



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105062676 B

(45)授权公告日 2018.11.23

(21)申请号 201510455164.8

(22)申请日 2015.07.29

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105062676 A

(43)申请公布日 2015.11.18

(73)专利权人 湖北中烟工业有限责任公司

地址 430040 湖北省武汉市东西湖区金山大道1355号

(72)发明人 吕品 熊国玺 陈胜

(74)专利代理机构 武汉楚天专利事务所 42113

代理人 雷速

(51)Int.Cl.

A24B 3/12(2006.01)

A24B 15/24(2006.01)

C11B 9/00(2006.01)

(56)对比文件

CN 103710150 A,2014.04.09,

CN 103931746 A,2014.07.23,

CN 103478896 A,2014.01.01,

CN 102453601 A,2012.05.16,

CN 103599021 A,2014.02.26,

CN 104263518 A,2015.01.07,

宁振兴等.“金合欢花香气成分分析及在卷烟中的应用”.《企业科技与发展》.2013,(第15期),

审查员 唐惠敏

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种金合欢烟用香料及其制备方法

(57)摘要

本发明为一种金合欢烟用香料及其制备方法,该方法是将新鲜金合欢处理后,经过酶解、醇提、回流提取、过滤、减压溶缩,制备金合欢烟用香料。本发明充分利用天然金合欢作为原材料制作烟用香料,目前普遍使用的加热浸提法,存在耗时长,提取率低等缺点,极大的限制了其在卷烟中的应用。使用超声提取技术结合加热回流提取、微孔滤膜过滤、减压浓缩的方式提取,条件温和,设备简单,操作方便快捷。同时不采用大量的有机溶剂,可以避免环保,成本高昂等问题。采用本发明的方法分离的金合欢烟用香料与香烟协调性好,无溶剂残留,能明显提调烟香,改善吃味,应用范围广,可以直接加料使用和用到香精配方中。

1. 一种金合欢烟用香料的制备方法,其特征在于:所述金合欢烟用香料的制备方法包括如下步骤:

A. 金合欢前处理:将新鲜金合欢除去病、烂枝叶,80-90℃杀青4-6h,60-70℃隧道式干燥机干燥8-12h,回湿4-6h并重复干燥回湿过程2~3次,排湿、缓苏、干燥交替进行,散去余热后包装,贮存备用;

B. 超声-酶复合处理:每100g前处理后的金合欢原料,加200~500ml蒸馏水,用乳酸调节pH值到3.0~4.5,加0.02~0.05g纤维素酶,摇匀后,置于可加热超声清洗器中,在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min;用碳酸钠调节pH值到5.0~6.5,加入0.04~0.1g α -淀粉酶,摇匀后,置于可加热超声清洗器中,在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min;

C. 金合欢提取物的制备:向每100g金合欢原料通过步骤B反应后生成的产物中加入400~1000ml 95%乙醇溶液,加热回流提取,冷却至室温,提取液经0.8 μ m的微孔滤膜过滤后,采用减压浓缩的方式,浓缩滤液密度至0.9~1.0g/ml,得到金合欢烟用香料。

2. 根据权利要求1所述的一种金合欢烟用香料的制备方法,其特征在于:所述步骤C中加热回流提取的时间为1~2h。

一种金合欢烟用香料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种烟用香料,具体地说是一种金合欢烟用香料及其制备方法。

背景技术

[0002] 金合欢, *Acacia farnesiana* (Linn.) Willd., 别名: 鸭皂树、刺球花、消息树等; 灌木或小乔木, 树皮粗糙, 褐色, 多分枝, 小枝常呈“之”字形弯曲, 有小皮孔。托叶针刺状, 生于小枝上的较短。二回羽状复叶, 叶轴槽状, 被灰白色柔毛, 羽片4-8对。花黄色, 有香味; 子房圆柱状, 被微柔毛。荚果膨胀, 近圆柱状, 褐色, 无毛, 劲直或弯曲; 种子多颗, 褐色, 卵形, 花期3-6月; 果期7-11月。

[0003] 金合欢还是一种经济树种, 花极香, 供提取香精, 可提炼芳香油作高级香水等化妆品的原料。果荚、树皮和根内含有单宁, 可做黑色染料, 茎中流出的树脂含有树胶, 可供药用。木材坚硬, 可制贵重器具用品。

[0004] 目前, 香料植物提取在工业生产上多采用加热浸提法, 存在耗时长, 提取率低等缺点。

发明内容

[0005] 针对现有金合欢烟用香料和制备方法的缺陷问题, 本发明提出一种金合欢烟用香料及其制备方法, 克服了耗时长, 提取率低等缺点。

[0006] 为实现上述目的, 本发明采取以下技术方案:

[0007] 一种金合欢烟用香料, 它是将新鲜金合欢除去病、烂枝叶、杀青; 干燥、回湿交替进行; 排湿、缓苏、干燥交替进行; 散去余热后; 每100g前处理后的金合欢原料, 加200~500ml蒸馏水, 用乳酸调节pH值到3.0~4.5, 加0.02~0.05g纤维素酶, 摇匀后, 置于可加热超声清洗器中, 在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min; 用碳酸钠调节pH值到5.0~6.5, 加入0.04~0.1g α -淀粉酶, 摇匀后, 置于可加热超声清洗器中, 在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min; 向每100g金合欢原料通过上述步骤反应后生成的产物中加入400~1000ml95%乙醇溶液, 加热回流提取1~2h, 冷却至室温, 提取液经0.8 μ m的微孔滤膜过滤后, 采用减压浓缩的方式, 浓缩滤液密度至0.9~1.0g/ml, 即得金合欢烟用香料。

[0008] 一种金合欢烟用香料的制备方法, 包括如下步骤:

[0009] A. 金合欢前处理: 将新鲜金合欢除去病、烂枝叶, 80-90℃杀青4-6h, 60-70℃隧道式干燥剂干燥8-12h, 回湿4-6h并重复干燥回湿过程2~3次, 排湿、缓苏、干燥交替进行, 散去余热后包装, 贮存备用;

[0010] B. 超声-酶复合处理: 每100g前处理后的金合欢原料, 加200~500ml蒸馏水, 用乳酸调节pH值到3.0~4.5, 加0.02~0.05g纤维素酶, 摇匀后, 置于可加热超声清洗器中, 在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min; 用碳酸钠调节pH值到5.0~6.5, 加入0.04~0.1g α -淀粉酶, 摇匀后, 置于可加热超声清洗器中, 在30℃~60℃和超声功率50~

100W条件下处理5~15min;

[0011] C. 金合欢提取物的制备:向每100g金合欢原料通过步骤B反应后生成的产物中加入400~1000ml 95%乙醇溶液,加热回流提取,冷却至室温,提取液经0.8um的微孔滤膜过滤后,采用减压浓缩的方式,浓缩滤液密度至0.9~1.0g/ml,得到金合欢烟用香料。

[0012] 所述步骤C中加热回流提取的时间为1~2h。

[0013] 随着现代分离技术的发展,超声、微波和生物酶技术在提取工艺中的应用得到广泛的关注。超声微波处理和酶解相结合,可充分利用超声波的振动空化作用以及微波的高能作用,使基体各点所受作用力一致,降低目标物与基体的结合力,加速目标物从基体进入溶剂。同时纤维素酶对细胞壁的破坏作用,还可降低超声微波的传质作用力。三者协同作用可促使目标物进入溶剂,提高其提取率。

[0014] 本发明充分利用天然金合欢作为原材料制作烟用香料,目前普遍使用的加热浸提法,存在耗时长,提取率低等缺点,极大的限制了其在卷烟中的应用。采用本发明的方法分离的金合欢烟用香料与香烟协调性好,无溶剂残留,能明显提调烟香,改善吃味,应用范围广,可以直接加料使用和用到香精配方中。

[0015] 使用超声提取技术结合加热回流提取、微孔滤膜过滤、减压浓缩的方式提取,条件温和,设备简单,操作方便快捷。同时不采用大量的有机溶剂,可以避免环保,成本高昂等问题。

[0016] 本发明制备了一种可以全面提升卷烟品质的香料,绿色天然,高效无害,开辟了制备烟用香料的新途径。

具体实施方式

[0017] 为了更好的理解本发明的技术方案,下面结合实施例详细描述本发明提供的技术方案。

[0018] 一种金合欢烟用香料,它是将新鲜金合欢除去病、烂枝叶、杀青;干燥、回湿交替进行;排湿、缓苏、干燥交替进行;散去余热后;每100g前处理后的金合欢原料,加200~500ml蒸馏水,用乳酸调节pH值到3.0~4.5,加0.02~0.05g纤维素酶,摇匀后,置于可加热超声清洗器中,在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min;用碳酸钠调节pH值到5.0~6.5,加入0.04~0.1g α -淀粉酶,摇匀后,置于可加热超声清洗器中,在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min;向每100g金合欢原料通过上述步骤反应后生成的产物中加入400~1000ml95%乙醇溶液,加热回流提取1~2h,冷却至室温,提取液经0.8um的微孔滤膜过滤后,采用减压浓缩的方式,浓缩滤液密度至0.9~1.0g/ml,即得金合欢烟用香料。

[0019] 一种金合欢烟用香料的制备方法,包括如下步骤:

[0020] A. 金合欢前处理:将新鲜金合欢除去病、烂枝叶,80~90℃杀青4~6h,60~70℃隧道式干燥剂干燥8~12h,回湿4~6h并重复干燥回湿过程2~3次,排湿、缓苏、干燥交替进行,散去余热后包装,贮存备用;

[0021] B. 超声-酶复合处理:每100g前处理后的金合欢原料,加200~500ml蒸馏水,用乳酸调节pH值到3.0~4.5,加0.02~0.05g纤维素酶,摇匀后,置于可加热超声清洗器中,在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min;用碳酸钠调节pH值到5.0~6.5,加入

0.04~0.1g α -淀粉酶,摇匀后,置于可加热超声清洗器中,在30℃~60℃和超声功率50~100W条件下处理5~15min;

[0022] C.金合欢提取物的制备:向每100g金合欢原料通过步骤B反应后生成的产物中加入400~1000ml 95%乙醇溶液,加热回流提取,冷却至室温,提取液经0.8 μ m的微孔滤膜过滤后,采用减压浓缩的方式,浓缩滤液密度至0.9~1.0g/ml,得到金合欢烟用香料。

[0023] 所述步骤C中加热回流提取的时间为1~2h。

[0024] 金合欢提取物效果评价:取在温度22℃ \pm 1℃和相对湿度(RH)60% \pm 2%下平衡好的单料烟丝10g若干份,按其质量的0.01%分别称取提取物,用适量的95%的乙醇稀释后,用喉头喷管均匀的喷在烟丝上,加香的烟丝样品放入温度22℃ \pm 1℃和相对湿度(RH)60% \pm 2%的恒温恒湿箱中平衡48h,用填烟器分别将加香的烟丝制成烟支,再在温度22℃ \pm 1℃和相对湿度(RH)60% \pm 2%的恒温恒湿箱中平衡48h,请专业的卷烟感官评吸小组进行评吸。

[0025] 随着现代分离技术的发展,超声、微波和生物酶技术在提取工艺中的应用得到广泛的关注。超声微波处理和酶解相结合,可充分利用超声波的振动空化作用以及微波的高能作用,使基体各点所受作用力一致,降低目标物与基体的结合力,加速目标物从基体进入溶剂。同时纤维素酶对细胞壁的破坏作用,还可降低超声微波的传质作用力。三者协同作用可促使目标物进入溶剂,提高其提取率。

[0026] 实施例1

[0027] 准确地称取100g前处理好的金合欢原料,加入到圆底烧瓶中,加入200ml蒸馏水,用乳酸调节pH值到4.0,加入0.025g纤维素酶,摇匀后,将烧瓶放置在可加热超声清洗器中,在50℃和超声功率70W条件下处理8min;用碳酸钠调节pH值到6.2,加入0.05g α -淀粉酶,摇匀后,将烧瓶放置在可加热超声清洗器中,在45℃和超声功率60条件下处理10min。

[0028] 向烧瓶中加入600ml 95%乙醇溶液,放置于电加热套中,加热回流提取1h,冷却至室温,提取液经0.8 μ m的微孔滤膜过滤后,采用减压浓缩的方式,浓缩滤液密度至0.9g/ml,得到金合欢提取物。

[0029] 实施例2

[0030] 准确地称取100g前处理好的金合欢原料,加入到圆底烧瓶中,加入300ml蒸馏水,用乳酸调节pH值到4.5,加入0.04g纤维素酶,摇匀后,将烧瓶放置在可加热超声清洗器中,在45℃和超声功率80W条件下处理10min;用碳酸钠调节pH值到6.0,加入0.08g α -淀粉酶,摇匀后,将烧瓶放置在可加热超声清洗器中,在35℃和超声功率65W条件下处理15min。

[0031] 向烧瓶中加入600ml 95%乙醇溶液,放置于电加热套中,加热回流提取1h,冷却至室温,提取液经0.8 μ m的微孔滤膜过滤后,采用减压浓缩的方式,浓缩滤液密度至0.9g/ml,得到金合欢提取物。

[0032] 实施例3

[0033] 取在温度22℃ \pm 1℃和相对湿度(RH)60% \pm 2%下平衡好的单料烟丝10g若干份,按其质量的0.01%分别称取提取物,用适量的95%的乙醇稀释后,用喉头喷管均匀的喷在烟丝上,加香的烟丝样品放入温度22℃ \pm 1℃和相对湿度(RH)60% \pm 2%的恒温恒湿箱中平衡48h,用填烟器分别将加香的烟丝制成烟支,再在温度22℃ \pm 1℃和相对湿度

[0034] (RH)60% \pm 2%的恒温恒湿箱中平衡48h,请专业的卷烟感官评吸小组进行评吸。

评吸结果如表1。

[0035] 表1评吸效果:

| 样品名称 | 评吸效果 |
|---------------|---------------------------------------|
| [0036] 实验样品 1 | 香气丰富性好, 与烟香协调, 香气质有所提高, 烟气蓬松顺畅, 口感较舒适 |
| 试验样品 2 | 香气量明显增加, 香气质有所提高, 烟气细腻柔和, 口感舒适无涂层感 |

[0037] 本发明充分利用天然金合欢作为原材料制作烟用香料, 目前普遍使用的加热浸提法, 存在耗时长, 提取率低等缺点, 极大的限制了其在卷烟中的应用。采用本发明的方法分离的金合欢烟用香料与香烟协调性好, 无溶剂残留, 能明显提调烟香, 改善吃味, 应用范围广, 可以直接加料使用和用到香精配方中。

[0038] 使用超声提取技术结合加热回流提取、微孔滤膜过滤、减压浓缩的方式提取, 条件温和, 设备简单, 操作方便快捷。同时不采用大量的有机溶剂, 可以避免环保, 成本高昂等问题。

[0039] 本发明制备了一种可以全面提升卷烟品质的香料, 绿色天然, 高效无害, 开辟了制备烟用香料的新途径。

[0040] 以上所述仅为本发明的具体实施方案的详细描述, 并不以此限制本发明, 凡在本发明的设计思路所作的任何修改、等同替换和改进等, 均应包含在本发明的保护范围之内。