

## 响应面法优化嘴棒功能香精及其在卷烟中的应用研究

包秀萍, 吴明美, 刘煜宇, 刘丽芬, 李红霞, 王天强, 李成斌\* (云南瑞升烟草技术(集团)有限公司, 云南昆明 650106)

**摘要** [目的]研究嘴棒功能香精配方,为改善卷烟抽吸品质提供技术和产品支撑。[方法]采用响应面法优化得到嘴棒功能香精配方 BX-01,以5%的添加量进行嘴棒加香中试,经 SPME 进行挥发性成分检测。[结果]试验可知,挥发性成分种类增加,主要体现在酮类、醛类及醇类成分。将其应用在某卷烟牌号中,经感官评吸, BX-01 能够提升卷烟甜润感、丰富烟香,改善口感和舒适性。[结论]嘴棒功能香精对卷烟抽吸品质的提升起重要作用。

**关键词** 嘴棒功能香精;响应面法;配方优化;中试;气相色谱-质谱法;感官评吸

**中图分类号** TS264.3 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2017)33-0093-03

## Study on Filter Tip Functional Flavor by Response Surface Methodology and Its Application in Cigarette

BAO Xiu-ping, WU Ming-mei, LIU Yu-yu, LI Cheng-bin\* et al (Yunnan Reascend Tobacco Technology (Group) Co., Ltd., Kunming, Yunnan 650106)

**Abstract** [Objective] To study the formula of filter tip functional flavors, and to provide technical and product support for improving cigarette smoking quality. [Method] Optimized formula of filter tip functional flavor by response surface methodology, the formulation number was BX-01, added 5% to acetate fiber by pilot test. [Result] The results of volatile components by SPME showed that the types of volatile components increased, Mainly embodied in ketones, aldehydes and alcohols components. Applied it to a cigarette brand, after sensory evaluation, the filter tip functional flavor BX-01 could enhance the sweet feeling of cigarette, rich aroma, improve taste and comfort. [Conclusion] Filter tip functional flavors played an important role in improving the quality of cigarette smoking.

**Key words** Filter tip functional flavors; Response surface methodology; Formula optimization; Pilot test; GC-MS; Sensory evaluation

增香保润<sup>[1-4]</sup>技术是当前烟草行业提升中式卷烟内在品质、增加香气量、衬托自然烟香、降低烟气干燥感、增强烟生生津感、提高卷烟舒适度的关键技术。卷烟加香加料能增补卷烟香味,增加烟气浓度,改善吃味,去除和掩盖杂气,减少刺激性,还可赋予卷烟产品特征香味,突出卷烟产品的个性化风格<sup>[5]</sup>。但传统的加香加料是在卷烟高温燃烧过程中产生或裂解出的香味成分,难以保持香味物质的有效修饰。

滤嘴作为对卷烟烟气的过滤体系,除了对卷烟烟气进行“裁剪”外,还需要对烟气进行“修饰”。滤嘴加香技术所用的香精不需要经过高温燃烧,而是直接添加在嘴棒丝束中,其香味成分被卷烟燃烧时产生的高温气流直接挥发带入口腔,与烟气融合在一起,加香效果较明显,可以较大程度地改善卷烟抽吸口感和促进香味成分的保持<sup>[6-8]</sup>。嘴棒香精具有以下几点优势:一可避免卷烟储存和燃吸过程中香料的损失及裂解;二可避免卷烟静燃期间香料的损失;三可减少烟丝和滤嘴等对香料的截留,增加转移效率。

笔者将卷烟的增香保润技术与滤嘴加香体系进行有效结合,实现增香保润技术在滤嘴中的应用,以提升卷烟抽吸品质为目标,采用响应面法<sup>[9-11]</sup>对嘴棒香精配方进行优化,开发具有彰显嘴棒香气和润感的天然功能嘴棒香精配方<sup>[12]</sup>,增强卷烟产品竞争力。

## 1 材料与方

## 1.1 材料

**1.1.1 原料。**石斛模块香基<sup>[13-14]</sup>、茶模块香基<sup>[15]</sup>、津巴布韦烟叶模块香基<sup>[16]</sup>,自产;三醋酸甘油酯,宜兴市永加化工有限公司;某 A 类卷烟,卷烟企业提供;醋纤丝束,某嘴棒厂。

**作者简介** 包秀萍(1983—),女,云南宣威人,工程师,硕士,从事烟用香精香料产品开发研究。\*通讯作者,高级工程师,从事卷烟配套技术与开发。

**收稿日期** 2017-09-08

**1.1.2 主要仪器设备。**微量注射器(1 μL),上海安亭微量进样器厂;中试实验设备 YL23 滤棒成型机,某嘴棒厂;7890A/5975C 气质联用仪,美国 Agilent;HP-5MS 弹性石英毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),美国 Agilent。

## 1.2 方法

**1.2.1 嘴棒用香精配方优化。**以天然植物功能模块在嘴棒上的初步评价效果,选择具有头香成分丰富的茶香模块,具有增加润感的石斛模块,以及具有增加烟草本香的津巴布韦模块为香基模块,通过响应面法对嘴棒香精配方进行优化。以感官评价得分为考察指标,优化原料单体配比,以获得具有最佳抽吸效果的嘴棒香精配方产品。

**1.2.2 嘴棒香精中试试验。**针对“1.2.1”优化得到的嘴棒香精配方进行在线嘴棒加香中试,采用中试试验设备 YL23 滤棒成型机进行试验,嘴棒香精按照 5% (以增塑剂的比重计)添加于增塑剂并混合均匀,含有嘴棒香精的增塑剂添加量为 8% (以丝束比重计),卷制成型后切成 108 mm 长的嘴棒,固化后装箱备用。

**1.2.3 嘴棒挥发性成分检测方法。**进样口温度为 260 °C,载气:高纯氮(99.999%),流速为 1 mL/min,分流比为 10:1;气相色谱-质谱(GC-MS)接口温度为 280 °C;离子源为 EI 源,电子能量为 70 eV;扫描范围为 29~350 amu。升温条件:50 °C (2 min)  $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  140 °C (1 min)  $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$  280 °C (1 min)。

**固相微萃取:**萃取头的固定相为 75 μm Carboxen-PDMS。取样品 1.0 g 于 20 mL 顶空瓶中,将顶空瓶放置于 80 °C 水浴中,用固相微萃取头置于顶空瓶中进行萃取,萃取时间为 30 min。之后将固相微萃取头插入气相色谱进样口进样,时间为 2 min,经气相色谱分离后用质谱鉴定。

**1.2.4 中试嘴棒在卷烟中的应用研究。**对“1.2.2”中试的

嘴棒分切后,替换某卷烟牌号嘴棒,进行感官对比评价,以香气协调性、口感、余味等为主要评价依据,卷烟评吸专家小组由具有评吸资格证书的7人组成。

## 2 结果与分析

**2.1 嘴棒用香精配方优化** 根据有关资料和预备单因素试验,利用响应面法的 Box - Behnken Design (BBD) 设计,以石斛模块香基、津巴布韦烟叶模块香基和茶模块香基 3 个因素为自变量,每个因素取 3 个水平,以 -1,0 和 +1 编码,以感官评吸分值为响应值进行因素水平设计(表 1)。优化配方,确定嘴棒香精配方中各单体的最佳比例(表 2)。

表 1 试验因素水平编码

Table 1 Code of experimental factors level %

水平 Level	因素 Factor		
	石斛模块香基(A) Dendrobe module flavor base	津巴布韦烟叶模 块香基(B) Zimbabwe tobacco module flavor base	茶模块香基(C) Tea module flavor base
1	30	20	50
0	20	10	30
-1	10	1	10

表 2 配方优化试验方案与结果

Table 2 Experiment scheme and result of formula optimization

试验号 Test No.	因素 Factor			感官评分 Sensory score//分
	A	B	C	
1	-1	0	1	90.5
2	1	-1	0	90.0
3	-1	1	0	90.5
4	1	1	0	89.0
5	0	1	1	89.0
6	0	0	0	88.0
7	0	0	0	87.5
8	-1	-1	0	87.5
9	0	0	0	87.5
10	-1	0	-1	88.0
11	0	0	0	87.5
12	0	1	-1	90.5
13	0	-1	1	90.5
14	1	0	-1	90.5
15	1	0	1	87.0
16	0	0	0	87.5
17	0	-1	-1	88.0

**2.1.1 建立模型。**表 2 列出了以 3 种原料的复合配方的感官评定结果及其预测值,回归模型方程如下: $Y = 83.68 + 0.18A + 0.21B + 0.04C - 0.01AB - 7.50AC - 5.20BC + 5.75A^2 + 0.01B^2 + 2.06C^2$ 。

该模型经过方差分析,结果为  $F = 7.5, P = 0.0405 < 0.05$ 。由此可知,3 种单体原料模块的交互效应显著,说明该模型可用于该嘴棒香精配方的优化。

**2.1.2 响应曲面分析。**3 因素交互作用对嘴棒香精配方的响应面分析结果见图 1~6。图 1~6 直观地反映了各因素对响应值的影响,由等值线可以看出存在极值的条件应该在圆心处。响应面显示了石斛模块香基(A)、津巴布韦烟叶模块香基(B)、茶模块香基(C)之间的响应值和等值线图的交互

作用对感官评吸的影响,3 个单体原料对整体配方的感官效果均体现了显著性和重要性。

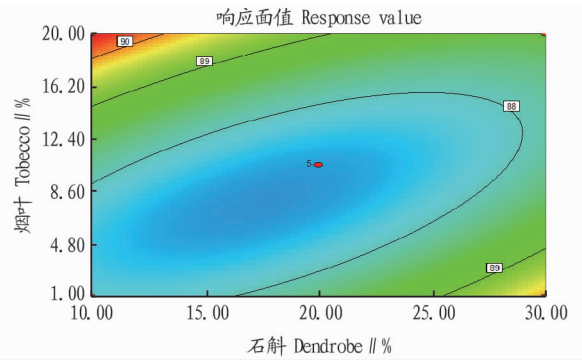


图 1 石斛模块香基 - 津巴布韦烟叶模块香基对感官评吸分值的等值线

Fig. 1 Contour map of dendrobe-Zimbabwe tobacco module flavor base on the sensory evaluation score

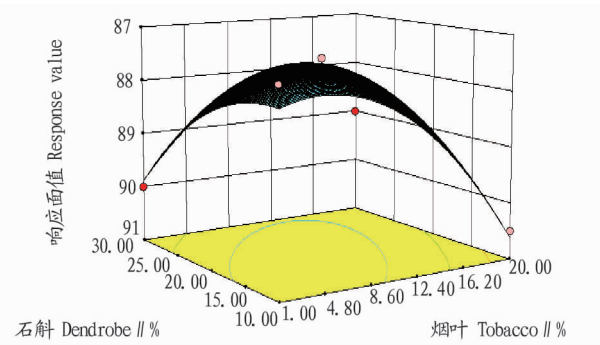


图 2 石斛模块香基 - 津巴布韦烟叶模块香基对感官评吸分值的响应面值

Fig. 2 Response value of dendrobe-Zimbabwe tobacco module flavor base on the sensory evaluation score

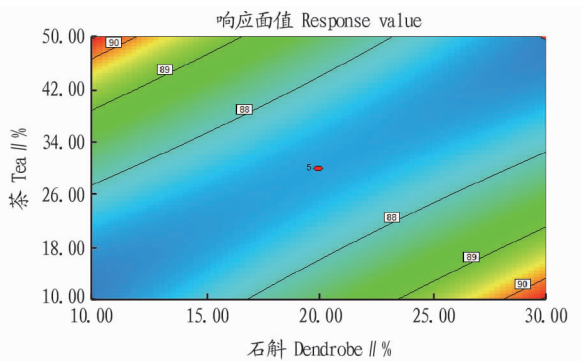


图 3 石斛模块香基 - 茶模块香基对感官评吸分值的等值线

Fig. 3 Contour map of dendrobe-tea module flavor base on the sensory evaluation score

**2.1.3 配方优化。**用 Design Expert 软件进行配方寻优,结果显示感官评价分值的最大预测值为 90.5818 分,按照 100 份折算得到嘴棒香精配方最优组合为石斛模块香基 19%、津巴布韦烟叶模块香基 1%、茶模块香基 80%。经验证试验,以上配方感官评价分值为 90 分,跟预测模型基本一致,由此证明了回归方程,该嘴棒香精编号为 BX-01。

**2.2 嘴棒香精中试结果** 针对所优化得到的嘴棒香精配方

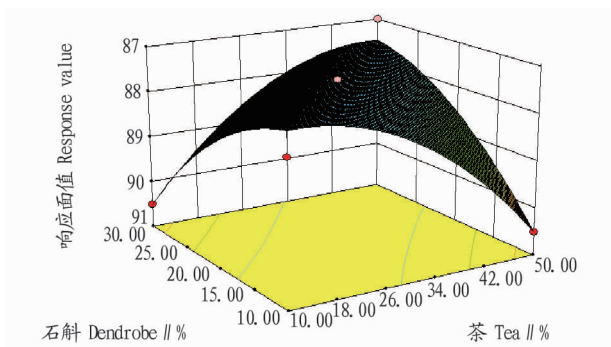


图4 石斛模块香基-茶模块香基对感官呼吸分值的响应面图

Fig. 4 Response value of dendrobe-tea module flavor base on the sensory evaluation score

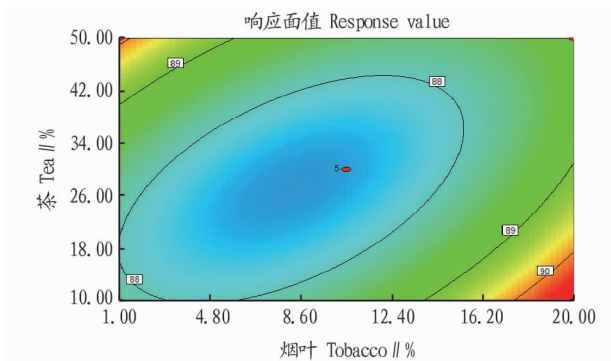


图5 津巴布韦烟叶模块香基-茶模块香基对感官呼吸分值的等值线图

Fig. 5 Contour map of Zimbabwe tobacco-tea module flavor base on the sensory evaluation score

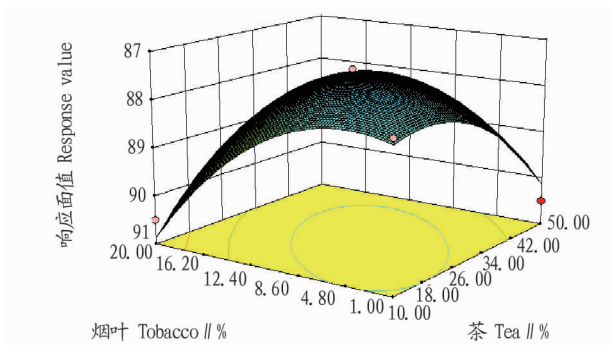


图6 津巴布韦烟叶模块香基-茶模块香基对感官呼吸分值的响应面图

Fig. 6 Response value of Zimbabwe tobacco-tea module flavor base on the sensory evaluation score

BX-01,在中试试验设备 YL23 滤棒成型机进行 4 000 支 108 mm 规格的嘴棒中试试验,其中嘴棒香精 BX-01 的添加量占增塑剂的 5%,增塑剂的施加比例占丝束比重的 8%。

**2.3 中试嘴棒挥发性成分检测结果** 对中试的嘴棒进行 SPME (80 °C) 挥发性成分检测,分析成分的变化情况,挥发性成分检测结果见表 3 所示。由表 3 可知,添加香精 BX-01 的嘴棒,其挥发性成分种类丰富,共有 35 种成分,酮类成分增加较多,其次是醛类、醇类和烯烃类成分,酮类是增加卷烟抽吸品质的重要成分,具有增加甜感、丰富烟香的作用。由此可知,来源于茶类的苯甲醇、苯乙醇、杂环等,来源于烟草

的茄酮、新植二烯、巨豆三烯酮等,来源于石斛的异长叶烯、长叶环烯等烯烃类物质,对改善卷烟烟味和口感、丰富烟香、提升卷烟抽吸品质具有良好的作用。

表 3 中试嘴棒挥发性成分

Table 3 Volatile components of pilot filter tip

保留时间 Retention time//min	化合物名称 Compound name	峰面积归一化百分含量 Normalized percentage of peak area//%
1.75	甲酸	0.43
2.09	乙酸	1.33
3.43	1,2-丙二醇	0.84
5.05	糠醛	0.07
5.67	糠醇	0.03
8.57	苯甲醛	0.10
9.17	6-甲基-5-庚烯-2-酮	0.03
9.69	三甲基-吡嗪	0.01
10.03	2,4-庚二烯醛	0.01
10.30	1H-吡咯-2-甲醛	0.02
10.90	苯甲醇	0.14
11.05	苯乙醛	0.01
11.80	1-(1H-吡咯-2-基)-乙醇	0.09
12.26	2-甲基-苯甲醛	0.04
12.81	6-甲基-3,5-庚二烯-2-酮	0.03
13.22	苯乙醇	0.07
15.26	2-(2-丁氧基乙氧基)-乙醇	0.03
16.43	1-苯基-2-丁酮	0.06
18.67	2,4,5-三甲基-苯甲醛	0.02
19.47	4-苯基环己烯	0.17
19.92	三甘酯	36.87
20.13	茄酮	1.48
20.50	$\alpha$ -二氢大马酮	0.24
20.58	长叶环烯	0.51
20.66	大马士酮	0.36
21.04	异长叶烯	1.15
22.12	香叶基丙酮	0.58
22.73	$\beta$ -紫罗兰酮	0.19
23.36	2,5-二叔丁基-苯酚	0.21
23.53	去氢白菖烯	0.29
24.42	巨豆三烯酮 B	0.30
25.11	巨豆三烯酮 D	0.17
27.70	新植二烯	4.01
28.64	十六酸甲酯	0.30
30.04	10,18-二降松香烷-8,11,13-三烯	0.12

**2.4 中试嘴棒在卷烟中的应用** 针对“2.2”中试得到的嘴棒进行实验室卷烟牌号应用研究,将 108 mm 规格的嘴棒分切为 4 段,分别替换某牌号卷烟嘴棒,由 7 人组成的评吸小组进行感官评价,评吸结果如下:对对照样烟气稍粗,香气丰富性欠,有刺激,杂气稍有;5% BX-01 烟气细腻,协调性好,香气丰富性提升,甜润感增加,透发性好,刺激和杂气降低。

由此可知,与对照样相比,添加嘴棒香精 BX-01 后,卷烟感官品质明显提升,有效保持了卷烟香气风格特征,同时可赋予卷烟更好的吃味,润感增加,舒适性较好,透发性提升。该嘴棒香精适合中、高档次卷烟嘴棒加香应用,对赋予卷烟抽吸效果具有的正面效应。

田的作用更加明显;对于4.5°和9.0°的坡耕地来说,横坡垄作和梯田措施有提高坡耕地土壤含水量的作用;对于14.4°

的坡耕地来说,梯田措施具有提高坡耕地土壤含水量的作用,但横坡垄作措施提高坡耕地土壤含水量的作用不明显。

表3 2014—2015年不同坡度坡耕地产流产沙情况

Table 3 Runoff yield and sediment yield of different slopes and different tillage measures in 2014—2015

坡度 Slope/°	措施 Tillage measure	产流量 Runoff yield//m <sup>3</sup>	产沙量 Sediment yield//kg	减流率 Decreasing rate of runoff //%	减沙率 Decreasing rate of sediment //%
4.5	传统耕作	5.25	10.02	—	—
	横坡垄作	4.23	6.22	19.43	37.92
	梯田	3.32	3.88	36.76	61.28
9.0	传统耕作	13.63	88.69	—	—
	横坡垄作	8.77	52.38	35.66	40.94
	梯田	6.15	30.56	54.88	65.54
14.4	传统耕作	31.20	351.09	—	—
	横坡垄作	20.45	216.63	34.46	38.30
	梯田	10.72	101.99	65.64	70.95
合计 Total	传统耕作	50.08	449.80	—	—
	横坡垄作	33.45	275.23	33.21	38.81
	梯田	20.19	136.43	59.68	69.67

(3)对于4.5°~14.4°的坡耕地来说,横坡垄作和梯田都具有较好的水土保持效应,其中梯田的水土保持效应更高;随着坡度的增加,横坡垄作的减流率和减沙率先增大后减小,说明超过一定坡度后,横坡垄作的水土保持效益逐渐下降;随着坡度的增加,梯田的减流率和减沙率均逐渐增加,即随着坡度的增加在研究坡度范围内(4.5°~14.4°)梯田的水土保持效益越来越高。

### 参考文献

- [1] 辛艳,王瑄,邱野,等.辽宁省不同耕作方式对坡耕地水土及氮磷养分流失的影响效果[J].水土保持学报,2013,27(1):27-30.
- [2] 肖波,喻定芳,赵梅,等.保护性耕作与等高草篱防治坡耕地水土及氮

- 磷流失研究[J].中国生态农业学报,2013,21(3):315-323.
- [3] 喻定芳,戴全厚,王庆海,等.北京地区等高草篱防治坡耕地水土流失效果[J].农业工程学报,2010,26(12):89-96.
- [4] 李翔,杨贺菲,吴晓,等.不同水土保持措施对红壤坡耕地土壤物理性质的影响[J].南方农业学报,2016,47(10):1677-1682.
- [5] 喻荣岗,谢颂华,张华明,等.侵蚀红壤区缓坡地土壤物理性状对水土保持措施响应[J].江西农业学报,2016,28(11):85-89.
- [6] 田茂洁.等高植物篱模式下土壤物理性质变化与水土保持效果研究进展[J].土壤通报,2006,37(2):383-386.
- [7] 陈光.东北黑土区试点工程坡面治理减沙效益分析[J].东北水利水电,2006,24(12):56-59.
- [8] 齐智娟.黑土坡耕地不同水土保持耕作措施的土壤水蚀特征研究[D].哈尔滨:东北农业大学,2012.
- [9] 焦菊英,王万中,李靖.黄土丘陵区不同降雨条件下水平梯田的减水减沙效益分析[J].土壤侵蚀与水土保持学报,1999,5(3):59-63.

(上接第95页)

### 3 结论与讨论

通过响应面法优化得到的最佳嘴棒香精配方BX-01,以5%的添加量进行醋酸纤维束中试,其挥发性成分种类增加,其中酮类成分增加较多。将其应用在某烤烟型卷烟嘴棒进行感官评价,能够赋予卷烟甜润感、丰富烟香,改善口感和舒适性,嘴棒香精能够在不参与高温燃烧的优势条件下,彰显其对卷烟的风格塑造,有效凸显增香保润技术对中高档卷烟抽吸品质的作用,可为提高中高档卷烟的核心竞争力奠定坚实的基础,同时也为卷烟企业带来可观的科技和经济效益。

### 参考文献

- [1] 鹿洪亮,曾世通,洪祖灿,等.复合型保润剂对膨胀烟丝感官品质和保润性能的影响[J].郑州轻工业学院学报(自然科学版),2015,30(1):24-29.
- [2] 黄芳芳,蒋健,李雪青,等.卤地菊多糖超声波提取工艺及其卷烟保润性[J].烟草化学,2014(2):44-48.
- [3] 李斌.潜香物质在低焦油卷烟香味补偿技术中的应用研究[J].安徽农业科学,2012,40(6):3562-3564.
- [4] 叶超凡,邵平,孙培龙.烟用天然植物增香保润技术的研究进展[J].农

- 产品加工(学刊),2012(3):33-38.
- [5] 朱亚峰,胡军,唐荣成,等.卷烟滤嘴加香研究进展[J].中国烟草学报,2011,17(6):104-109.
- [6] 李会荣,程时劲,江阳.卷烟过滤嘴中致香成分变化过程的微量热研究[J].领导科学论坛,2016(21):165-167.
- [7] 蔡波,李勇,杨蕾,等.天然材料滤嘴添加剂在卷烟中增香降害的应用研究[J].食品与生物技术学报,2015,34(7):772-777.
- [8] 宋晓梅,杨春强,陈韵,等.增香保润剂对二醋酸纤维素纺丝乳液及束性能的影响[J].烟草科技,2016,49(7):77-83.
- [9] 王雪梅.安徽绩溪干锅炖增香和保鲜技术研究[D].扬州:扬州大学,2015.
- [10] 翟芳芳,朱文学,马怡童,等.响应面试验优化低糖牡丹花脯涂膜配方[J].食品科学,2016,37(16):83-87.
- [11] 王婧,高如意,徐振秋,等.应用响应面法优化玛咖咀嚼片配方[J].食品与发酵工业,2015,41(12):163-166.
- [12] 王猛,杨乾棚,杨莹,等.复合香料植物颗粒的制备及在卷烟中的应用[J].精细化工,2016,33(3):326-332.
- [13] 李文静,李进进,李桂锋,等.GC-MS分析4种石斛花挥发性成分[J].中药材,2015,38(4):777-780.
- [14] 霍昕,周建华,杨迺嘉,等.铁皮石斛花挥发性成分研究[J].中华中医药杂志,2008,23(8):735-737.
- [15] 谢清桃,王坤波,董颖,等.红茶提取物挥发性成分GC/MS分析及在卷烟中的应用[J].广州化工,2012,40(23):31-33.
- [16] 黄秋明.津巴布韦提香油[J].城市建设理论研究(电子版),2011(31):1-5.