

超临界 CO₂ 萃取条件 对烟草香料香味成分的影响

陈伟华¹, 王晓如¹, 戴亚¹, 王龙¹, 牛丽娜^{1,2}, 何爱民^{1*}

(1. 河北中烟工业有限责任公司技术中心, 河北 石家庄 050051;

2. 湖南农业大学生物科学技术学院, 湖南 长沙 410128)

摘要:以废弃烟末为原料, 无水乙醇为夹带剂, 以香料萃取得率、主要香味成分为衡量指标, 分别考察了萃取模式、物料含水率、夹带剂体积分数及用量、萃取压力、温度、时间和 CO₂ 流量等因素对萃取效果的影响, 并用多元统计分析比较各因素对香味物质萃取率影响的大小。结果表明, 增大压力可提高高级脂肪酸的萃取得率, 并萃出较多的香味化合物; 升高温度可促进美拉德反应物迅速增加, 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮(DDMP)的萃取量在 85℃ 后呈指数增长; 各类香味物质 3 h 时萃取率均超过 90%, 其中酸类、醛酮类、杂环化合物 1 h 内萃取率可达 95% 以上。多元回归分析结果表明, 各因素对香料萃取得率的影响依次是: 萃取温度 > CO₂ 流量 > 萃取压力 > 夹带剂用量; 对总香味成分萃取得率的影响依次是: 萃取温度 > 萃取压力 > 夹带剂用量 > CO₂ 流量。

关键词:超临界萃取; 废弃烟末; 无水乙醇; 香味成分

中图分类号: TS41+1

文献标志码: A

文章编号: 0253-4320(2022)S2-0269-05

DOI: 10.16606/j.cnki.issn0253-4320.2022.S2.053

Influence of supercritical CO₂ extraction conditions on aroma components of tobacco

CHEN Wei-hua¹, WANG Xiao-ru¹, DAI Ya¹, WANG Long¹, NIU Li-na^{1,2}, HE Ai-min^{1*}

(1. Technology Center of China Tobacco Hebei Industrial Co., Ltd., Shijiazhuang 050051, China;

2. College of Bioscience and Biotechnology, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

Abstract: Taking the discarded tobacco as raw material, anhydrous ethanol as entrainer, extraction rate of perfume and main aroma components as measurement indicators, the influences of factors such as extraction mode, water content of materials, volume fraction and dosage of entrainer, extraction pressure, temperature, time and CO₂ flow rate on the extraction effect are investigated. The impact size of various factors on aroma extraction is compared by means of multivariate statistical analysis. Results show that the increasing pressure can improve the extraction rate of higher fatty acids and extract more aromatic compounds; Maillard reactants increases rapidly with the increasing temperature, especially the extraction amount of 2, 3-dihydro-3, 5-dihydroxy-6-methyl-4(H)-pyrane-4-ketone (DDMP) increases exponentially with the increasing temperature above 85℃; The extraction rates of all kinds of fragrance substances exceeds 90% within 3 h, among which the extraction rates of acids, aldehydes and ketones, and heterocyclic compounds exceed 95% within 1 h; Multiple regression analysis shows that the influence of various factors on extraction rate of perfume is as follows: extraction temperature > CO₂ flow rate > extraction pressure > the amount of entrainer; The influence on the extraction rate of total aroma components is as follows: extraction temperature > extraction pressure > the amount of entrainer > CO₂ flow rate.

Key words: supercritical fluid extraction; discarded tobacco dust; anhydrous ethanol; aroma components

卷烟工业生产中的废弃烟末含有丰富的致香成分和香气前体物^[1-3], 其中一部分来自烟草本身, 一部分来自加香加料, 它们及其转化、降解产物均对烟草香味具有重要影响, 研究废弃烟末香味成分及其萃取方法对行业“固废资源化研究”和“烟草多用途开发”具有重要意义。超临界 CO₂ 流体(SCF)萃取技术绿色环保, 已广泛用于中药^[4-7]、植物精油^[8-10]

等天然成分的萃取分离。采用该技术萃取废弃烟末可得到富含烟草特征香气成分的烟草源香料, 用于低焦卷烟和新型烟草制品可增补烟气香气量、彰显烟草本香。目前, 尽管有关 SCF 萃取烟草的研究报道很多, 但多应用于精油成分分析^[11-12]或特定溶质的分离^[13-15]方面, 对萃取条件的选择主要以目标得率为考察指标, 鲜见 SCF 工艺对烟草特征香味物质

收稿日期: 2022-03-22; 修回日期: 2022-06-14

基金项目: 中国烟草总公司重点研发项目“废弃烟末生产品牌专用烟草源香料关键技术与产业化应用”(110202102021)

作者简介: 陈伟华(1983-), 女, 博士, 高级工程师, 主要从事烟草化学分析与研究, hbzyewh@163.com; 何爱民(1971-), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事烟草化学分析与研究, 通讯联系人, 13933188220@126.com。

及组群影响的深入探讨,也缺乏品牌化应用的范例。

本文以废弃烟末为研究对象,考察萃取模式、烟末含水率、夹带剂浓度及用量和 SCF 萃取条件(温度、压力、时间、流量等)对萃取得率及香味物质萃取能力的影响,同时结合卷烟感官评吸,优选适用于品牌专用烟草源香料萃取的工艺条件。研究萃取条件对烟草香料香味物质萃取效率的影响,可靶向提高烟草特征香味成分的萃取得率,有助于烟草源香料实现品牌化制备与应用,为烟草内源性本香物质的开发利用提供参考。

1 材料与方 法

1.1 材料与仪器

钻石牌卷烟某规格废弃烟末(含水率 10% ~

13%,河北中烟工业有限责任公司);液态 CO₂(食品级,99.5%);无水乙醇、水杨酸乙酯(分析纯,99.5%);75%乙醇(食品级);纯净水(屈臣氏)。

超临界流体萃取仪(SFE-2 型,美国 ASI 公司);循环水式多用真空泵(SHB-III 型,郑州长城科工贸有限公司);AL204 型电子天平(感量:0.000 1 g,瑞士 Mettler Toledo 公司);7890A-5977 GC-MS 联用仪(美国 Agilent 公司)。

1.2 实验方法

将废弃烟末依次过筛,收集 20~60 目的烟末备用。准确称取 9.0 g 烟末样品装入萃取釜,按照表 1 的实验条件进行 SCF 萃取,每个因素分别进行平行实验,计算萃取得率,并对萃取物进行香味成分分析。

表 1 SCF 萃取单因素实验方法

萃取模式	含水率/%	夹带剂(乙醇)		压力/ MPa	温度/ ℃	流量/ (L·min ⁻¹)
		用量/mL	体积分数/%			
1.5 h 静态	10	1	100	30	45	3
1.5 h 动态						
0.5 h 静态+1 h 动态						
0.5 h 静态+1 h 动态	干燥,10,20,30	—	—	30	45	3
0.5 h 静态+1 h 动态	10	1,2,3,4,5	100	30	45	3
0.5 h 静态+1 h 动态	10	2	30,50,70,90,100	30	45	3
0.5 h 静态+(1,2,3,5, 5,6.5)h 动态	10	2	100	30	45	3
0.5 h 静态+1 h 动态	10	2	100	10,20,30,40,50	45	3
0.5 h 静态+1 h 动态	10	2	100	30	35,45,55,65,75,85,100	3
0.5 h 静态+1 h 动态	10	2	100	30	45	2,3,4,5

1.3 萃取物香味成分分析

(1) 处理方法

各萃取物中分别加入 50 μL 10 mg/mL 的水杨酸乙酯内标溶液,再用 3:7 的正己烷-无水乙醇混合溶剂溶解定容至 5 mL,置于色谱瓶立即进行 GC-MS 分析。

(2) 仪器条件

色谱条件:DB-5MS 毛细管色谱柱(60 m×0.25 mm×0.25 μm,Agilent 公司);进样口温度 280℃;载气为高纯氦气;流量 1.0 mL/min;进样量 1 μL;分流进样,分流比 15:1。

柱箱程序升温条件:初始温度 60℃,以 3℃/min 升至 180℃,保持 10 min;然后以 3℃/min 升至 220℃,保持 5 min;再以 3℃/min 的速率升至 250℃,保持 5 min;最后以 10℃/min 的速率升至 280℃,保持 40 min。

质谱条件:电子轰击 EI 源;离子源温度 230℃,四极杆温度 150℃;传输线温度 280℃;电离能量 70 eV;扫描范围 30~550 aum;溶剂延迟 5.5 min。

(3) 定性定量分析

采用 Masshunter 10.0 数据处理软件和 NIST17 标准谱库对采集的各化合物进行定性分析,根据质谱检索匹配度和文献筛选定性结果,并采用单一内标法定量目标化合物。

$$\text{萃取得率}(\%) = [(m_2 - m_1)/m_0] \times 100\% \quad (1)$$

其中: m_0 为废弃烟末干重,g; m_1 为收集瓶空瓶质量,g; m_2 为收集瓶和萃取物质量,g。

$$\text{各香味成分萃取质量}(\text{mg}) = (A_i/A_s) \times m_s \quad (2)$$

其中: A_i 为待测液中各化合物的峰面积; A_s 为待测液中内标的峰面积; m_s 为待测液中内标的质量,mg。

$$\text{总香味成分萃取得率}(\%) = (m/m_0) \times 100\% \quad (3)$$

其中 m 为总香味成分萃取量,g; m_0 为废弃烟末干

重, g。

1.4 卷烟加香实验

称取 SCF 萃取物用 75% (质量分数) 的乙醇稀释一定倍数后, 用香精注射机以 10 μL 的量均匀加入钻石牌 A 规格卷烟烟丝中, 同时做空白对照卷烟。将烟支放置于相对湿度 (60 \pm 3)%、环境温度 (22 \pm 1) $^{\circ}\text{C}$ 恒温恒湿环境中平衡 48 h 以上, 组织评吸小组参照中式卷烟感官评价标准^[16]对香韵和烟气特征进行评价。

2 结果与讨论

2.1 烟末状态对 SCF 萃取的影响

2.1.1 烟末粒度

实验表明, 烟末粒度越小萃取得率和香味物质萃取得率越稳定, 但当粒度小于 0.18 mm (80 目) 时, 高压萃取时物料过于紧实, 香味物质萃取得率有所降低, 因此, 收集 20~60 目的烟末作为实验材料为宜。

2.1.2 烟末含水率

烟末含水率对香味物质萃取的影响见图 1。由图 1 可知, 物料含水率对超临界萃取有较大影响。烟末烘干后, 香味物质萃取总量较低, 一些低沸点的醇类、小分子酸、醛酮等含量明显减少, 丁二醇、苯甲醇、苯乙醇、薄荷醇、苯甲酸、苯乙酸、香草酸、异戊酸以及和烤烟焦甜香相关的吡喃酮、吡喃酮类几乎检测不到。含水率增加, 香料萃取得率和香味化合物数量也随之增加, 萃取量增加最多的为酯类, 尤其是二氢猕猴桃内酯、DL-泛酰内酯和东莨菪内酯等, 但类茄尼醇物质 (SLS)^[17]有所减少; 具有焦甜香的 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮 (DMPP)、甲基环戊烯醇酮 (MCP)、5-羟甲基糠醛等随烟末含水率增加而增加; 在干燥状态下, 烟碱的萃取率较低, 当含水率大于 10% 时其萃取量大幅增加; 新植二烯和角鲨烯等萜类化合物则随含水率的增加而逐渐减少。因此, 物料含有适量的水分可改

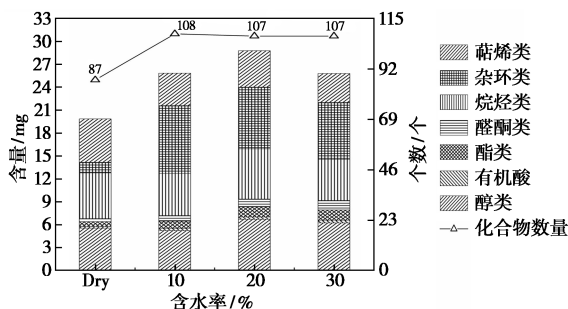


图 1 烟末含水率对香味物质萃取的影响

善超临界流体性能, 有利于提高极性亲水香味物质的溶解性, 但含水率过大时, 萃取釜中物料较湿, 高压下易抱团, 导致部分香味成分萃取得率有所降低。实验表明, 烟末含水率在 10%~20% 时萃取物中香味物质丰富, 萃取香料质量较好。工业生产中的废弃烟末含水率一般在 10%~13%, 可直接收集使用。

2.2 萃取模式对 SCF 萃取的影响

萃取模式对香味物质萃取的影响见图 2。图 2 表明, 在相同时间内, 静态萃取得率和香味物质总量均较低, 但烷烃萃取量较高; 动态萃取时脂肪酸类和烷烃类的萃取量最低。这是由于静态萃取回收香料不彻底, 动态萃取又降低了超临界流体对溶质的传质效果所致。而当采用先静态再动态萃取时, 萃取得率和香味物质萃取量均明显提高, 这是因为静态萃取可使流体充分浸润烟末, 动态萃取又持续补充 CO₂ 流体将香味物质不断带出, 不但可提高香味物质萃取率, 还可减少 CO₂ 的浪费。

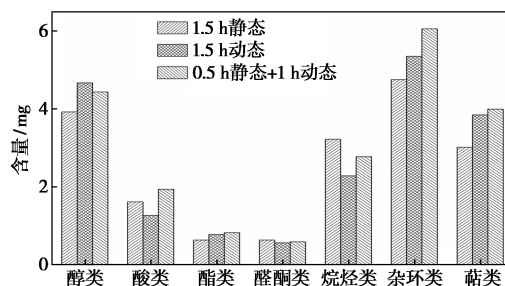
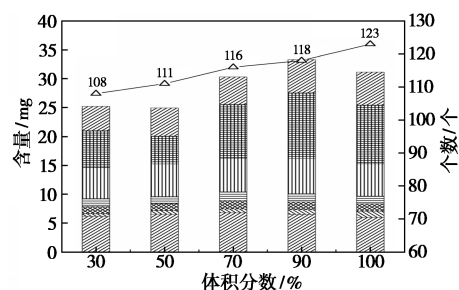


图 2 萃取模式对香味物质萃取的影响

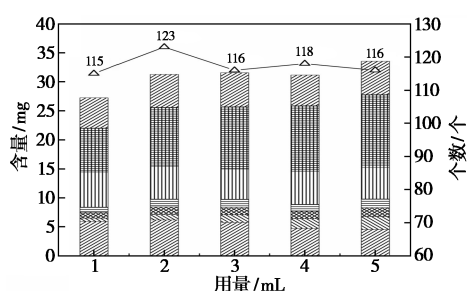
2.3 夹带剂体积分数及用量对 SCF 萃取的影响

前期研究发现烟草致香成分萃取的优良夹带剂为无水乙醇, 本实验进一步考察了乙醇体积分数、添加方式和添加量对萃取效果的影响, 结果见图 3。研究发现, 直接添加等量乙醇溶液优于动态萃取时泵入, 可能是因为泵入时乙醇被 CO₂ 流体带出, 减少了其与烟末的接触时间, 致使香味物质萃取量相对较低。在相同乙醇用量下, 随着体积分数的增大, 萃取得率、香味物质萃取总量和香味化合物数量均呈增加趋势 [见图 3(a)], 当乙醇体积分数达 70% 时, 烟碱萃取量增加约一倍, 继续增加乙醇浓度, 除有机酸总量和香味物质数量继续增加外, 其他香味物质萃取量基本不变, 但萃取得率随之增加。部分香味物质含量随无水乙醇用量增加而增大, 尤其是棕榈酸、亚麻酸、异戊酸香叶酯、5-羟甲基糠醛和茄酮等。由图 3(b) 可知, 当无水乙醇添加量为 2 mL 时, 酸类、醛酮类和杂环化合物的萃取量明显增加, 萃取出的香味物质数量最多, 随其用量的增加有机

酸的萃取量继续增加,当无水乙醇用量大于 3 mL 时,醇类化合物萃取总量和数量有所减少,其中苯乙醇、L-薄荷醇检测不到。



(a) 体积分数的影响



(b) 用量的影响

萜烯类
 杂环类
 烷烃类
 醛酮类
 酯类
 酸类
 醇类
 化合物数量

图 3 夹带剂体积分数和用量对香味物质萃取的影响

2.4 萃取条件对香味物质萃取的影响

2.4.1 萃取时间

萃取时间直接关系到萃取效率和萃取成本,在 CO₂ 流量一定时可适当延长萃取时间以提高萃取率。实验表明,静态萃取 30 min 即可达到溶剂与烟末充分接触传质的良好效果。实验以 7 h 的萃取总量为 100% 计,比较动态萃取香味物质萃取得率随时间的变化,结果见表 2。表 2 表明,当动态萃取 15 min 时,约 87% 的香味物质被萃取出来,其中酸类的萃取量高达 99%,除脂肪酸外,其他挥发酸类基本萃取完全;其次是醛酮类,苯甲醛、香草醛、5-羟甲基糠醛、甲基环戊烯醇酮(MCP)和 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4(H)-吡喃-4-酮(DMPP)等萃取速度较快,15 min 时的萃取率达 98%,香叶基丙酮、巨豆三烯酮和法尼基丙酮达 90% 以上;继续萃取至 1 h 时,醇类、烷烃和酯类的萃取率均大于 86%,萜烯类化合物的萃取速度相对较慢,1 h 达总量的 80%,萃取 4 h 达到 90%;在 15 min~1 h 内,烟碱的萃取速度最快,萃取 1 h 时达总量的 96%。随着时间延长,各香味物质萃取速度减缓,因此动态萃取 1~2 h 即可满足生产要求。

表 2 动态萃取时间对萃取效率的影响

类别	萃取时间/min						%
	15	60	120	210	300	390	
醇类	87.04	88.56	90.82	93.15	96.25	100	
酸类	98.98	99.07	99.22	99.32	99.46	100	
酯类	84.18	86.47	88.91	91.63	94.70	100	
醛酮类	94.79	96.21	97.34	98.27	99.08	100	
烷烃类	83.80	86.35	89.26	92.07	95.29	100	
杂环类	87.90	95.86	98.52	99.17	99.60	100	
萜烯类	77.05	80.79	84.94	89.50	93.86	100	
总量	87.14	90.19	92.58	94.66	96.89	100	

2.4.2 萃取压力

压力对香味物质萃取效果的影响见图 4,可以看出,当萃取压力较低(10 MPa)时,香味成分萃取量较少;增大萃取压力,香味成分萃取量明显增加,其中醛酮类、酯类、杂环化合物和新植二烯的萃取量在 30 MPa 时基本达到最大;继续增大压力,高级脂肪酸类物质明显增多;到 50 MPa 时,各类香味物质均有一定程度的减少。萃取香味物质的数量随压力增大而增多,到 30 MPa 基本稳定。SCF 的极性受密度影响,密度又随温度和压力而变化。温度一定时,压力越大流体密度越大,溶质溶解度随之增大。由实验结果来看,萃取压力不宜过高或过低,20~40 MPa 对废弃烟末的萃取效果较好。

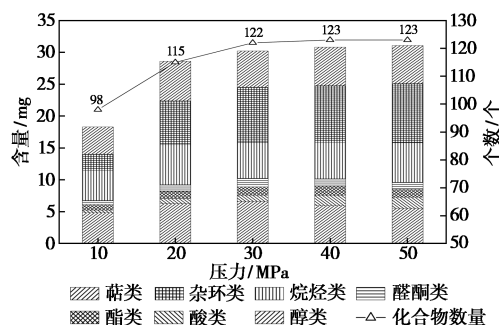


图 4 压力对香味物质萃取效果的影响

2.4.3 萃取温度

温度对香味物质萃取效果的影响见图 5。图 5 表明,在一定压力下,升高温度被萃取物的挥发性增加,其在气相中的浓度增加,萃取量随之增大,到 45℃ 增加约 14%;继续升高温度到 60℃,萃取物中有黑色物质出现;到 100℃ 时,萃取量增加约 104%。但由于超临界流体的密度随温度升高而降低,香味物质的溶解度也随之降低,香味物质的数量在 45℃ 时最多,升温后逐渐减少,至 100℃ 又有所增加。因烟草中香味物质及其前体物种类复杂繁多,随着温度升高,香味前体物降解速度加快,一些小分子醛酮和酯类香味物质的含量增加,温度继续升高,棕色化

反应加快,美拉德反应物(如吡嗪、吡咯、呋喃酮和吡啶类物质)迅速增加,尤其是 DDMP,其萃取量从 85℃ 到 100℃ 增加约 6 倍,比 35℃ 时增加约 55 倍。与具有焦糖样香味的同类吡喃酮类化合物麦芽酚相比,DDMP 具有更好的水溶性,且在味觉上呈现出的“甜味”更加突出,可明显提升卷烟烟气回甜感,突显卷烟“甜”和“润”的口感特征。超临界萃取废弃烟末制备烟草精油时,为避免热敏性小分子香味物质损失,温度不宜过高,鉴于美拉德反应物在较高温度下萃取率迅速升高,可采用程序升温的方式萃取烟草源香料,提高香气丰富性。

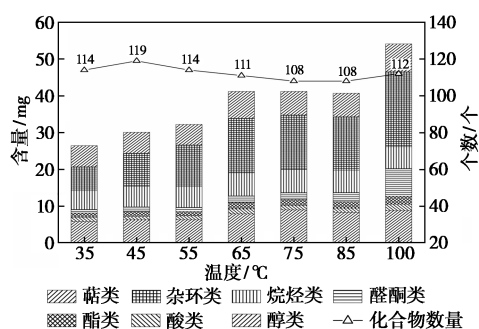


图 5 温度对香味物质萃取效果的影响

2.4.4 CO₂ 流量

CO₂ 流量对萃取效果的影响见图 6。图 6 表明,流量过高或过低时,萃取出的香味化合物数量均较少。流量过小,一些与基体间作用力强的香味物质难以与烟末脱附,故香味物质萃取总量和数量均较低;流量过大,强气流带出的香味物质不利于收集且易造成小分子挥发组分的损失。一般情况下,CO₂ 流量应控制在 2~5 L/min,在 SCF 制备烟草源香料时,CO₂ 流量选用 3 L/min 为宜。

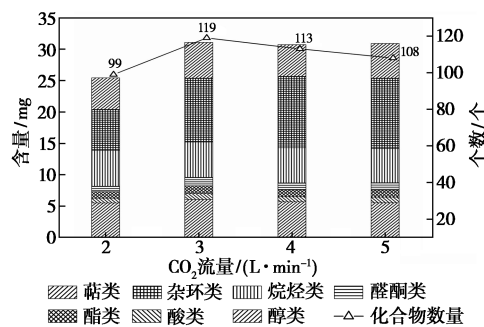


图 6 CO₂ 流量对萃取效果的影响

2.5 工艺条件对 SCF 萃取影响的比较

采用多元线性回归分析方法,评估工艺条件对萃取效果的影响,结果见表 3。可以看出,香料萃取率和香味成分萃取率与夹带剂用量、萃取压力、萃取温度和 CO₂ 流量均呈正相关。标准化回归系

数及显著性分析结果表明,4 种因素均对萃取得率有显著影响,影响最大的是温度,CO₂ 流量、压力和夹带剂用量对萃取得率的影响相当;对香味成分萃取得率的影响顺序为:温度>压力>夹带剂用量>CO₂ 流量,其中温度和压力影响显著;温度是影响各成分萃取得率的主要因素,对醇类、酸类、酯类、醛酮类、杂环类和萜烯类的影响均达显著水平($P < 0.05$),工艺条件变化对烷烃类萃取量的影响不显著。

表 3 工艺条件对 SCF 萃取结果影响的多元统计分析

项目	回归模型分析		标准化回归系数			
	F 统计量	P 值	夹带剂用量	萃取压力	萃取温度	CO ₂ 流量
萃取得率	12.298	0.000	0.300*	0.321*	0.742*	0.348*
香味成分萃取得率	28.176	0.000	0.179	0.226*	0.917*	0.118
醇类	19.197	0.000	-0.302*	0.063	0.814*	-0.046
有机酸类	26.567	0.000	0.738*	0.792*	0.388*	-0.030
酯类	21.254	0.000	0.278*	0.227*	0.869*	-0.084
醛酮类	9.517	0.000	0.056	0.089	0.846*	0.033
杂环类	25.791	0.000	0.309*	0.258*	0.870*	0.244*
烷烃类	1.835	0.172	-0.165	0.055	0.502	-0.080
萜烯类	5.908	0.004	0.050	0.277	0.725*	-0.008

注: * 表示标准化回归系数的显著水平小于 0.05。

3 结论

(1) 对香味物质超临界萃取得率影响较大的因素是温度、压力、CO₂ 流量和萃取时间,高级脂肪酸的萃取得率随压力增大而增高,增大压力可萃出较多的香味化合物。

(2) 升高温度可提高醇类、醛酮和杂环类的萃取得率,随温度升高,吡嗪、吡咯、呋喃酮和吡啶类化合物迅速增加,为减少热敏性香味物质的损失、提高香气丰富性,可考虑程序升温法超临界萃取烟草源香料。

(3) 实验结果表明,酸类、醛酮类、杂环化合物的萃取速度较快,1 h 内萃取率可达 95% 以上,其他各类香味物质萃取 3 h 内萃取率均超过 90%。

(4) CO₂ 流量主要影响萃取香味物质的数量,过高或过低都会影响萃取物香味质量。

(5) 多元回归分析结果表明,各因素对香料萃取得率的影响大小依次为温度>CO₂ 流量>压力>夹带剂用量,对香味物质萃取得率的影响大小为温度>压力>夹带剂用量>CO₂ 流量,因此,在工业大生产中应根据对香料的质量需求,结合实际加香需要确定萃取工艺条件。

(下转第 278 页)

具有重要的影响,提高催化剂的介孔比表面积和总酸量(尤其是 B 酸比例),均有利于提升催化剂的重质费托转化效率,而介孔孔道性质对催化剂活性的影响比酸性质更为重要。

(2)添加 ZSM-5 分子筛会降低催化剂的介孔孔道性质、总酸量、B 酸比例,导致重质费托蜡的转化率低、轻质燃料油选择性较低,干气选择性高;添加 β 分子筛则会引起 $C_3 \sim C_4$ 选择性增加,降低轻质燃料油选择性。

(3)具有一维直孔道结构的 SAPO-11 和 ZSM-22 分子筛在加氢裂化反应中表现出优异的重质蜡转化率、轻质燃料油选择性,有效抑制了轻烃的二次裂解,降低干气和液化气的选择性;ZSM-22 分子筛在重质蜡高转化率下的抑制二次裂解性能尤为突出。

参考文献

- [1] 杨超,蒋坚,鲁丹.F-T 合成蜡油加氢裂解反应过程研究进展[J].化工进展,2013,32(12):2882-2890.
- [2] Leckel D. Hydrocracking of iron-catalyzed fischer-tropsch waxes[J].Energy Fuels,2005,19(5):1795-1803.
- [3] 石永胜,刘志学.SC-I 型催化剂在煤间接液化加氢装置的首次工业应用[J].现代化工,2015,35(11):136-140.
- [4] 陈浩逸.费托合成蜡轻度加氢裂化[D].上海:华东理工大学,2010.
- [5] 吴建民,孙启文,张宗森,等.费托合成蜡 USY 分子筛基加氢裂

化催化剂的制备及其性能[J].过程工程学报,2015,15(3):524-529.

- [6] 杜艳泽,秦波,王会刚,等.多级孔分子筛在重油加氢裂化催化剂的应用进展[J].化工进展,2021,40(4):1859-1867.
- [7] 王建.多级孔 Y 和 Beta 分子筛加氢裂化催化性能研究[D].太原:太原理工大学,2017.
- [8] Jiang J, Yang C, Lu Z J, et al. Characterization and application of a Pt/ZSM-5/SSMF catalyst for hydrocracking of paraffin wax[J]. Catalysis Communications, 2015, 60(5): 1-4.
- [9] 韩京京,谭涓,刘靖,等.小晶粒 ZSM-22 的可控合成及其催化长链正构生物烷烃制航空煤油性能[J].化工进展,2022,41(4):1916-1924.
- [10] 杨娜,王红英,柳云骥,等.不同链长正构烷烃在 Pt/SAPO-11 催化剂上的临氢转化规律研究[J].燃料化学学报,2016,44(1):91-98.
- [11] 韩磊,黄传峰,刘树伟,等.富含介孔 Ni/W-USY/Al₂O₃ 催化剂的费托蜡加氢裂化性能[J].燃料化学学报,2019,47(3):329-339.
- [12] Chang X W, He L F, Liang H N, et al. Screening of optimum condition for combined modification of ultra-stable Y zeolites using multi-hydroxyl carboxylic acid and phosphate[J]. Catal Today, 2010, 158(3/4):198-204.
- [13] Yan P H, Tao Z C, Hao K. Effect of impregnation methods on nickel-tungsten catalysts and its performance on hydrocracking Fischer-Tropsch wax[J]. J Fuel Chem Technol, 2013, 41(6): 691-697.
- [14] 杨平,辛靖,李明丰.负载 Mo、W 氧化物对 Y 型分子筛结构及酸性的影响[J].石油学报(石油加工),2011,25(5):668-673. ■

(上接第 273 页)

参考文献

- [1] 王能如,李章海,王东胜,等.我国烤烟主体香味成分研究初报[J].中国烟草科学,2009,30(3):1-6.
- [2] 杨青,沈晓洁,张怡春,等.烟梗的超临界 CO₂ 流体萃取工艺及萃取物在电子烟中的应用[J].烟草科技,2016,49(7):51-58.
- [3] 徐清泉,徐金巧,陈勇,等.超临界 CO₂ 萃取烟草致香物质的工艺优化[J].精细化工,2017,34(4):431-436,480.
- [4] 温艳艳,张静,朱雅琴,等.两类破壁灵芝孢子粉三萜的提取工艺优化及其含量测定[J].安徽农业科学,2020,48(19):182-185,188.
- [5] 李敏,黄小梅,谈文林.何首乌中萜醌类物质提取及抗氧化活性研究[J].食品研究与开发,2018,39(14):41-45.
- [6] 初洪波,刘聪,刘艳华,等.超临界萃取法提取传统香药中的挥发油的醒脑提神香薰产品制备工艺的建设和质量标准研究[J].吉林中医药,2021,41(6):793-796.
- [7] 邓巧玉,江娜,陈誉丹,等.超临界二氧化碳萃取技术在中药领域的应用进展[J].中国药业,2020,29(17):1-5.
- [8] 黄秋伟,毛立彦,龙凌云.热带睡莲精油的超临界 CO₂ 萃取优化及其成分 GC-MS 分析[J].食品研究与开发,2020,41(7):

188-195.

- [9] 刘梦洁,林丽静,姜永超.高良姜精油和纯露的体外抗氧化活性及酪氨酸酶抑制活性研究[J].食品研究与开发,2021,42(7):56-61.
- [10] 尹爱国,刘兴龙,周天,等.荔枝果核精油超临界 CO₂ 萃取工艺及其成分研究[J].江苏农业科学,2019,47(23):212-216.
- [11] 刘亚娟,刘芸,王志祥.超临界 CO₂ 萃取烟草精油的工艺研究[J].化学与生物工程,2014,31(6):59-63.
- [12] 瞿先中,王宏伟,程雷平.超临界萃取烟草精油的条件优化[J].安徽农业科学,2010,38(35):20448-20450.
- [13] 朱松,陈尚卫,张海波,等.超临界流体技术在废次烟叶中提取纯化茄尼醇的应用[J].中国烟草学报,2008,14(5):22-26.
- [14] 何康,张怀宝,杜咏梅,等.超临界 CO₂ 萃取烟花中西柏三萜二醇工艺研究[J].中国烟草科学,2017,38(2):81-87.
- [15] Yu W, Gu W B. Study on supercritical fluid extraction of solanesol from industrial tobacco waste [J]. The Journal of Supercritical Fluids, 2018, 138(10): 228-237.
- [16] 全国烟草标准化技术委员会卷烟标样分技术委员会(SAC/TC144/SC10).YC/T 497—2014 卷烟中式卷烟风格感官评价方法[S].北京:中国标准出版社,2014.
- [17] Reid W W, Hellier D N. The biosynthesis of terpenes and sterols [J]. Chimia, 1961, 83: 1489-1493. ■