

# 蒸馏时间对肉桂油化学成分及加香效果的影响

田玉红<sup>1</sup>, 李日南<sup>2</sup>, 邹克兴<sup>2</sup>, 陈志燕<sup>2</sup>, 蒋宏霖<sup>2</sup>

(1. 广西工学院 生物与化学工程系, 广西 柳州 545006; 2. 广西中烟工业有限责任公司技术中心 广西 柳州 545005)

**摘要:**以肉桂为试材, 采用水蒸气蒸馏法提取了不同蒸馏时段的肉桂精油, 研究蒸馏时间对肉桂油的化学成分及卷烟加香效果的影响。结果表明: 蒸馏时间对肉桂油的化学成分有较大影响; 随着蒸馏时间的延长, 主成分反式-肉桂醛的含量逐渐降低。卷烟加香效果显示肉桂油能明显改善卷烟口感, 具有增加香气、提升烟气浓度的作用, 蒸馏的时间越长所得肉桂油的加香效果越好。

**关键词:** 肉桂; 精油; 蒸馏时间; 成分分析; 卷烟加香

**中图分类号:** TQ 656<sup>+</sup>.5 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-0009(2011)05-0112-03

肉桂(*Cinnamomum cassia* Presl)系樟科樟属, 别名玉桂。是我国著名的天然香料和名贵中药材, 我国肉桂产品产量占全世界总产量的80%以上<sup>[1]</sup>。肉桂是广西最具特色和资源优势的经济林品种之一, 广西肉桂皮的产量占全国总产量的50%以上。肉桂精油是从肉桂干燥树皮及枝叶中提取的挥发油, 肉桂油是一种重要的烟用香料, 具有浓郁的芳香及辛辣气味, 口味香甜, 是烟用香精调配辛香的重要香料<sup>[2]</sup>。

目前肉桂油的生产主要以水蒸气蒸馏工艺为主, 蒸馏时间是影响水蒸气蒸馏法提取精油的品质和产率的主要因素<sup>[3]</sup>, 蒸馏的时间不同所得肉桂油的成分和品质差异较大, 在卷烟加香中使用会造成卷烟产品质量的波动, 现对肉桂油的化学成分和加香效果与提取时间之间的关系进行研究。

1 材料与方法

## 1.1 仪器与材料

Agilent 6890GC/5973MS 气相色谱-质谱联用仪; 挥发油提取器。肉桂样品为干燥肉桂皮, 购自广西柳州市中药饮片厂, 产地为广西。试验所用试剂皆为国产分析纯。

## 1.2 不同蒸馏时段肉桂油的提取

称取100 g肉桂样品, 粉碎过筛, 置于挥发油提取器中按常规水蒸气蒸馏法提取, 控制水的回流速度为4~5 mL/min, 分别收取0~30 min(馏分1)、30~60 min(馏分2)、60~360 min(馏分3)、0~60 min(馏分4)5个时间

**第一作者简介:** 田玉红(1969-), 女, 博士, 教授, 硕士生导师, 现主要从事天然香料化学研究工作。

**基金项目:** 广西自然科学基金资助项目(桂科自0991065)。

**收稿日期:** 2010-12-21

## Studies on Nutrient Deficiency Symptoms of *Philadelphus schrenkii* Rupr.

LI Jin-peng, DONG Ran, LI Ya-hui, LAI Jing

(College of Horticulture, Jilin Agricultural University, Changchun, Jilin 130118)

**Abstract:** *Philadelphus schrenkii* Rupr. was cultured in N, P, K, Ca and Mg deficient solution. The nutrient deficiency symptoms and nutrient concentration of plant were studied. The results showed that the lack of N element, the edge of the leaf showed tan spot first; condition that the lack of K element was normal after dealing with fifteen days, but the growth of procreate was influenced, old leaf appeared scorch after forty days, this showed that the plants need less potassium in the initial growth stage of plant; the lack of Ca, the new leaf of the plant showed chlorosis, and the tip of the leaf was dry and curl; the lack of the N, P, K and Mg elements, the underside of the plant showed symptom first; the chlorophyll content and soluble protein content were lower than those of complete nutritional soluble also. The results of this study can serve as an evidence for nutrition diagnosis in *Philadelphus schrenkii* Rupr.

**Key words:** *Philadelphus tenuifolius* Rupr.; rooty stem; element deficiency

段的油相成分,各馏分精油充分静置至油水分层后读取精油体积<sup>[3]</sup>。油被收集下来进行GC-MS分析。

1.3 气相色谱-质谱工作参数

气相色谱条件:毛细管色谱柱 HP-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm);采用程序升温:60℃保持1 min,升至170℃(2℃/min),继续升至270℃(8℃/min),于270℃保持5 min;载气为高纯氦气 流量1.0 mL/min;进样量1 μL,分流比1:100,进样口温度280℃,接口温度230℃。

质谱条件:EI 电离源,电子能量70 eV,电子倍增器电压1.5 KV,质量扫描范围33~550 amu,全扫描方式。

1.4 卷烟加香试验

以广西中烟工业公司的真龙“娇子”叶组配方作为试验烟丝。用乙醇将0~60 min 馏分和60~360 min 馏分的肉桂油稀释为质量分数为1%的溶液。取150 g 试验烟丝混合均匀,分成3份各50.0 g。分别取上述2个蒸馏时段的肉桂油用微量喷雾器按0.001%的加香量喷洒在2份烟丝上。同时在另1份试验烟丝上添加相同量的乙醇作为对照样,用CMB-120型管式填充机将加香烟丝和对照烟丝分别卷制成烟支,并在恒温(22±1)℃恒湿(相对湿度60%±2%)条件下平衡48 h<sup>[4-5]</sup>。经省级7人评吸小组进行综合评价比较。

2 结果与分析

2.1 蒸馏时间对肉桂油提取率的影响

采用水蒸气蒸馏法提取了100 g 肉桂原料在不同蒸馏时段的精油,其中0~30 min(馏分1)时段得到的精油为0.67 mL,其相对提取率为35.46%;30~60 min(馏分2)时段得到的精油为0.51 mL,其相对提取率为26.98%;60~360 min(馏分3)时段得到的精油为0.71 mL,其相对提取率为37.56%。

2.2 蒸馏时间对肉桂油的化学成分的影响

按上述GC-MS条件对不同蒸馏时段的肉桂油馏分进行分析,得到各馏分精油的总离子流色谱图。采用计算机对各峰质谱图进行NIST标准谱库的检索,参考标准图谱和相关文献确定其化学结构<sup>[6-9]</sup>,利用峰面积归一法计算各组分的相对含量。经分析鉴定,0~30 min 时段(馏分1)确认了30个成分,占总峰面积的92.651%;30~60 min 时段(馏分2)确认了33个成分,占总峰面积的92.756%;60~360 min 时段(馏分3)确认了36个成分,占总峰面积的89.440%。不同蒸馏时段肉桂油的化学成分分析结果结果列于表1。

由表1可知 各不同蒸馏时段肉桂油的主要化学成分为反式-肉桂醛(68.227%~52.198%)、丁香酚(1.123%~1.420%)、咕巴烯(5.337%~8.916%)、γ-依兰油烯(1.096%~1.677%)、δ-杜松烯(4.973%~8.705%)、α-依兰油烯(2.480%~4.938%)、τ-依兰油醇(0.63%~1.414%)、铃兰醛(0.123%~0.907%)。蒸馏时间对肉桂油的化学成

分影响较大,随着蒸馏的进行,主成分反式-肉桂醛的含量由68.227%降低到52.198%,而碳氢类化合物的含量由19.191%升高到30.191%,肉桂油中的碳氢化合物以倍半萜烯类化合物为主。

表1 不同蒸馏时段肉桂油的化学成分

化学成分	相对百分含量/%		
	馏分1	馏分2	馏分3
Benzaldehyde 苯甲醛	0.190	0.161	0.212
Benzenepranal 铃兰醛	0.123	0.649	0.907
Borneol 龙脑	0.206	-	-
p-menth-1-en-8-ol α-松油醇	0.047	-	-
Cis-cinnamaldehyde 顺式-肉桂醛	1.229	1.222	0.913
Trans-cinnamaldehyde 反式-肉桂醛	68.227	66.942	52.198
Cinnamyl alcohol 肉桂醇	0.092	0.089	0.069
Eugenol 丁香酚	1.420	1.123	1.197
Copaene 咕巴烯	7.428	5.337	8.916
Sativene	0.122	0.105	0.209
β-Elementene β-榄香烯	0.445	0.411	0.291
Cyclosativene	0.143	0.125	0.226
β-caryophyllene β-石竹烯	0.387	0.314	0.403
β-cubebene β-葑澄茄烯	0.043	0.040	0.078
Coumarin 香豆素	0.205	0.287	0.098
α-bergamotene α-香桉油烯	-	-	0.266
α-caryophyllene α-石竹烯	0.295	0.481	0.511
Aromadendrene 别香树烯	0.046	0.028	0.058
Cinnamic acid 肉桂酸	-	0.102	0.278
Cadin-3,9-diene 3,9-杜松二烯	0.133	0.148	0.403
γ-muurolene γ-依兰油烯	1.096	1.188	1.677
α-amorphene α-紫穗槐烯	0.166	0.184	0.283
α-curcumene α-姜黄烯	0.210	0.241	0.307
Varidiflorene 绿花白千层烯	-	0.480	0.663
α-murolene α-依兰油烯	2.480	2.902	4.938
Guai-1(10),11-diene 1(10),11-愈创木二烯	-	0.098	0.164
β-bisabolene β-红没药烯	0.308	0.357	0.471
γ-cadinene γ-杜松烯	0.490	0.543	0.816
δ-cadinene δ-杜松烯	4.973	5.752	8.705
α-calacorene α-去二氢菖蒲烯	0.426	0.585	0.806
Caryophyllenyl alcohol 石竹烯醇	0.178	0.209	0.141
1,5,5,8-tetramethyl-3,7-cycloundecadien-1-ol 1,5,5,8-四甲基-3,7-环十一碳二烯-1-醇	0.108	0.149	0.106
τ-muuroiol τ-依兰油醇	0.963	1.414	1.354
δ-cadinol δ-杜松醇	0.472	0.801	0.866
α-bisabolol α-红没药醇	-	0.246	0.218
Benzyl benzoate 苯甲酸苯甲酯	-	0.043	0.099
Linoleic acid 亚油酸	-	-	0.301
Oleic acid 油酸	-	-	0.292

2.3 不同蒸馏时段肉桂油的加香效果

由表1可看出,0~30 min 馏分肉桂和30~60 min 馏分肉桂的化学成分虽有所差异,但差异不大,为了便于对比评吸,将0~30 min 馏分和30~60 min 馏分合并为0~60 min 馏分。将0~60 min 和60~360 min 时段的肉桂油适量稀释,按一定比例添加到卷烟叶组中卷制成烟支,经省级7人评吸小组进行评吸。评吸结果表明,在卷烟叶组中添加肉桂油能提高烟气厚实感,提升

卷烟香气和烟气浓度,改善烟气甜润度,具有明显改进烟气质量的效果。不同蒸馏时段肉桂油的加香效果有一定差异,蒸馏时间越长,加香效果越好,添加了60~360 min时段肉桂油的烟丝在烟气浓度、甜润度及协调性方面明显好于添加0~60 min时段肉桂油的烟丝。

### 3 结论

在控制水的回流速度为4~5 mL/min的条件下,采用水蒸气蒸馏法提取了0~30 min(馏分1)、30~60 min(馏分2)、60~360 min(馏分3)等3个不同蒸馏时段的肉桂油,通过气相色谱-质谱(GC-MS)联用分析鉴定了其化学成分,各不同蒸馏时段肉桂油的主要成分为反式-肉桂醛(68.227%~52.198%)、丁香酚(1.123%~1.420%)、咕巴烯(5.337%~8.916%)、 $\gamma$ -依兰油烯(1.096%~1.677%)、 $\delta$ -杜松烯(4.973%~8.705%)、 $\alpha$ -依兰油烯(2.480%~4.938%)、 $\tau$ -依兰油醇(0.63%~1.414%)、铃兰醛(0.123%~0.907%)。蒸馏时间对肉桂油的化学成分有较大影响,随着蒸馏时间的延长主成分反式-肉桂醛的含量由68.227%降低到52.198%,而碳氢类化合物的含量由19.191%升高到30.191%。蒸馏时间对肉桂油的加香效果也有一定影响,通过对比评吸发现,蒸馏的

时间越长所得肉桂油在卷烟加香中的应用效果越好。

### 参考文献

- [1] 韦如萍,黄永芳,胡德活,等.肉桂的研究现状及发展趋势[J].经济林研究,2006,24(3):65-70.
- [2] 毛多斌,马宇平,梅业安.卷烟配方和香精香料[M].北京:化学工业出版社,2001:123.
- [3] 田玉红,刘雄民,周永红,等.不同蒸馏时段的粗皮桉叶精油的化学成分[J].中国中药杂志,2006,31(19):1641-1643.
- [4] 李雪梅,周谨,张晓龙,等.超临界CO<sub>2</sub>流体萃取与常规提取方法制备芹菜籽精油的比较[J].精细化工,2004,21(8):581-585.
- [5] 李娟娟,赵明月,夏巧玲,等.羊栖菜超临界CO<sub>2</sub>萃取物成分分析及在卷烟中的应用[J].烟草科技,2008(8):41-43.
- [6] 丛浦珠,苏克曼.分析化学手册:质谱分析[M].北京:化学工业出版社,2000:848-891.
- [7] Wang R, Wang R J, Yang B. Extraction of essential oils from five cinnamon leaves and identification of their volatile compound compositions[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2009(10):289-292.
- [8] Goni P, López P, Sánchez C, et al. Antimicrobial activity in the vapour phase of a combination of cinnamon and clove essential oils[J]. Food Chemistry, 2009, 116: 982-989.
- [9] 回瑞华,侯冬岩,朱永强,等.微波-同时蒸馏萃取分离肉桂挥发性成分分析[J].理化检验-化学分册,2006,42(2):105-108.

## Influence of Distillation Time on the Composition of Essential Oil from *Cinnamomum cassia* Presl and Its Tobacco Flavoring Effect

TIAN Yu-hong<sup>1</sup>, LI Ri-nan<sup>2</sup>, ZOU Ke-xing<sup>2</sup>, CHEN Zhi-yan<sup>2</sup>, JIANG Hong-lin<sup>2</sup>

(1. Department of Biological and Chemical Engineering, Guangxi University of Technology, Liuzhou, Guangxi 545006; 2. Technology Centre China Tobacco Guangxi Industrial Corporation, Liuzhou, Guangxi 545005)

**Abstract:** Taking *Cinnamomum cassia* Presl as material, the effect of distillation time on composition of essential oil from *Cinnamomum cassia* Presl and its tobacco flavoring effect were investigated. The essential oil fractions collected at different times during distillation from *Cinnamomum cassia* Presl were obtained through hydrodistillation. The results showed that distillation time did obviously effect on the composition of *Cinnamomum cassia* Presl oil. The relative content of trans-cinnamaldehyde, the principal component of the *Cinnamomum cassia* Presl oil, decreased with the distillation processing. The smoking quality of cigarette added oil from *Cinnamomum cassia* Presl as additive was obviously improved with enhanced aroma and smoke concentration. The tobacco flavoring effect showed that longer duration of distillation can make better cigarette flavoring effect.

**Key words:** *Cinnamomum cassia* Presl; essential oil; distillation time; analysis; cigarette flavor