

(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104082854 A

(43) 申请公布日 2014. 10. 08

(21) 申请号 201410326931. 0

(22) 申请日 2014. 07. 10

(71) 申请人 湖南中烟工业有限责任公司

地址 410007 湖南省长沙市雨花区万家丽中
路三段 188 号

(72) 发明人 朱卓越 黄淑芳 杨华武 李燕春
刘金云 李亚白 邓昌健 傅见山

(74) 专利代理机构 长沙市融智专利事务所

43114

代理人 魏娟

(51) Int. Cl.

A24B 15/30 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

3-(2-羟基苯基)丙酸在卷烟中的应用

(57) 摘要

本发明涉及 3-(2-羟基苯基)丙酸在卷烟中的应用,将其作为增香剂应用于卷烟中,以卷烟中烟丝或薄片的重量计,3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量为 1-100ppm。通过加入该增香剂,能够获得香气释放速度适中、香气释放均匀、保润且耐烘烤的卷烟,提升了卷烟的抽吸品质。

1. 3-(2-羟基苯基)丙酸在卷烟中的应用,其特征在于,将3-(2-羟基苯基)丙酸作为增香剂添加至卷烟或卷烟制品中。
2. 根据权利要求1所述的应用,其特征在于,将3-(2-羟基苯基)丙酸添加至卷烟的烟丝或烟草薄片中;以卷烟中烟丝或薄片的重量计,3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量为1-100ppm。
3. 根据权利要求1所述的应用,其特征在于,以卷烟中烟丝或薄片的重量计,3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量为5-60ppm。
4. 根据权利要求1所述的应用,其特征在于,以卷烟中烟丝或薄片的重量计,3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量为10-30ppm。

3-(2-羟基苯基)丙酸在卷烟中的应用

技术领域

[0001] 本发明属于卷烟的增香技术领域，具体涉及3-(2-羟基苯基)丙酸在卷烟中的应用。

背景技术

[0002] 而现有的卷烟中可添加的增香剂包括二氢猕猴桃内酯、八氢香豆素、二氢香豆素等酯类，其具有独特的香气特征，在现有技术中将其应用于卷烟中作为烟用香料，特别是在烤烟中被广泛应用。但由于八氢香豆素、二氢香豆素香气霸道，且二氢猕猴桃内酯、八氢香豆素、二氢香豆素等均存在着易挥发，香气释放速度快，使得抽吸不均匀，且存在抽吸干燥的问题，一直不利于其用在烟草中作为增香剂的有效使用。本领域的技术人员迫切需要寻找一种增香剂，希望能够有效地解决以上问题。另外，本领域的技术人员所了解的是3-(2-羟基苯基)丙酸是重要的药物中间体和精细化工产品。

发明内容

[0003] 针对上述问题，发明人按照本领域技术人员惯有的思路，将其它自身具有适合用于卷烟中香气的酯类应用于卷烟中，但发现仍然存在上述的香气释放快、释放不均匀、不耐烘烤、抽吸干燥的问题。发明人在研究之初也根本就没想到要使用3-(2-羟基苯基)丙酸，因为本领域的技术人员都不会去想到或考虑到加入3-(2-羟基苯基)丙酸这种本身没有香味的或其气味应是不适合用于卷烟中的成分，在烟草领域也没有应用过这类物质。但本发明的发明人通过一次偶然的尝试发现将3-(2-羟基苯基)丙酸应用于卷烟中时，能很好地克服上述问题。

[0004] 因此，本发明的目的在于提供一种化合物的应用，其具有不易挥发，抽吸时香气释放较慢、香气释放均匀的、相对现有技术具有保润和耐烘烤作用的能提高抽吸品质的效果。

本发明的技术方案

[0006] 本发明将3-(2-羟基苯基)丙酸作为增香剂添加至卷烟或卷烟制品中。

[0007] 本发明的3-(2-羟基苯基)丙酸添加至卷烟的烟丝或烟草薄片中。以卷烟中烟丝或薄片的重量计，该3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量为1-100ppm。

[0008] 以卷烟中烟丝或薄片的重量计，卷烟中3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量优选为5-60ppm。

[0009] 3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量进一步优选为8-50ppm。

[0010] 3-(2-羟基苯基)丙酸的添加量更进一步优选为10-30ppm。

[0011] 3-(2-羟基苯基)丙酸可以通过以下方法制备得到：

[0012] 将二氢香豆素与无水乙醇混合，然后加入NaOH溶液，于60-100℃下皂化反应，反应完全后冷却至室温。在减压条件下，除去皂化液中的乙醇和水，然后在常温下，进行酸化反应，待产品析出后，将反应液置于0℃冷藏过夜使其陈化，减压抽滤，即得到本发明的3-(2-羟基苯基)丙酸。

- [0013] 所述皂化反应温度优选为 70–80℃。
- [0014] 皂化后除乙醇和水的过程中,可以加入饱和食盐水或吸水剂进行处理。
- [0015] 所述使用的酸溶液优选为盐酸溶液。
- [0016] 本发明的 3-(2-羟基苯基)丙酸也可以与现有技术中的其它增香剂混合后应用于卷烟中,只要其不影响本发明 3-(2-羟基苯基)丙酸的效果。
- [0017] 本发明的 3-(2-羟基苯基)丙酸除了添加于卷烟中的烟丝和薄片中外,还可以添加于梗丝等中,此外,还可以单独应用于其它烟制品中作为增香剂使用。
- [0018] 本发明的有益效果
- [0019] 本发明在通过将自身不具有香气的 3-(2-羟基苯基)丙酸作为增香剂加入卷烟中,不仅获得了良好的增香效果,实验表明其还具有良好的保润效果,提高了香气的圆润性和舒适性,且在抽吸过程中香气释放均匀,很好解决了现有技术中使用二氢猕猴桃内酯、八氢香豆素、二氢香豆素或其它增香剂存在的香气释放快、释放不均匀、抽吸干燥以及不耐烘烤等问题。本发明的 3-(2-羟基苯基)丙酸相较于二氢猕猴桃内酯、八氢香豆素、二氢香豆素等成分的挥发性低,存放过程中不会由于易挥发的问题而导致香气快速释放;且所述的 3-(2-羟基苯基)丙酸中羟基基团更有利于牢固的吸附在卷烟的烟丝或薄片上,从而有利于存放。同时,发明人还惊喜的发现,通过本发明的应用可以在抽吸过程中能够缓慢释放香气,且其释放的香气均匀,保润且耐烘烤。本发明通过一个意外的尝试,获得了非常适合作为卷烟中增香剂的 3-(2-羟基苯基)丙酸,很好地解决了现有技术存在的问题,通过加入该增香剂,能够获得香气释放速度适中、香气释放均匀、保润且耐烘烤的卷烟,提升了卷烟的抽吸品质。此外,本发明通过优选控制 3-(2-羟基苯基)丙酸的加入量,可以更进一步保障好的抽吸品质的获得。

附图说明

- [0020] 图 1 为二氢香豆素和实施例 1 制备得到的 3-(2-羟基苯基)丙酸的红外谱图谱;
- [0021] 从图 1 中我们可以看出:实施例 1 制备得到的水解产物在 3450cm⁻¹ 有明显的羟基吸收峰,且在 1709cm⁻¹ 的羧酸的羰基峰较原料二氢香豆素在 1749cm⁻¹ 的内酯羰基峰有明显的红移,说明成功地制备得到了本发明的产物。
- [0022] 图 2 为实施例 1 制备得到的 3-(2-羟基苯基)丙酸的 HNMR 图。其中, δ 12.06 (1H)、9.34 (1H) 为羧羟基氢和酚羟基氢, δ 6.985.. 至 7.06 (2H)、和 δ 6.6789. 至 6.783 (2H) 分别为苯环上的 4H; δ 2.723 至 2.753. (2H) 和 δ 2.451 至 2.511 (2H) 分别为支链上的两个亚甲基氢 (4H)。
- [0023] 图 2 进一步说明实施例 1 成功制备得到了本发明的产物。

具体实施例

- [0024] 以下实施例旨在进一步说明本发明,而非限制本发明。
- [0025] 实施例 1
- [0026] 将 0.2mol 二氢香豆素加入三口烧瓶中,并继续加入 0.3mol 无水乙醇,在油浴锅中加热搅拌溶解,然后加入 0.6mol 10mol/L 的 NaOH 溶液,在 80℃ 下反应,经过色谱检测,在原料转化完后停止加热并冷却至室温,得到皂化液。

[0027] 在 76mmHg 减压条件下, 对上述皂化液蒸发除去乙醇和一部分水, 并向其中加入 30mL 的饱和食盐溶液或吸水剂硫酸钠, 得到浓缩后的皂化液;

[0028] 量取 300mL 2.0mol/L HCl 溶液, 并向其中加入 70.0g NaCl 固体颗粒, 快速搅拌使其溶解, 在常温下将其加入浓缩后的皂化液中进行酸化, 析出产品, 置于 0℃ 冷藏过夜使其陈化。最后通过减压抽滤, 得到产物。

[0029] 通过专家组抽吸, 对下述加香实验结果进行评价。

[0030] 实施例 2

[0031] 加香实验 1

[0032] 取实施例 1 制备得到的 3-(2-羟基苯基)丙酸, 用 52℃ 的大曲酒稀释成浓度为 2.0g/L 溶液。取上述溶液 5mL, 采用喷雾方式加香, 使上述溶液均匀喷洒在 1000g 烟丝上, 于 22℃ 和相对湿度 60% 的条件下平衡 48h, 烘烤, 取出做成卷烟, 进行评吸, 与对照样对比(加二氢香豆素), 进行评价。

[0033] 实施例 3

[0034] 加香实验 2

[0035] 取实施例 1 制备得到的 3-(2-羟基苯基)丙酸, 用 52℃ 的大曲酒稀释成浓度为 2.0g/L 溶液。取上述溶液 5mL, 采用喷雾方式加香, 使上述溶液均匀喷洒在 1000g 薄片上, 于 22℃ 和相对湿度 60% 的条件下平衡 48h, 烘烤, 取出做成卷烟, 进行评吸, 与对照样对比(加二氢香豆素), 进行评价。

[0036] 对比例 1

[0037] 加香实验 3

[0038] 取二氢香豆素, 用 52℃ 的大曲酒稀释成浓度为 2.0g/L 溶液。取上述溶液 5mL, 采用喷雾方式加香, 使上述溶液均匀喷洒在 1000g 烟丝上, 于 22℃ 和相对湿度 60% 的条件下平衡 48h, 烘烤, 取出做成卷烟, 进行评吸。

[0039] 对比例 2

[0040] 加香实验 4

[0041] 取二氢香豆素, 用 52℃ 的大曲酒稀释成浓度为 2.0g/L 溶液。取上述溶液 5mL, 采用喷雾方式加香, 使上述溶液均匀喷洒在 1000g 薄片上, 于 22℃ 和相对湿度 60% 的条件下平衡 48h, 烘烤, 取出做成卷烟, 进行评吸。

[0042] 实施例 2、3 以及对比例 1、2 的评析结果如下表 1 所示。

[0043] 表 1

[0044]

		实施例 2	实施例 3	对比例 1	对比例 2
评 析 结 果	香气释放均匀性	均匀	均匀	不均匀	不均匀
	香气释放速度	适中	适中	快	快
	保润性	良好	良好	差	差
	耐烘烤性	良好	良好	差	差

[0045] 从表 1 的评析结果可以看出,相对于对比例 1 和对比例 2,实施例 2 和实施例 3 不仅香气释放均匀,香气释放速度适中,且具有良好的保润性和耐烘烤性。

[0046] 且评析结果表明,不管是将本发明的 3-(2-羟基苯基)丙酸喷洒在烟丝上还是喷洒在薄片上,其制成的卷烟均能获得均匀的香气,良好的保润性和耐烘烤性。

[0047] 实施例 4

[0048] 加香实验 5

[0049] 将实施例 2 制备得到的卷烟放置一周后,再进行评析。

[0050] 实施例 5

[0051] 加香实验 6

[0052] 将实施例 3 制备得到的卷烟放置一周后,再进行评析。

[0053] 对比例 3

[0054] 加香实验 7

[0055] 将对比例 1 制备得到的卷烟放置一周后,再进行评析。

[0056] 对比例 4

[0057] 加香实验 8

[0058] 将对比例 2 制备得到的卷烟放置一周后,再进行评析。

[0059] 实施例 4、5 以及对比例 3、4 的评析对比结果如下表 2 所示。

[0060] 表 2

[0061]

		实施例 4	实施例 5	对比例 3	对比例 4
评 析 结 果	香气释放均匀性	均匀	均匀	不均匀, 且香味太淡	不均匀, 且香味太淡
	香气释放速度	适中	适中	快	快
	保润性	良好	良好	差	差
	耐烘烤性	良好	良好	差	差

[0062] 从表 2 的评析结果可以看出,相对于对比例 3 和对比例 4,实施例 4 和实施例 5 的卷烟不仅香气释放均匀,香气释放速度适中,具有良好的保润性和耐烘烤性;且在放置一周后,由于二氢香豆素的挥发性强,其在卷烟中的含量大量减少,导致卷烟的香味太淡,但加入本发明的 3-(2-羟基苯基)丙酸作为增香剂的卷烟仍保持足够的香气。

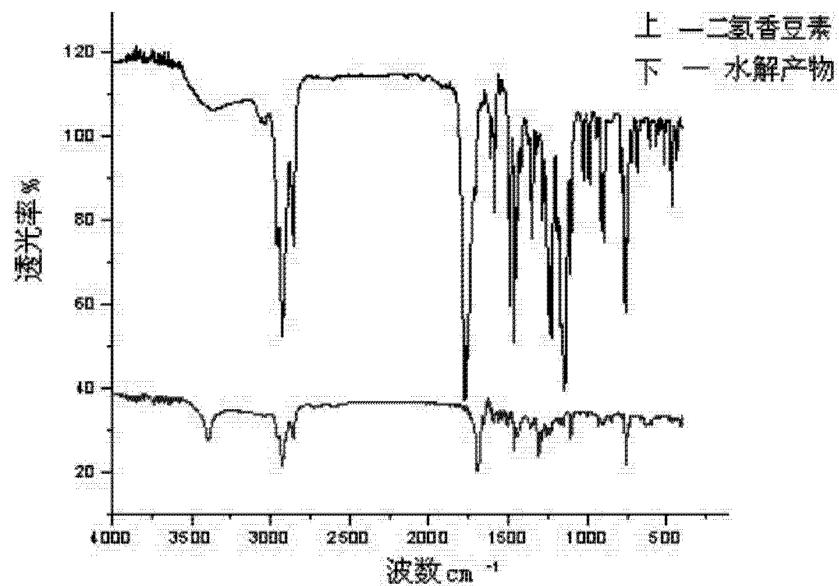


图 1

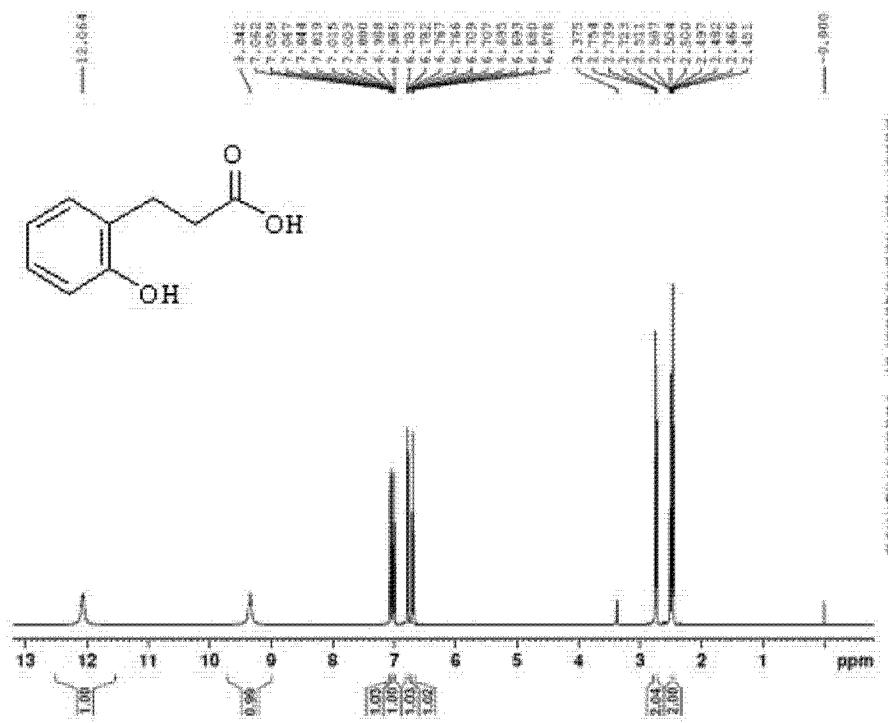


图 2