

造纸法再造烟叶烟草提取液醇沉净化处理研究

Research on the alcohol precipitation and purification treatment on tobacco extracting solution of reconstituted tobacco by paper-making process

黄明 姚建武 姚元军 唐向兵

HUANG Ming YAO Jian-wu YAO Yuan-jun TANG Xiang-bing

(湖北中烟技术研发中心黄鹤楼薄片应用研究所, 湖北 武汉 430040)

(Institute for Applied Research of Yellow Crane Tower Reconstituted Tobacco, Technology Center of China Tobacco Hubei Industrial Co., Ltd, Wuhan, Hubei 430040, China)

摘要:提出了一种针对造纸法再造烟叶烟草提取液净化提质的醇沉处理方法,通过在烟草提取液预浓缩后加入 95% 乙醇进行沉淀处理,再进行离心去除沉淀杂质,去除烟草提取液中果胶和蛋白质等不利于感官品质的大分子物质,考察了预浓缩固形物含量、醇浓度、醇沉时间等工艺参数对醇沉效果和提取液感官品质的影响。结果表明,将造纸法再造烟叶烟草提取液预浓缩至固形物含量为 20%,加入占预浓缩液体积浓度 40% 的 95% 乙醇,处理 90 min 后,在 4 000 r/min 转速下离心处理 5 min,去除沉淀后浓缩至固形物含量为 40%,得到烟草浓缩液感官品质最佳,香气质和烟气浓度显著提高,杂气和刺激性明显降低,整体感官评吸得分最高可提高 2 分;相比未醇沉的原生产工艺条件下烟草提取液,蛋白质和果胶去除率可达 55.18% 和 47.95%。

关键词:再造烟叶;烟草提取液;醇沉;净化;感官品质

Abstract: A method for papermaking reengineering qualitative alcohol sink tobacco leaf tobacco extract purification processing method was proposed in this study. Tobacco extract was precipitated by 95% ethanol after pre-concentration treatment, and then it was centrifuged to remove the impurities, and macromolecular substances without favoring the sensory quality, such as protein and pectin. Moreover, the pre-concentration of solid content was also examined, including the alcohol concentration, alcohol sink factors, and sink time extract, influencing of sensory quality. The results showed that the papermaking method reconstruction tobacco leaf tobacco extract pre-concentration to solid content was 20%, 40% to 95% of the pre-concentrate volume concentration of ethanol, after 60 min under 4 000 r/min speed centrifugal 5 min. With the removal of precipitation concentrated of 40% solid content, tobacco concentrate quality, and the

sweet temperament and flue gas concentration increased significantly, while the mixed gas and irritating significantly reduced. Therefore, the overall sensory evaluation was improved two points. Compared with the formal production technology of tobacco extract without alcohol sink, the removal rate of protein and pectin reached 55.18% and 47.95%, respectively.

Keywords: reengineering tobacco leaf; tobacco extract solution; alcohol sink; purification; sensory quality

造纸法再造烟叶是利用造纸的工艺,将烟梗、碎片、低次烟叶、卷包烟末等,经过提取挤浆实现固液分离后,烟草纤维经过磨浆处理,加入填料调配后抄造成片基,提取液经净化、精制和浓缩后,按配方调配成涂布液,涂布液和片基经过涂布工序后,干燥、分切,得到最后的再造烟叶成品^[1-2]。由于再造烟叶原料经过上述一系列物理、化学的分离和重组操作,有害成分可以根据产品设计的目标进行去除,焦油含量明显低于卷烟叶组配方组分,已经成为卷烟不可或缺的重要原料之一。

目前,中国再造烟叶产品,由于加工工艺的限制,在感官吸味方面普遍存在着木质气显露、灼烧感强、刺激性大等缺陷,影响着再造烟叶在卷烟中应用比例的进一步增加,其中一个重要原因就是烟草提取液中的一些有害前体物质不能得到有效去除和分离,残留于提取液中进入后面工序直至进入最终的产品,影响到再造烟叶感官吸味的提升^[3-4]。烟草中的果胶物质含量过高时会使烟草燃烧不完全,产生甲醇,对烟草吸味及安全性不利。烟草中蛋白质含量过高,在燃吸时会产生如同燃烧羽毛的臭味,同时还会产生辛辣、苦涩的感觉,降低烟草制品的燃烧性,使烟气中的许多有害成分如氢氰酸等含量增加,影响到再造烟叶的品质和安全性^[5]。因此,有必要采用针对性分离去除提取液中蛋白质和果胶的技术,以降低烟草提取液中果胶和蛋白质的含量,净化提升再

作者简介:黄明(1986—),男,湖北中烟技术研发中心黄鹤楼薄片应用研究所工程师,硕士。

E-mail: huangming0001@163.com

收稿日期:2016—09—06

造烟叶提取液的品质,最终达到提高再造烟叶感官品质的目的^[6]。

水提醇沉,由于操作简单、处理方便,去除蛋白质和果胶等大分子效率高,在中药制取工业中,尤其是在多糖、单糖的分离纯化过程中应用广泛^[7-9]。有文献^[10]报道在再造烟叶提取液的处理过程中运用醇沉技术,但直接对烟草提取液直接加入数倍体积的乙醇,乙醇的用量大,回收成本高,或是为了改善再造烟叶产品外观色泽,并未涉及到醇沉后提取液的感官品质变化。本研究拟考察提取液预浓缩固形物含量、醇沉浓度、醇沉时间等工艺参数对再造烟叶提取液醇沉效果的影响,以此优化醇沉技术净化处理再造烟叶烟草提取液,提高再造烟叶成品的感官品质。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

95%乙醇:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

再造烟叶烟草提取液:湖北新业烟草薄片开发有限公司;

集热式恒温加热磁力搅拌器:DF-101S型,郑州英峪予华仪器有限公司;

精密电子天平:TE612-L型,德国 Sartorius 公司;

低速离心机:LD5-2A型,北京京立离心机有限公司;

旋转蒸发仪:R-210/215型,瑞士 BUCHI 公司;

恒温恒湿箱:HPX-1608SH-Ⅲ型,上海新苗医疗器械制造有限公司。

1.2 试验过程

1.2.1 预浓缩固形物含量对醇沉效果的影响 取生产线在线的烟草提取液,于离心机 4 000 r/min 转速下离心处理 5 min,移去上清液,搅匀后分别取 400,300,200,100 mL 离心后的烟草提取液,在 70 ℃ 和真空度 0.093 MPa 下浓缩至原体积的 1/4,1/3,1/2,1/1,得到醇沉前预浓缩至固形物含量分别为 40%,30%,20%,10%(烘箱法实测预浓缩后的固形物含量分别为 36.84%,29.46%,21.37%,10.46%)。边搅拌边分别在以上预浓缩液中加入 30 mL 的 95%乙醇(醇/提取液体积比 30/100),室温 14 ℃ 下静置 90 min,在 4 000 r/min 转速下离心处理 5 min,上清液浓缩至 40%左右的固形物含量,浓缩液同时检测常规化学指标和蛋白质、果胶含量。按 35%的涂布率,将浓缩液涂布在再造烟叶基片上,制样打烟,组织评委进行感官评价。

1.2.2 醇浓度对醇沉效果的影响 将再造烟叶提取液预浓缩至固形物含量为 20%,分别加入占预浓缩液浓度为 20%,30%,40%,50%的 95%乙醇(体积分数),醇沉处理时间为 90 min,处理温度为浓缩后出液的温度 50 ℃,于 4 000 r/min 转速下离心处理 5 min,取上清液浓缩到 40%左右的固形物含量,按 35%的涂布率刷片、打烟,进行感官评价,同时上述 4 种浓缩液分别检测其果胶和蛋白含量。

1.2.3 醇沉处理时间对醇沉效果的影响 将再造烟叶提取液预浓缩至固形物含量为 20%,分别加入占预浓缩液浓度为 40%的 95%乙醇(体积分数),醇沉处理时间分别为 30,60,

90,120,150 min,温度 50 ℃,于 4 000 r/min 转速下离心处理 5 min,取上清液浓缩到 40%左右的固形物含量,上述 5 种浓缩液分别检测其果胶和蛋白含量。

1.3 分析方法

醇沉净化处理前后的再造烟叶烟草浓缩液,其固形物含量按照烘箱法检测,即烟草浓缩液在 105 ℃ 下烘箱内烘 2 h 至绝干,按式(1)计算固形物含量;蛋白质和果胶含量按标准方法进行检测,蛋白质含量按 GB 5009.5—2010 进行检测,果胶含量按 GB/T 10742—2008 进行检测。

$$\text{固形物含量} = \frac{\text{烘后绝干质量}}{\text{烘前浓缩液质量}} \times 100\% \quad (1)$$

醇沉净化前后的再造烟叶浓缩液,其常规化学指标总糖、还原糖、总植物碱、硝酸盐和氯的含量,分别按 YC/T 159—2002、YC/T 160—2002、YC/T 296—2009 和 YC/T 162—2011 进行检测。

再造烟叶浓缩液经醇沉与未经醇沉处理的样品经制样打烟,由公司感官评吸委员会组织专业评委进行感官评价,按照湖北中烟企业标准 Q/HBZY J. ZY80002—2016《再造烟叶产品感官质量评价方法》进行对比评价。

2 结果与讨论

2.1 不同预浓缩固形物含量的醇沉效果

由表 1 可知:预先浓缩至固形物含量 20%~40%再进行醇沉、浓缩,其主要化学成分如总糖、总植物碱、氯和硝酸盐等,无明显变化。对预浓缩液进行醇沉处理后再浓缩,浓缩液的蛋白质和果胶含量有明显的降低,其中预浓缩 20%后醇沉浓缩液,相比未醇沉的浓缩液和未预浓缩—醇沉浓缩液,蛋白质含量分别下降了 51.17%,32.09%,果胶含量分别下降了 44.52%,33.06%。随着预浓缩固形物含量的增加,蛋白质和果胶含量趋于稳定。这表明,醇沉处理再造烟叶烟草提取液,可以基本不改变浓缩液的主要化学成分分布,显著降低蛋白质和果胶的含量,达到选择性降低影响浓缩液感官品质的前体物质如蛋白质和果胶的含量的目的。对烟草提取液进行预浓缩处理,可以有效减少醇沉处理时乙醇的用量。预浓缩固形物含量越高,加入相同比例的乙醇后,醇沉除去的蛋白质和果胶会越多,但超过 30%的预浓缩固形物含量后,浓缩液的蛋白质和果胶含量趋于稳定。以上浓缩液样品经制样打烟后,由专业人员评吸认为,预浓缩后醇沉样品相比未醇沉处理样品,香气量充足,烟气浓度明显增加,成团性好,刺激性无明显增加,余味较舒适(感官评吸结果见表 2)。根据表 1 浓缩液醇沉处理后主要化学成分的变化,结合表 2 中感官评吸的结果,进行醇沉处理最佳的预浓缩固形物含量为 20%。

2.2 醇浓度对醇沉效果的影响

表 3 是不同醇浓度下醇沉后浓缩液的蛋白质和果胶含量分布。由表 3 可知,相比未醇沉处理的浓缩液,不同醇浓度下醇沉处理后的浓缩液,蛋白质和果胶含量有着显著的下降,其中 20%醇沉浓缩液和 30%醇沉浓缩液的蛋白质分别下降了 30.43%,51.17%,果胶含量分别下降了 21.92%,

表 1 再造烟叶浓缩液主要化学成分的变化

Table 1 Change of the main chemical composition about tobacco concentrated solution %

样品	固形物含量	还原糖	总糖	总植物碱	氯	硝酸盐	蛋白质	果胶
未醇沉浓缩液	40.08	8.81	9.60	1.24	0.49	0.060	2.99	1.46
未预浓缩—醇沉浓缩液	39.61	9.43	10.27	1.32	0.52	0.062	2.15	1.21
预浓缩 20%—醇沉浓缩液	40.02	9.53	10.49	1.28	0.53	0.065	1.46	0.81
预浓缩 30%—醇沉浓缩液	40.48	9.70	10.64	1.30	0.53	0.067	1.43	0.78
预浓缩 40%—醇沉浓缩液	40.33	10.05	10.70	1.27	0.53	0.073	1.40	0.75

表 2 预浓缩固形物含量对再造烟叶感官质量的影响

Table 2 The influence about pre-concentration content of tobacco concentrated solution on the sensory quality of reconstituted tobacco

样品	评价指标						总分
	香气	烟味	杂气	灼烧感	干燥感	残留	
未醇沉处理液	12.0	20.0	12.0	12.0	12.0	12.0	80.0
未预浓缩—醇沉处理液	12.5	20.0	12.0	12.0	12.0	12.0	80.5
预浓缩 20%—醇沉处理液	13.0	21.0	12.0	12.0	12.0	12.0	82.0
预浓缩 30%—醇沉处理液	12.5	20.0	11.0	13.0	12.0	12.5	81.0
预浓缩 40%—醇沉处理液	12.0	21.0	12.0	11.0	12.0	12.5	80.5

44.52%。随着醇加入量的增加,即醇浓度的提高,醇浓度提高到 40%,蛋白质和果胶含量分别下降了 55.18% 和 47.95%。当醇浓度增加到 50%,蛋白质和果胶含量的下降幅度不再增加。由表 4 可知,随着醇浓度的增加,醇沉后的浓缩液制样打烟,相比未醇沉处理样品,香气量和烟气浓度随之提高,刺激和杂气减小,综合感官评分提高,这与浓缩液中蛋白质和果胶含量下降的规律是一致的。这是由于乙醇添加比例的加大,沉降去除了更多的大分子蛋白和果胶等有害前体成分,提高了浓缩液的感官品质。综合浓缩液蛋白质和果胶含量的数据,结合感官评吸的结果,最佳的醇沉处理的醇浓度为 40%。

表 3 不同醇浓度下醇沉浓缩液的蛋白质和果胶分布

Table 3 Protein and pectin of tobacco distribution concentrated solution under different concentration of alcohol %

样品	蛋白质含量	果胶含量
未醇沉浓缩液	2.99	1.46
20%醇沉浓缩液	2.08	1.14
30%醇沉浓缩液	1.46	0.81
40%醇沉浓缩液	1.34	0.76
50%醇沉浓缩液	1.33	0.71

表 4 醇沉浓度对再造烟叶感官质量的影响

Table 4 The influence of alcohol concentration on the sensory quality of reconstituted tobacco

样品	评价指标						总分
	香气	烟味	杂气	灼烧感	干燥感	残留	
未醇沉样品	12.0	20.0	12.0	12.0	12.0	12.0	80.0
20%醇沉处理样品	12.5	20.0	12.0	12.0	12.0	12.0	80.5
30%醇沉处理样品	13.0	21.0	13.0	12.0	12.0	12.0	81.0
40%醇沉处理样品	12.5	20.0	12.0	13.0	12.0	12.0	82.5
50%醇沉处理样品	12.0	21.0	12.0	12.0	12.0	12.0	81.0

2.3 醇沉处理时间对醇沉效果的影响

由图 1 可知:醇沉静置的作用时间,从 30 min 增加到 90 min,浓缩液的蛋白质和果胶含量呈迅速下降的趋势,时间增加至 120~150 min,浓缩液中蛋白质和果胶含量降低不明显。这可能是由于烟草提取液中蛋白质和果胶分子,溶于乙醇水溶液两相中的乙醇,在 90 min 左右已达到饱和。后续再增加时间,成团絮聚的蛋白质和果胶分子部分开始解聚溶于上清液中^[11-12],最后得到浓缩液中蛋白质和果胶的含

量有微量上升。故宜选择醇沉处理的时间为 90 min。

3 结论

(1) 通过醇沉处理,在烟草提取液中加入乙醇,使得烟草提取液中的水溶性蛋白质和果胶,由于极性的变化导致溶解度降低,变成沉淀析出,达到分离去除蛋白质和果胶等大分子的目的,同时基本不改变提取液中原有的总糖、还原糖和烟碱等组分的含量,经过预浓缩后再进行醇沉处理,乙醇

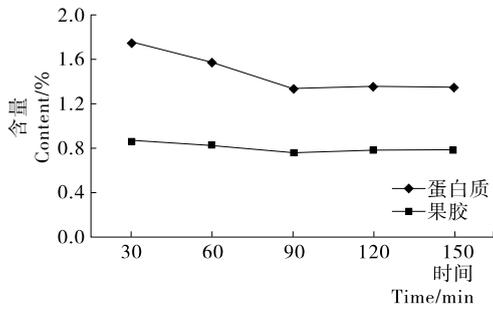


图1 不同醇沉处理时间下浓缩液蛋白质和果胶含量的变化
Figure 1 The change of protein and pectin of under different alcohol precipitation processing time in tobacco concentrated solution

的用量少,同时回收乙醇的能耗也相应减少,可有效降低经济成本。

(2) 通过试验筛选,再造烟叶提取液的醇沉净化处理最佳工艺为,将烟草提取液预浓缩至固形物含量为20%,加入占预浓缩液体积浓度40%的95%乙醇,处理90 min后,在4 000 r/min转速下离心处理5 min,去除沉淀后浓缩至40%固形物含量的烟草浓缩液。

(3) 醇沉技术,可有效应用于再造烟叶生产过程中,通过添加乙醇醇沉净化处理再造烟叶提取液,果胶和蛋白质的去除率在50%左右,香气质和烟气浓度显著提高,杂气和刺激性明显降低,相比未处理样品感官品质有显著提升。

(4) 本研究进行的是影响再造烟叶浓缩液醇沉效果的因素筛选试验,将在下一步进行正交试验的研究,以考察

各因素之间的相互作用,优化出最佳的再造烟叶浓缩液醇沉处理的最佳工艺条件。

参考文献

[1] 张鹏,于静洋,龙章德,等.美拉德反应改善烟草薄片质量的应用研究[J].食品与机械,2016,32(3):39-44.
 [2] 黎新钦,张静,田兆福,等.液相美拉德反应优化烟梗烟末提取液的应用研究[J].食品与机械,2015,31(5):21-27.
 [3] 王亮,胡惠仁,唐向兵,等.微粒助留助滤体系对烟草薄片浆料助留助滤性能的影响[J].中华纸业,2011,32(18):48-52.
 [4] 黄明,王凤兰,姚元军,等.超声波辅助鉴别造纸法再造烟叶碳酸钙的含量[J].纸和造纸,2012,31(9):71-74.
 [5] 刘志昌,王学文,唐向兵,等.仿酶体系处理烟草薄片的研究[J].中国造纸,2012,30(5):26-29.
 [6] 黄明,王亮,姚元军,等.壳聚糖在造纸法再造烟叶涂布中的应用研究[J].食品工业,2013,34(12):121-123.
 [7] 汪建红,袁伟,韩平东.茅芋皮中多糖的提取、纯化及抗氧化性研究[J].食品与机械,2016,32(7):156-160.
 [8] 汪名春,聂陈志鹏,朱培蕾,等.莴苣茎水溶性多糖的单糖组成及免疫调节活性研究[J].食品与机械,2016,32(5):148-151.
 [9] 张乔会,王建中,逢锦慧,等.杜香多糖的抗氧化活性及物理性质研究[J].食品与机械,2015,31(5):206-209.
 [10] 袁益来,薛冬,张合川,等.一种改善造纸法再造烟叶色泽的方法:中国,ZL201410271283.3[P].2016-08-10.
 [11] 黄明.壳聚糖净化处理造纸法再造烟叶提取液的研究[J].食品工业,2014,35(11):1-4.
 [12] 郝辉,王高杰,许春平,等.再造烟叶中果胶降解条件优化及其应用研究[J].食品与机械,2016,32(4):201-206.

(上接第147页)

条件为 B₂C₂D₃A₁,即酶解时间为2.0 h,料水质量比为1:20,微波时间为5 min,胰蛋白酶浓度为1.5%。

由于该条件组合不在正交试验中,故需做验证实验。验证结果为:在该组合条件下红枣多糖得率和含量为10.97%,63.48%,综合得分102,平行实验的重现性好。因此,红枣多糖最佳提取条件为胰蛋白酶浓度1.5%,酶解时间2 h,料水质量比1:20,微波时间5 min。

3 结论

本研究采用胰蛋白酶协同微波辅助提取红枣中的多糖,确定了红枣多糖提取的最优条件,用1.5%的胰蛋白酶(pH 8.0),以料水质量比1:20于37℃酶解2.0 h,中火微波提取5 min,红枣多糖得率为10.97%。但提取的粗多糖中多糖含量为63.48%,仍含有较多杂质,可以通过层析法等方式对其进行纯化,以提高红枣多糖纯度。

参考文献

[1] 吕磊.大枣多糖的提取分离与脱色研究[D].西安:西北大学,2003:1-12.
 [2] 石奇,樊君,石异,等.中性蛋白复合酶法提取大枣多糖的研究

[J].时珍国医国药,2009,20(1):7-8.
 [3] 林勤保,高大维,于淑娟,等.大枣多糖的分离和纯化[J].食品工业科技,1998(4):20-21.
 [4] 李环宇,王敏,李五霞,等.超声波辅助酸性缓冲液浸提大枣多糖的工艺优化[J].食品与机械,2015,31(3):179-182.
 [5] 方元,许铭强,汪欣蓓,等.超声波辅助提取哈密大枣多糖的工艺优化[J].食品与机械,2014,30(2):175-180.
 [6] 元树艳,王荔,莫晓燕.大枣多糖的提取工艺及抗氧化作用研究[J].食品与机械,2012,28(4):117-120.
 [7] 林勤保.大枣多糖的分离和纯化[J].食品工业科技,1998(4):20-21.
 [8] 李雪华,龙盛京.大枣多糖的提取与抗活性氧研究[J].广西科学,2000,7(1):54-56.
 [9] 杨云,冯卫生,孟江,等.正交试验法优选大枣渣多糖水煎煮提取工艺[J].中药新药与临床药理,2003,14(3):200-202.
 [10] 杨云.酶法提取大枣多糖的研究[J].食品工业科技,2003,24(10):93-94.
 [11] 林勤保.大枣多糖的单糖组成的高效液相色谱法研究[J].郑州粮食学院学报,1998,19(3):57-60.
 [12] 杨世平,孙润广.陕北红枣中多糖的酶加水法提取工艺研究[J].武汉植物学研究,2005,23(4):373-375.
 [13] 刘依,韩鲁佳.微波技术在板蓝根多糖提取中的应用[J].中国农业大学学报,2002,7(2):27-30.