g,按烟丝质量的 0.5%、1%、1.5%分别用电子天平称取沙棘油,适量无水乙醇溶解(稀释)后,用喉头喷雾器均匀地喷在烟丝上,然后将加香和未加香烟丝样品放在温度(22±1)℃,相对湿度(60±2)%的恒温恒湿箱中平衡 48 h,后,用填烟器分别将烟丝填成烟支,再在温度(22±1)℃,相对湿度(60±2)%的恒温恒湿箱中继续平衡 48 h,然后由郑州轻工业学院烟草工程系卷烟评吸小组评吸。

2 结果与分析

2.1 沙棘籽油提取结果

以石油醚 60~90℃做提取溶剂,采用索氏抽提,所得沙棘籽油为棕红色透明油状液体。

2.2 沙棘籽油 GC-MS 分析结果

沙棘籽油甲基化后,经过 GC-MS 分析,对采集到的图谱用 Nist 02 谱库进行检索,并通过查阅有关文献质谱确认,其脂肪酸化学成分分析结果的质谱见图 1,分析结果见表 1。共鉴定出 15 种化合物成分,采用峰面积归一法计算各成分相对含量,其中不饱和脂肪酸占 67.78%,主要成分为亚麻酸,占不饱和脂肪酸的 93.21%;饱和脂肪酸主要成分是棕榈酸,其含量为饱和脂肪酸的 70.79%,其次为硬脂酸,占饱和脂肪酸的 19.37%。这与所查文献^[1-3]有一定的出入,可能是因为沙棘的产地及所用提取方法不同所致。

沙棘油中半挥发性脂肪酸如豆蔻酸、棕榈酸、硬

脂酸等饱和脂肪酸,主要作用是增加烟气的蜡味、脂肪味,使烟气平和^[10]。Davis 认为^[11],不饱和脂肪酸如亚油酸和亚麻酸,增加烟气的丰满度和粗糙感。Enzell 等认为^[12],不饱和脂肪酸分解生成低级醛和低级醇类,如己烯醛和己烯醇等。新烟的刺激性和青杂

气与不饱和脂肪酸密切相关;但在自然醇化过程中,不饱和脂肪酸显著减少,代谢产物中仅己烯醛和乙酸己烯酯 2 种成分增加。而 Matsushima 等认为^[13],烤烟精油的油臭气息与不饱和脂肪酸密切相关,不饱和脂肪酸是烤烟主要的致香成分之一

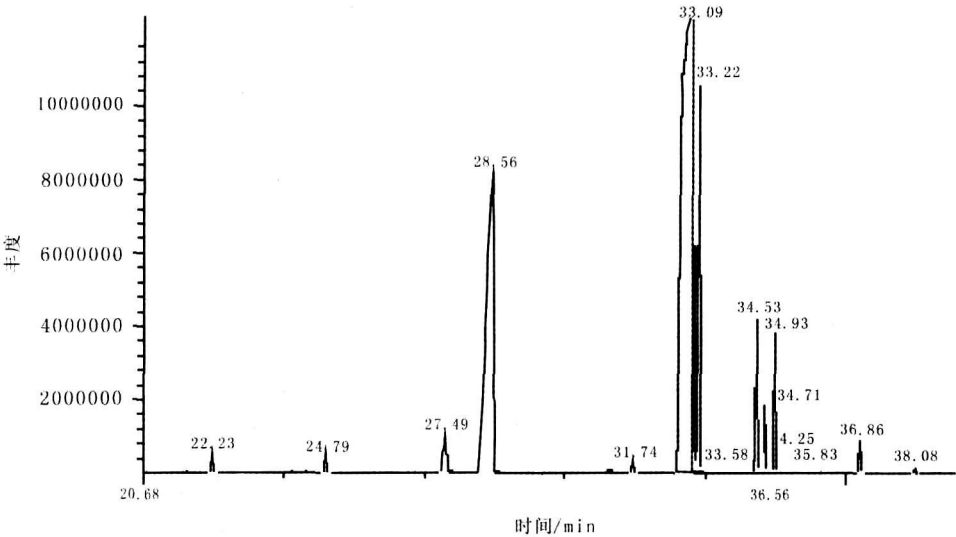


图 1 沙棘籽油脂肪酸 GC-MS 色谱

表 1 沙棘籽油成分 GC-MS 分析结果

序号	保留时间/ min	化合物 名称	相对含 量/%	匹配度
1	22.22	肉豆蔻酸甲酯	0.33	99
2	24.80	十五碳酸甲酯	0.38	99
3	27.49	9-十六烯酸甲酯	1.25	99
4	28.56	棕榈酸甲酯	22.81	99
5	31.74	十七碳酸甲酯	0.16	99
6	33.04	亚麻酸甲酯	63.08	99
7	33.22	硬脂酸甲酯	6.24	99
8	33.58	亚麻酸乙酯	0.10	99
9	34.28	3-十三碳烯酸-1-炔	0.09	80
10	34.53	17-十八碳烯-1-炔-1-醇	2.05	78
11	34.71	11-二十碳烯酸甲酯	1.11	99
12	34.92	二十烷酸甲酯	1.68	99
13	35.83	二十一碳酸甲酯	0.09	99
14	36.86	二十二烷酸甲酯	0.52	99
15	38.08	二十三碳酸甲酯	0.11	97

2.3 沙棘籽油在单料烟中的加香与评吸结果

从表 2 可以看出,对于浓香型单料烟卢氏 X₂F,

添加 0.5 %的沙棘籽油,可以提高香气质,增加香气量,突出清香,增加烟气浓度,沙棘籽油能与烟香协调,使烟气细腻柔和,成团性好,余味有所改善,但是干喉;当添加剂用量再增加,达到 1 %~1.5 %时,效果不明显。对于浓香型单料烟唐河 B₂F,添加 0.5 %的沙棘油,可以提高香气质,增加香气量,减少杂气和刺激性,余味有所改善;但当添加量达到 1 %、1.5 %时,没有继续改善。对于浓香型单料烟襄县 C₃F 和清香型单料烟大理 B₂F、曲靖 C₃F、大理 X₂F,添加沙棘籽油后,能够提高香气质,增加香气量,减少杂气和刺激性,改善余味,并且随着沙棘籽油用量的增加,效果进一步增强,当增加到 1.5 %时,效果不明显。

由以上分析可知:单料烟中加入沙棘籽油后,能与烟香协调,提高香气质,增加香气量,同时,还有减轻刺激性,去除杂气和改善余味的作用。

表 2 沙棘籽油在单料烟中的加香评吸结果

样品	添加量/ %	评吸结果
卢氏 X ₂ F	0.5	提高香气质,增加香气量,突出清香,烟气浓度增大,变细腻、成团,但是干喉,余味改善
	1.0	不再改善
	1.5	不再改善
襄县 C ₃ F	0.5	稍提高香气质,增加香气量,稍减少杂气和刺激性,改善余味
	1.0	进一步提高香气质,增加香气量,减轻刺激性
	1.5	略进一步提高香气质,减轻杂气

续表 2 沙棘籽油在单料烟中的加香评吸结果

样品	添加量/ %	评吸结果
唐河 B ₂ F	0.5	提高香气质, 增加香气量, 减少杂气和刺激性, 改善余味
	1.0	不再改善
	1.5	不再改善
大理 X ₂ F	0.5	提高香气质, 增加香气量, 减少杂气, 改善余味
	1.0	进一步提高香气质, 增加香气量, 减少杂气
	1.5	略进一步提高香气质, 增加香气量, 减少刺激性
曲靖 C ₃ F	0.5	提高香气质, 增加香气量, 减小杂气和刺激性, 改善余味
	1.0	进一步提高香气质, 增加香气量, 减小杂气和刺激性, 改善余味
	1.5	略进一步提高香气质, 增加香气量, 其他无改善
大理 B ₂ F	0.5	提高香气质, 增加香气量, 改善余味
	1.0	进一步提高香气质, 增加香气量, 减小杂气和刺激性
	1.5	略进一步提高香气质, 增加香气量, 减小杂气和刺激性

3 结论

采用溶剂提取法, 用索氏抽提器提取沙棘籽油, 并利用气相色谱—质谱仪对沙棘籽油脂脂肪酸成分进行了分离鉴定, 共鉴定出 15 种脂肪酸成分, 并用峰面积归一法测定了各种成分的相对含量。其中不饱和脂肪酸占 67.78%, 主要成分为亚麻酸, 占不饱和脂肪酸的 93.21%; 饱和脂肪酸主要是棕榈酸, 其含量为饱和脂肪酸的 70.79%, 其次为硬脂酸, 占饱和脂肪酸的 19.37%。加香试验结果表明, 单料烟中加入沙棘籽油后, 能与烟香协调, 提高香气质, 增加香气量, 同时, 还有减轻刺激性, 去除杂气和改善余味的作用。在卷烟加香中, 沙棘籽油更适合添加到清香型单料卷烟中, 若加到浓香型单料卷烟中, 效果虽然有所提高, 但改善不明显。本试验条件下, 沙棘籽油的添加量以烟丝质量的 1%~1.5% 较为合适。

参考文献:

[1] 薄海波, 秦榕. 沙棘果油与沙棘籽油脂脂肪酸成分对比研究[J]. 食品科学, 2008, 5(29): 378.

[2] 于长青, 阳辉文. 沙棘油的特性及超临界 CO₂ 提取工艺[J]. 甘肃轻纺科技, 1998(4): 22.

[3] 李晓花, 孔令学, 刘洪章. 沙棘有效成分研究进展[J]. 吉林农业大学学报, 2007, 29(2): 162-167.

[4] 金婷, 徐雅琴, 李兴国. 沙棘中活性物质及其应用[J].

沙棘, 2005, 2(18): 24-26.

[5] 刘建福, 尹大锋, 谭新良, 等. 低焦油、低自由基、富硒烤烟型卷烟的研制[J], 中国烟草学报, 2001, 7(3): 11-14.

[6] Russo J D. Tobacco products with dry powdered vitamin E; US, 6079418[P]. 2000-06-27.

[7] Russo J D. Cigarette with dry powered vitamin E; US, 6082370[P], 2000-07-04.

[8] R ° 科什, W ° 勒帕, W ° 韦登璠. 含抗氧化性天然物质的烟草制品或类似烟草制品的材料及其制备方法: 中国, 1148324[P]. 1997-04-23.

[9] 余振华, 张勃, 包崇彦, 等. 云南红花净油的提取及其在卷烟中的应用效果研究[J]. 河南农业科学, 2010(2): 44-48.

[10] 闫克玉. 烟草化学[M]. 郑州: 郑州大学出版社, 2002: 177-178.

[11] Davis D L. Waxes and lipids in leaf and their relation to smoking quality and aroma[J]. Rec. Adv. Tob. Sci. 1976(2): 80-109.

[12] Enzell C R, Wahlberg I. Leaf composition in relation to smoking quality and aroma[J]. Rec Adv Tob Sci, 1980(6): 64, 121.

[13] Matsushima S, Ishiguro S, Sugawara S Relationship between composition of tobacco essential oils and its aroma[J]. Nippon Nogeikagaku Kaishi, 1980, 54(12): 1027-1035.