

# 众香子叶油挥发性成分分析及其在卷烟中的应用

王花俊<sup>1</sup>, 荆晓艳<sup>1</sup>, 刘利锋<sup>2</sup>, 张峻松<sup>1</sup>

(1. 郑州轻工业学院 食品与生物工程学院, 河南 郑州 450002; 2. 山东中烟工业公司技术中心, 山东 青岛 266101)

**摘要:** 为分析众香子叶油挥发性成分及其在卷烟中的应用效果, 采用同时蒸馏萃取与毛细管气相色谱-质谱联用技术检测众香子叶提取物挥发性成分, 共分离出 36 种成分(占总峰面积的 91.43%), 并确认了其中的 29 种成分, 之后采用面积归一化法测定了各种成分的含量, 其主要成分为: 丁香酚(30.84%)、4-甲基-5-(3-甲基-5-异恶唑基)-噻唑(11.86%)、异丁香酚(10.44%)、桉树脑(6.01%)、1,5,5,8-四甲基橙花叔醇(3.64%)等。卷烟加香试验结果表明: 众香子叶油能有效掩盖卷烟杂气, 使烟气柔和、香气细腻, 明显改进烟气质量, 其中施加量为 0.02% 时效果较佳。

**关键词:** 众香子叶油; 挥发性成分; 同时蒸馏萃取; 气相色谱-质谱法; 卷烟加香

中图分类号: TS264.3 TS426 文献标志码: A 文章编号: 1004-3268(2013)03-0143-03

## Analysis of Volatile Components in *Pimenta dioica* Leaf Oil and Its Application in Cigarette

WANG Hua-jun<sup>1</sup>, JING Xiao-yan<sup>1</sup>, LIU Li-feng<sup>2</sup>, ZHANG Jun-song<sup>1</sup>

(1. School of Food and Bioengineering, Zhengzhou Institute of Light Industry, Zhengzhou 450002, China;

2. China Tobacco Shandong Industrial Corporation Technology Center, Qingdao 266101, China)

**Abstract:** In order to analyze volatile components in *Pimenta dioica* leaf oil and its application in cigarette, the aroma components of *Pimenta dioica* were extracted by simultaneous distillation and extraction equipment (SDE). Thirty-six aroma components were isolated by capillary GC-MS method, amounting to 91.43% of total mass fraction, and 29 compounds of them were identified. The relative contents were determined by area normalizing method, indicating that the main flavor compounds were eugenol (30.84%), 4-methyl-5-(3-methyl-5-isoxazolyl)-thiazole (11.86%), isoeugenol (10.44%), cajeputol (6.01%), 1,5,5,8-methyl nerolidol (3.64%), etc. In the tobacco flavoring experiment, it showed that extraction of *Pimenta dioica* could efficiently reduce offensive odor, make tobacco smoke smooth and fine, and improve smoking quality of the cigarettes.

**Key words:** *Pimenta dioica* leaf oil; volatile components; SDE; GC-MS; cigarette flavouring

众香子 [*Pimenta dioica* (L)] 为桃金娘科众香属植物, 别名多香果、玉桂子、百味胡椒<sup>[1]</sup>。野生于东印度群岛、西印度群岛及中美洲, 现主要产于牙买加、中国、墨西哥、洪都拉斯、危地马拉及巴西等国。我国广东、海南及福建已有多年的引种历史<sup>[2]</sup>。众香子叶片和浆果具有浓郁的香气, 具有丁香、胡椒、肉桂、肉豆蔻等多种香料的味, 广泛用于露酒调配和肉类、调味汁、调味品及其他食品的加香。此外, 众香子叶油也作为防腐剂用于肉制品中<sup>[3]</sup>。

众香子叶油的致香成分已有相关的研究报告<sup>[4-5]</sup>, 但众香子叶作为天然调味料的研究在国内尚未见报道, 尤其是关于众香子叶对卷烟的致香作用机制仍不清楚, 因此, 研究众香子叶油的挥发性成分化学组成, 对卷烟新产品开发和烟用香精的调制及卷烟品质控制均有重要意义。鉴于此, 利用同时蒸馏萃取装置提取众香子叶油的挥发性成分, 对挥发性成分进行了 GC-MS 分析, 并对其在卷烟中的加香效果进行了研究, 以为卷烟配制、产品开发和调香等提供科学指导。

收稿日期: 2012-10-10

作者简介: 王花俊(1972-), 女, 河南宝丰人, 工程师, 硕士, 主要从事香精香料及其应用研究。E-mail: shigongjw@zzuli.edu.cn

## 1 材料和方法

### 1.1 仪器、材料及试剂

1.1.1 仪器 安捷伦 GC 6890/MS 5973N 气-质联用分析仪,配有全自动进样器、G1701MSD 化学工作站和 NIST 02 标准谱库;同时蒸馏提取器,郑州市科技玻璃仪器厂生产。

1.1.2 材料及试剂 众香子叶,产于广西;二氯甲烷(分析纯),北京中联化工厂生产;无水硫酸钠(分析纯),郑州化学试剂三厂生产;正构烷烃标样( $C_6$ - $C_{44}$ ),Fluka 公司生产;试验烟丝,由山东中烟工业公司提供。

### 1.2 试验方法

1.2.1 同时蒸馏萃取 取 50 g 捣碎的众香子叶干品,放入同时蒸馏萃取装置一端的 1 000 mL 圆底烧瓶中,加入蒸馏水 400 mL,用电热套加热;装置的另一端为盛有 50 mL 二氯甲烷的 100 mL 圆底烧瓶,在 60 °C 下水浴加热,同时蒸馏萃取 3 h。提取液用无水硫酸钠干燥过夜,过滤,滤液在浓缩瓶中用 Vigreux 柱浓缩至约 2 mL,浓缩液在安捷伦 GC 6890/MS 5973N 气-质联用仪上分析。

1.2.2 GC-MS 分析条件 GC 条件:色谱柱为 HP-INNOWAX 柱 (30 m×0.25 mm×0.25  $\mu$ m),进样口温度 250 °C,载气为高纯氦气(99.99%),柱流速为 1.0 mL/min,进样量为 1  $\mu$ L,分流比 20:1,升温程序为起始温度 50 °C,保持 2 min,以 4 °C/min 的速率升至 240 °C,保持 20 min。MS 条件:用电子轰击(EI)源分析,电子能量 70 eV,电子倍增器电压 1

650 V,离子源温度 230 °C,四极杆温度 130 °C,接口温度 260 °C,选用全扫描(SCAN)模式,质量扫描范围:50~550 amu,对采集到的质谱图利用 NIST 02 谱库进行检索。

1.2.3 数据处理和质谱检索 样品经 GC-MS 分析,各分离组分利用计算机谱库(NIST/WILEY)进行检索,对主要的成分利用保留指数进行定性,并采用色谱峰面积归一化法进行相对定量。

1.2.4 众香子叶油的加香评吸试验 取众香子叶油,以梯度试验量(0.01%、0.02%、0.05%)用无水乙醇和蒸馏水稀释后均匀喷加在烟丝上(施加量以烟丝质量计),放置 4 h。将加香烟丝卷制成烟支,放入恒温恒湿箱[(22±1) °C,相对湿度 60%±2%]内平衡 48 h,请评吸小组成员按照 GB 5606.4—2005 标准进行评吸。对对照样不添加众香子叶油,仅喷加相同量无水乙醇和蒸馏水。

## 2 结果与分析

### 2.1 众香子叶油的感官特性

众香子叶油为淡黄色液体,香气特征为辛香,具有肉桂、肉豆蔻、丁香 3 种香辛料混合的温和香气,但是丁香味较突出,香气透发持久。

### 2.2 众香子叶油挥发性成分的定性、定量分析

图 1 为所得众香子叶油挥发性成分的 GC-MS 总离子流图。质谱经计算机谱库(NIST/WILEY)检索,为了进一步验证质谱检索试验结果,对众香子叶油的主要挥发性成分利用保留指数定性,结果如表 1 所示。

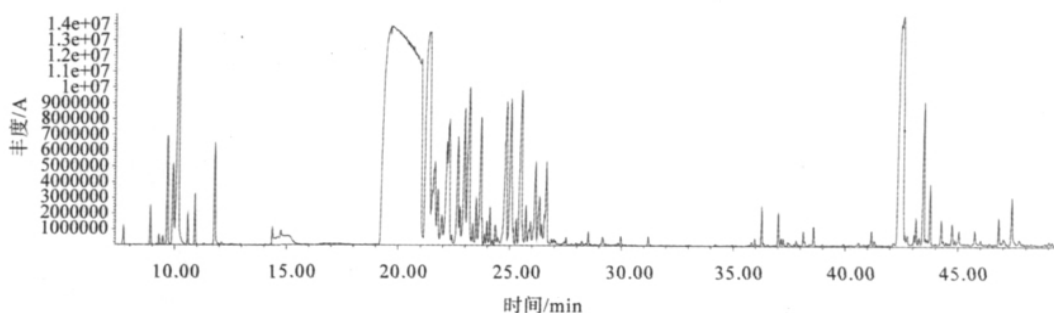


图 1 挥发油 GC-MS 分析总离子流色谱

从表 1 可知,用毛细管气相色谱法对众香子叶挥发油成分进行分析,共分离出 36 种组分(占总峰面积的 91.43%),经 GC-MS 检测和质谱解析,确定组分的结构和保留指数,并进行定性,最终鉴定出 29 种挥发性成分。

本研究中众香子叶油的主要成分为丁香酚,这与文献[6]报道的主成分相一致,但文献[6]的丁香酚含

量为 77.90%,本研究所测定的丁香酚含量为 30.84%,说明不同的提取方法及众香子叶生长的气候环境对丁香酚含量有较大影响。其他主要成分为:4-甲基-5-(3-甲基-5-异恶唑基)-噻唑(11.86%)、异丁香酚(10.44%)、桉树脑(6.01%)、1,5,5,8-四甲基橙花叔醇(3.64%)等。

表1 GC-MS分离鉴定出的众香子叶油香味化合物

序号	保留时间/min	化合物名称	含量/%
1	7.72	苾烯	0.21
2	8.92	月桂烯	0.35
3	9.30	$\alpha$ -水芹烯	0.10
4	9.47	3-萜烯	0.08
5	9.69	4-萜烯	1.29
6	9.93	对甲基伞花烃	1.48
7	10.19	桉树脑	6.01
8	10.59	$\beta$ -罗勒烯	0.26
9	10.91	$\gamma$ -松油烯	0.47
10	11.80	异松油烯	1.30
11	14.38	松油醇	0.14
12	14.75	松油醇	0.09
13	19.93	丁香酚	30.84
14	21.41	异丁香酚	10.44
15	21.66	?	1.89
16	21.79	石竹烯	0.86
17	21.96	愈创木烯	0.51
18	22.20	草烯	2.19
19	22.30	$\alpha$ -石竹烯	2.29
20	24.12	?	0.36
21	24.86	石竹烯醇	3.50
22	25.04	?	3.27
23	25.53	1,5,5,8-四甲基橙花叔醇	3.64
24	26.17	2,5-二甲氧基苯甲醛	1.52
25	26.34	萘醇	0.94
26	26.43	古巴烯	0.27
27	26.65	$\alpha$ -杜松醇	1.30
28	31.20	4,4,8-三甲基三环[6.3.1.0(1,5)] 癸烷-2,9-二醇	0.11
29	38.59	?	0.19
30	41.17	?	0.17
31	42.58	4-甲基-5-(3-甲基- 5-异恶唑基)-噻唑	11.86
32	42.76	乙酸甲基丁香酚基酯	0.14
33	43.50	1-甲基-2-[2-(4-甲基苯氧基) 乙基硫代]-苯并咪唑	2.17
34	43.78	?	0.72
35	45.75	?	0.19
36	46.80	1,2,3,4-四氢-1-[4-羟基苯]- 异喹啉-6,7-二醇	0.28

### 2.3 众香子叶油在卷烟中的加香效果

表2表明,该提取物使卷烟烟香易于协调,提高香气柔和性和透发性,增加甜润感,掩盖杂气,明显提高烟气质量。其中施加量为0.02%时效果较佳。

表2 添加众香子叶油的卷烟评吸结果

试验烟丝	施加量/%	评吸结果
玉溪 C3F (2007年)	0.01	香气较丰富,较柔和,较透发,略有杂气,略刺激,口感较干净
	0.02	丰富烟香,柔和,飘逸,微有杂气,口感清新舒适
	0.05	香气柔和,但有和烟香不协调的气息冒出,香气浑浊,刺激低

续表2 添加众香子叶油的卷烟评吸结果

试验烟丝	施加量/%	评吸结果
三门峡 X3F (2007年)	0.01	与烟香协调好,丰富性稍提高,稍有杂气,口腔略有残留
	0.02	香气质较好,较柔和,透发较好,稍有杂气,甜度较好,余味较清新较舒适,稍有残留
	0.05	香气柔和性好,香气量减少,稍浑浊
毕节 C3F (2008年)	0.01	香气质中等,稍粗糙,烟气微干,略有杂气,微有残留
	0.02	香气质较好,较细腻柔和,甜润较好,微有杂气,口感清新干净
	0.05	香气量减少,较细腻,甜度较好,略刺激

注:评吸结果以未添加众香子叶提取物的卷烟为对照。

## 3 小结

众香子叶油为淡黄色液体,香气特征为辛香,具有肉桂、肉豆蔻、丁香3种香辛料混合的温和香气,但丁香味较突出,香气透发持久。采用同时蒸馏萃取与毛细管气相色谱-质谱联用技术检测众香子叶提取物挥发性成分,确认了其中的29种成分,评吸结果表明,众香子叶油可有效掩盖卷烟杂气,使烟气柔和、香气细腻,具有明显改进烟叶香气质量的作用。

通过对众香子叶油成分分析,明确了其内在的主要化学成分组成。一些化合物如丁香酚、异丁香酚、石竹烯、1,5,5,8-四甲基橙花叔醇等是烟叶的重要香味物质,对提高卷烟的吸食品质有重要作用<sup>[7]</sup>,今后可通过不同提取方法研究其挥发油成分的差异,并进一步细化其在卷烟中的应用效果,为其在卷烟中的应用提供数据支撑。

### 参考文献:

- [1] 张承曾. 天然香料手册[M]. 北京:轻工业出版社, 1989.
- [2] 林进能. 天然食用香料生产与应用[M]. 北京:中国轻工业出版社, 1991.
- [3] 冯雪,姜子涛,李荣,等. 天然调味香料众香子精油的抗氧化性能及清除自由基能力研究[J]. 中国调味品, 2010(4):52-55.
- [4] Pino J A, Garcia J, Martinez M A. Solvent extraction and supercritical carbon dioxide extraction of *Pimenta-dioica* M. leaf[J]. J Essent Oil Res, 1997, 9:689-691.
- [5] Garcia-Fajardo J, Martinez-Sosa M, Estarron Espinosa M, et al. Comparative study of the oil and supercritical CO<sub>2</sub> extract of Mexican pimento (*Pimenta dioica* M.) [J]. J Essent Oil Res, 1997, 9:181-185.
- [6] Marongiu B, Piras A, Porcedda S, et al. Comparative analysis of supercritical CO<sub>2</sub> extract and oil of *Pimenta dioica* leaves[J]. J Essent Oil Res, 2005, 17(5): 530-532.
- [7] 李炎强,胡有持,朱忠云. 南烤烟复烤叶片陈化过程香味成分的变化及与感官评价的关系研究[J]. 中国烟草学报, 2004, 10(1):1-8.