



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109645566 B

(45) 授权公告日 2021.08.03

(21) 申请号 201811474814.3

(22) 申请日 2018.12.04

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 109645566 A

(43) 申请公布日 2019.04.19

(73) 专利权人 云南中烟工业有限责任公司
地址 650231 云南省昆明市红锦路367号

(72) 发明人 陈兴 张天栋 朱保昆 凌军
陈微 蔡波 杨乾栩

(74) 专利代理机构 昆明正原专利商标代理有限公司 53100

代理人 金耀生 亢能

(51) Int. Cl.

A24D 3/14 (2006.01)

A24D 3/18 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 106235404 A, 2016.12.21

US 2014/0261502 A1, 2014.09.18

WO 2012/054111 A1, 2012.04.26

CN 204519345 U, 2015.08.05

CN 103689796 A, 2014.04.02

CN 202514579 U, 2012.11.07

CN 108323804 A, 2018.07.27

审查员 王东妮

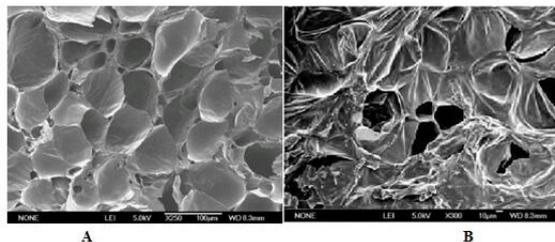
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种柑橘皮滤棒多孔材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明涉及一种柑橘皮滤棒多孔材料及其制备方法和应用,该制备方法包括如下步骤:块状柑橘皮制备、浸泡、预冷冻、真空干燥和粉碎。本发明的方法能够增加多孔材料的强度和多孔结构稳定性,便于烟气充分洗脱多孔材料表面果香,有助于橘皮香韵散发,能够较好地还原其天然香韵,有效提升卷烟特征香气,减少杂气,同时,能够加强多孔材料对烟气中有害物质的吸附,降低卷烟危害性指数,工艺简单,适合大规模工业化生产。



1. 一种柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,其特征在于:包括如下步骤:

步骤(1)、块状柑橘皮制备

步骤(2)、浸泡

将步骤(1)的块状柑橘皮原材料放入80-90℃的强化液中,恒温浸泡2-5分钟;强化液为蔗糖、甘露醇、明胶、羧甲基纤维素的混合水溶液,其中,蔗糖的浓度为25%,甘露醇的浓度为5%,明胶的浓度为3%,羧甲基纤维素的浓度为1.2%;块状柑橘皮的加入强化液的比例是1:1;

步骤(3)、预冷冻

将浸泡后的块状柑橘皮沥净水分,在-60℃条件下冷冻4小时;

步骤(4)、真空干燥

将步骤(3)得到的预冻样品进行真空干燥,所述的真空干燥的条件为真空度70-95Pa,升华加热温度为42-55℃,解析加热温度为60-75℃,得到含水量为8%-3%的多孔柑橘皮材料;

步骤(5)、粉碎

将步骤(4)的多孔柑橘皮材料进行粉碎,即得到柑橘皮滤棒多孔材料。

2. 根据权利要求1所述的柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,其特征在于:所述柑橘皮选自甜橙、酸橙、蜜桔、柚子、脐橙、枸橼、佛手柑和柠檬中一种或多种。

3. 根据权利要求1所述的柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,其特征在于:步骤(1)中,取新鲜柑橘皮若干,充分洗净,切分成2-3cm见方的小块。

4. 根据权利要求1所述的柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,其特征在于:步骤(5)中,粉碎至18目-30目。

5. 权利要求1-4之一所述的制备方法得到的柑橘皮滤棒多孔材料。

6. 权利要求5所述的柑橘皮滤棒多孔材料在降低卷烟危害性指数的卷烟滤棒中的应用,其特征在于:将该材料添加到三元中空复合卷烟滤棒中,添加量为40-120mg。

7. 权利要求6所述的柑橘皮滤棒多孔材料在降低卷烟危害性指数的卷烟滤棒中的应用,其特征在于:将该材料按照1-5mg/mm纤维基材的添加量添加到卷烟滤棒中。

一种柑橘皮滤棒多孔材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种多孔材料,尤其是一种柑橘皮滤棒多孔材料,还涉及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 卷烟滤棒可以有效地滤除烟气中的部分有害成分,因而得到了广泛的重视与应用。同时,滤棒也是卷烟不燃烧调香的重要载体,不燃烧调香将赋香物质直接添加在烟用辅材中,不参与燃烧对有效成分的破坏小、避免负面影响杂质成分的引入。所添加的功能物质直接作用于烟气,成分已知可控,对固化卷烟风格特征和强化产品特色更具直接性和针对性。

[0003] 天然香原料因其自身的丰富性和有效性,被认为是卷烟增香提质的基石,逐渐成为构成中式卷烟特征香型、香韵的关键。将特定有效的天然植物材料与卷烟滤棒进行结合,通过天然植物颗粒本身的缓释特性,在卷烟抽吸时引入香味物质,实现不参与燃烧的天然植物材料卷烟增香是提升卷烟产品质量的重要途径。

[0004] 柑橘皮是柑橘类水果的重要副产品,新鲜柑橘皮中萜烯类化合物含量丰富,是一种具有重要应用价值的天然植物芳香材料。但传统加工过程中由于干燥时间过长,温度过高,对原料的品质劣变影响较大,特别是新鲜柑橘皮中的萜烯类成分受到长时间的加热容易分解为酯类、酮类等其他成分,显现柑橘皮特有的清新香气难以保留,同时,由于普通干燥方法导致的柑橘皮组织皱缩硬化,极大限制其在烟用滤棒中的应用,目前,几乎没有将柑橘皮运用到滤棒颗粒中的。

[0005] 目前,现有的香料颗粒研究也比较多,然而,现有的香料颗粒大部分是提升感官评吸效果,并没有关于降低卷烟危害性指数方面的突破,进而,为了扩宽柑橘皮运用范围,开发其新功能,值得在其制备工艺上进行开发研究。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于针对现有技术的不足,提供一种适用于卷烟滤棒添加的柑橘皮滤棒多孔材料及其制备方法和应用。本发明的方法制得的多孔材料能够较好还原柑橘类天然香气,持香性能好,同时适用于卷烟生产,能起到增加卷烟的天然柑橘类香韵,提升卷烟特征香气的作用。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明采用了如下技术方案:

[0008] 本发明除非另有说明,否则百分号代表的均为质量分数。

[0009] 一种柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,包括如下步骤:

[0010] 步骤(1)、块状柑橘皮制备

[0011] 步骤(2)、浸泡

[0012] 将步骤(1)的块状柑橘皮原材料放入80-90℃的强化液中,恒温浸泡2-5分钟;强化液为蔗糖、甘露醇、明胶、羧甲基纤维素的混合水溶液,其中,蔗糖的浓度为25%,甘露醇的

浓度为5%，明胶的浓度为3%，羧甲基纤维素的浓度为1.2%；块状柑橘皮的加入强化液的比例是1:1。

[0013] 步骤(3)、预冷冻

[0014] 将浸泡后的块状柑橘皮沥净水分，在-60℃左右条件下冷冻4小时左右；

[0015] 步骤(4)、真空干燥

[0016] 将步骤(3)得到的预冻样品进行真空干燥，得到含水量为8%-3%的多孔柑橘皮材料；

[0017] 步骤(5)、粉碎

[0018] 将步骤(4)的多孔柑橘皮材料进行粉碎，即得到柑橘皮滤棒多孔材料。

[0019] 进一步地，所述柑橘皮选自甜橙、酸橙、蜜桔、柚子、脐橙、枸橼、佛手柑和柠檬中一种或多种。

[0020] 进一步地，步骤(1)中，取新鲜柑橘皮若干，充分洗净，切分成2-3cm见方的小块。

[0021] 进一步地，步骤(4)中，所述的真空干燥的条件为真空度70-95Pa，升华加热温度为42-55℃，解析加热温度为60-75℃。

[0022] 进一步地，步骤(5)中，粉碎至18目-30目。

[0023] 本发明还涉及的上述制备方法得到的柑橘皮滤棒多孔材料。

[0024] 本发明还涉及的上述的柑橘皮滤棒多孔材料在降低卷烟危害性指数的卷烟滤棒中的应用，将该材料添加到三元中空复合卷烟滤棒中，添加量为40-120mg。

[0025] 进一步地，将该材料按照1-5mg/mm纤维基材的添加量添加到卷烟滤棒中。

[0026] 与现有技术相比，本发明的有益效果如下：

[0027] (1) 本发明以蔗糖、甘露醇、明胶、羧甲基纤维素的混合水溶液作为强化液，有助于增加多孔材料的强度和多孔结构稳定性，便于烟气充分洗脱多孔材料表面果香，同时减少杂气污染。

[0028] (2) 新鲜柑橘皮采用真空冷冻干燥技术处理，较之晒干或热风烘干在有效除去水分的同时最大限度保存了天然橘皮香气，能够较好地还原其天然香韵，能起到有效提升卷烟特征香气的作用；

[0029] (3) 本发明先进行超低温预冷冻，再进行真空冷冻干燥，我们通过对上述工艺条件进行优化，保证了柑橘皮天然多孔结构的形成，使得其内部形成了孔隙比较均匀一致的蜂窝状结构，有助于橘皮香韵散发及对烟气中有害物质的吸附。

[0030] (4) 滤棒中加入本发明的多孔材料后，可降低卷烟危害性指数。

[0031] (5) 本发明采用全程低温加工技术对新鲜柑橘皮材料进行干燥制粒，同时加入强化材料保证多孔材料的强度和多孔结构的稳定性，工艺简单，适合于大规模工业化生产。

附图说明

[0032] 图1是本实施例的真空干燥工艺与现有风干方式得到的甜橙皮的扫描电镜观察图，其中，图1A是使用电子显微镜观察实施例1的多孔材料，图1B是观察常规的风干方式得到的材料。

具体实施方式

[0033] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。实施例中未注明具体技术或条件者,按照本领域内的文献所描述的技术或条件或者按照产品说明书进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过购买获得的常规产品。

[0034] 实施例1

[0035] 本实施例的柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,按以下进行:

[0036] 取新鲜甜橙皮,充分洗净后,切分成2-3cm见方的小块。

[0037] 将甜橙皮块按1:1比例放入90℃强化液中恒温浸泡3分钟,强化液中蔗糖的浓度为25%,甘露醇的浓度为5%,明胶的浓度为3%,羧甲基纤维素的浓度为1.2%。

[0038] 沥净水分后,在-60℃条件下冷冻4小时;将预冻样品在真空度86Pa,升华加热温度42℃,解析加热温度75℃条件下进行真空干燥得到含水量为5%的冻干甜橙皮材料。

[0039] 将甜橙皮材料进行粉碎至18目-30目,即得到柑橘皮滤棒多孔材料。

[0040] 使用电子显微镜观察实施例1的多孔材料,如图1A所示,同时观察常规的风干方式得到的材料,如图1B所示。可见,不同干燥方式所得产品的内部结构变化很大。本实施例的真空冷冻干燥产品内部形成了孔隙比较均匀一致的蜂窝状结构,而现有的风干产品内部形成了不规则的皱缩,大部分结构比较严实致密。该多孔材料与风干材料相比具有明显的微孔结构,孔径均匀,结构稳定,有利于香气成分的释放及对烟气中有害物质的吸附。

[0041] 将该材料按照2mg/mm纤维基材的添加量添加到卷烟滤棒中制成甜橙皮多孔材料基棒,进一步与醋纤白棒制成复合滤棒。

[0042] 将该复合滤棒应用于卷烟中,以未加入多孔材料的常规卷烟作为对照1,加入风干多孔材料的卷烟作为对照2,由评吸专家小组按照《GB 5606.4-2005卷烟感官技术要求》进行感官评吸,结果如表1所示:

[0043] 表1卷烟感觉评吸结果

	光泽(5)	香气(32)	协调(6)	杂气(12)	刺激(20)	余味(25)	总分 (100)
对照1	5.0	28.0	5.0	10.5	17.5	22.0	88.0
对照2	5.0	28.5	5.0	10.0	18.0	22.0	88.5
实施例1 的冷冻干燥样品	5.0	29.5	5.0	11.0	18.0	22.5	91.0

[0045] 由表1可以看出,本实施例的材料能够较好地还原橙皮的天然香韵,减少了香气物质的损耗和破坏,较风干样品甜橙香气更加丰富、生动、天然,抽吸时能给人愉悦的柑橘类香韵,增加卷烟的特征香气,清新、自然,抽吸品质得到明显改善。

[0046] 进一步分析该甜橙皮多孔材料对烟气的吸附作用,对卷烟烟气中的七项有害成分进行分析,结果见表2。

[0047] 表2烟气七项成分检测结果

[0048]		CO (mg/ 支)	HCN (μ g/ 支)	NNK (ng/ 支)	NH ₃ (μ g/ 支)	BaP (ng/ 支)	苯酚 (μ g/ 支)	巴豆醛 (μ g/支)	危害性指 数
	对照 1	13.29	155.49	4.53	9.55	10.11	13.21	16.79	9.42
	对照 2	13.3	149.55	4.15	8.42	9.89	13.14	16.25	8.98
[0049]	实施例 1 的 冷冻干燥样 品	12.34	132.13	3.4	8.89	10.22	11.03	16.28	8.48

[0050] 结果表明：添加了风干甜橙皮多孔材料的卷烟样品危害性指数由9.42降低至8.98，添加冷冻干燥甜橙皮多孔材料的卷烟样品危害性指数降低至8.48，危害性指数明显降低。

[0051] 实施例2

[0052] 本实施例的柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法，按以下进行：

[0053] 取新鲜柠檬皮，充分洗净后，切分成2-3cm见方的小块。

[0054] 将柠檬皮块按1:1比例放入90℃强化液中恒温浸泡3分钟，强化液中蔗糖的浓度为25%，甘露醇的浓度为5%，明胶的浓度为3%，羧甲基纤维素的浓度为1.2%。

[0055] 沥净水分后，在-60℃条件下冷冻4小时；将预冻样品在真空度80Pa，升华加热温度47℃，解析加热温度70℃条件下进行真空干燥得到含水量为5%的冻干柠檬皮材料。

[0056] 将柠檬皮材料进行粉碎至18目-30目，即得到柑橘皮滤棒多孔材料。

[0057] 使用电子显微镜观察发现，该多孔材料与风干材料相比具有明显的微孔结构，孔径均匀，结构稳定。

[0058] 将该多孔材料按照3mg/mm纤维基材的添加量添加到卷烟滤棒中制成多孔材料基棒，进一步与醋纤白棒制成复合滤棒。

[0059] 将该复合滤棒应用于卷烟中，以未加入多孔材料的常规卷烟作为对照1，以加入风干多孔材料的卷烟为作为对照2，由评吸专家小组按照《GB 5606.4-2005卷烟感官技术要求》进行感官评吸，结果如表3所示：

[0060] 表3卷烟感觉评吸结果

	光泽(5)	香气(32)	协调(6)	杂气(12)	刺激(20)	余味(25)	总分(100)
[0061] 对照 1	5.0	28.0	5.0	10.5	17.5	22.0	88.0
对照 2	5.0	28.5	5.0	10.5	17.5	22.0	88.5
实施例 2 的冷 冻干燥 样品	5.0	29.5	5.0	11.0	18.0	22.0	90.5

[0062] 评吸结果表明，本实施例的材料能够较好地还原天然香韵，减少了香气物质的损耗和破坏，较风干样品香气更加丰富、生动、天然，抽吸时能给人愉悦的柠檬香韵，增加卷烟的特征香气，清新、自然，抽吸品质得到明显改善。

[0063] 进一步分析该柠檬皮多孔材料对烟气的吸附作用，对卷烟烟气中的七项有害成分进行分析，结果如表4所示。

[0064] 表4烟气七项成分检测结果

	CO (mg/ 支)	HCN (μ g/ 支)	NNK (ng/ 支)	NH ₃ (μ g/ 支)	BaP (ng/ 支)	苯酚 (μ g/ 支)	巴豆醛 (μ g/支)	危害性指 数
[0065] 对照 1	13.29	155.49	4.53	9.55	10.11	13.21	16.79	9.42
对照 2	13.21	155.38	3.15	9.46	10.02	13.14	16.75	9.01
实施例 2 的 冷冻干燥样 品	12.72	125.43	3.44	8.75	10.12	11.17	16.8	8.47

[0066] 由表4可以看出,添加了风干柠檬皮多孔材料的卷烟样品危害性指数由9.42降低至9.01,添加冷冻干燥柠檬皮多孔材料的卷烟样品危害性指数降低至8.47,危害性指数明显降低。

[0067] 实施例3

[0068] 本实施例的柑橘皮滤棒多孔材料的制备方法,按以下进行:

[0069] 取新鲜柚子皮和柠檬皮,充分洗净后,切分成2-3cm见方的小块,两者质量分数比例为1:1。

[0070] 将混合果皮按1:1比例放入90℃强化液中恒温浸泡3分钟,强化液中蔗糖的浓度为25%,甘露醇的浓度为5%,明胶的浓度为3%,羧甲基纤维素的浓度为1.2%。

[0071] 沥净水分后,在-60℃条件下冷冻4小时;将预冻样品在真空度80Pa,升华加热温度47℃,解析加热温度70℃条件下进行真空干燥得到含水量为5%的冻干柑橘皮材料。

[0072] 将混合柑橘皮材料进行粉碎至18目-30目,即得到柑橘皮滤棒多孔材料。

[0073] 使用电子显微镜观察发现,该多孔材料与风干材料相比具有明显的微孔结构,孔径均匀,结构稳定。

[0074] 将该多孔材料按照2mg/mm纤维基材的添加量添加到卷烟滤棒中制成多孔材料基棒,进一步与醋纤白棒制成复合滤棒。

[0075] 将该复合滤棒应用于卷烟中,以未加入多孔材料的常规卷烟作为对照1,以加入风干多孔材料的卷烟为对照2,由评吸专家小组按照《GB 5606.4-2005卷烟感官技术要求》进行感官评吸,结果如表5所示:

[0076] 表5卷烟感觉评吸结果

	光泽(5)	香气(32)	协调(6)	杂气(12)	刺激(20)	余味(25)	总分(100)
[0077] 对照 1	5.0	28.0	5.0	10.5	17.5	22.0	88.0
对照 2	5.0	28.5	5.0	10.5	18.0	22.0	89.0
冷冻干 燥样品	5.0	29.5	5.0	11.0	18.0	22.5	91.0

[0078] 评吸结果表明,本实施例的材料能够较好地还原柑橘皮的天然香韵,减少了香气物质的损耗和破坏,较风干样品香气更加丰富、生动、天然,抽吸时能给人愉悦的柑橘类香韵,增加卷烟的特征香气,清新、自然,抽吸品质得到明显改善。

[0079] 进一步分析该混合柑橘皮多孔材料对烟气的吸附作用,对卷烟烟气中的七项有害成分进行分析,结果如表6所示。

[0080] 表6烟气七项成分检测结果

	CO (mg/ 支)	HCN (μ g/ 支)	NNK (ng/ 支)	NH ₃ (μ g/ 支)	BaP (ng/ 支)	苯酚 (μ g/ 支)	巴豆醛 (μ g/支)	危害性指 数
[0081] 对照 1	13.29	155.49	4.53	9.55	10.11	13.21	16.79	9.42
对照 2	13.24	154.31	3.54	9.48	10.08	13.18	16.8	9.12
冷冻干燥样 品	13.21	142.31	3.47	8.81	10.02	11.17	16.55	8.68

[0082] 由表6可以看出,添加了风干混合柑橘皮多孔材料的卷烟样品危害性指数由9.42降低至9.12,添加冷冻干燥混合柑橘皮多孔材料的卷烟样品危害性指数降低至8.68,危害性指数明显降低。

[0083] 对比试验

[0084] 对比例1:实施例1中不用强化液浸泡。

[0085] 对比例2:实施例1中使用常规真空干燥工艺(温度50℃,真空度0.2kPa,连续干燥5h)。

[0086] 表7烟气七项成分检测结果

	危害性指数
[0087] 对照	9.42
样品	8.48
[0088] 对比例 1	9.35
对比例 2	8.93

[0089] 由表7可以看出,对比例1、2的危害性指数降低程度低于实施例1的样品,可见,本申请强化液的成分、配比、添加量加入时机,对危害性指数的降低有贡献,同时,冷冻干燥的工艺条件也并非本领域的常规手段,其与强化液的添加有一定的协同效果,从该对比试验的效果来看,实施例1样品的危害性指数的降低也并非强化液加入和冷冻干燥工艺的效果的简单叠加。

[0090] 以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内,所作的任何修改、等同替换、改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

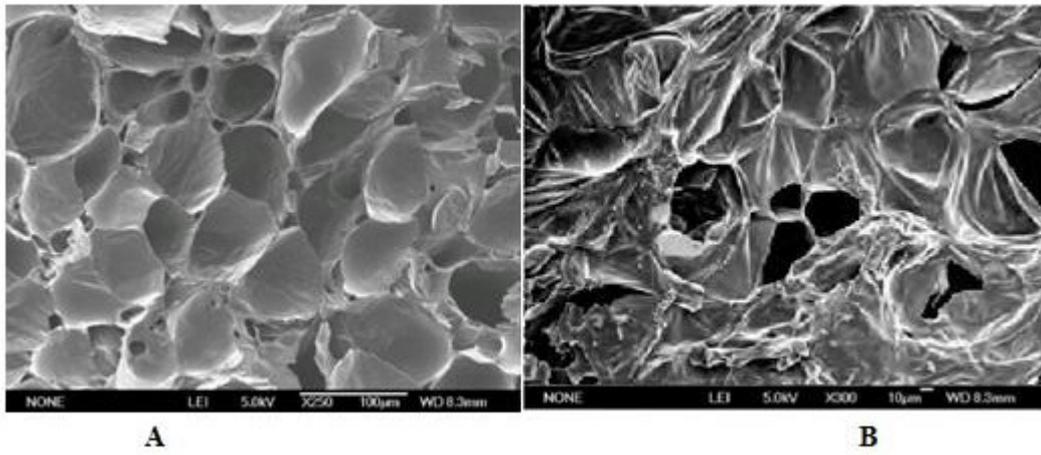


图1