



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112945793 B

(45) 授权公告日 2022. 08. 30

(21) 申请号 202110339579.4

审查员 林德伟

(22) 申请日 2021.03.30

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 112945793 A

(43) 申请公布日 2021.06.11

(73) 专利权人 福建中烟工业有限责任公司

地址 361012 福建省厦门市思明区莲岳路  
118号中烟工业大厦

(72) 发明人 余玉梅 刘雯 李巧灵 刘秀彩

梁晖 叶仲力 徐建荣 刘泽春

(74) 专利代理机构 中国贸促会专利商标事务所

有限公司 11038

专利代理师 赵剑峰

(51) Int. Cl.

G01N 5/04 (2006.01)

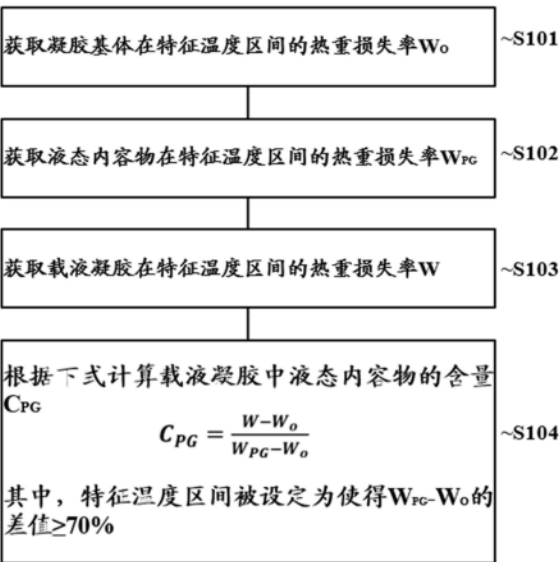
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

检测载液凝胶中液态内容物含量的方法及  
装置

(57) 摘要

本公开提供一种检测载液凝胶中液态内容物含量的方法、装置和计算机可读取介质。其中，检测载液凝胶中液态内容物含量的方法包括：获取凝胶基体在特征温度区间的热重损失率 $W_o$ ；获取液态内容物在特征温度区间的热重损失率 $W_{PG}$ ；获取含液态内容物的载液凝胶在特征温度区间的热重损失率 $W$ ；根据下式计算载液凝胶中液态内容物的含量 $C_{PG}$ ： $C_{PG} = \frac{W-W_o}{W_{PG}-W_o}$ ，其中，所述特征温度区间被设定为使得 $W_{PG}-W_o$ 的差值 $\geq 70\%$ 。



1. 一种检测载液凝胶中液态内容物含量的方法,所述载液凝胶含有凝胶基体和液态内容物,所述方法包括:

- 获取凝胶基体在特征温度区间的热重损失率 $W_0$ ;
- 获取液态内容物在所述特征温度区间的热重损失率 $W_{PG}$ ;
- 获取载液凝胶在所述特征温度区间的热重损失率 $W$ ;
- 根据下式计算载液凝胶中液态内容物的含量 $C_{PG}$ :

$$C_{PG} = \frac{W - W_0}{W_{PG} - W_0};$$

其中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_{PG} - W_0$ 的差值 $\geq 70\%$ ;

其中,所述热重损失率在如下条件下测定获得:

将10~50mg样品置于热重分析仪器,在氮气气氛下进行热重测试,热重测试包括以下阶段:

(1) 测试温度从室温升高至 $T_1$ ;

(2) 测试温度从 $T_1$ 升高至 $T_2$ ,其中 $T_1$ 和 $T_2$ 分别为特征温度区间的温度下限和温度上限,获取样品在特征温度区间的热重损失率。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述液态内容物是香精溶液。

3. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述液态内容物包括丙二醇。

4. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述凝胶基体含有一种或多种成分:聚乙二醇1000、聚乙二醇2000、聚乙二醇3000、聚乙二醇4000、聚乙二醇5000、聚乙二醇6000、聚乙二醇7000。

5. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_0 \leq 10\%$ 。

6. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_{PG} \geq 80\%$ 。

7. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述液态内容物是丙二醇,所述特征温度区间为90~250℃。

8. 根据权利要求1所述的方法,其中,所述热重损失率在如下条件下测定获得:将10~50mg样品置于热重分析仪器,在氮气气氛下进行热重测试,热重测试包括以下阶段:

阶段1:30℃,保持5min;

阶段2:从30升温至90℃,升温速率0.5K/min;

阶段3:90℃,保持10min;

阶段4:从90升温至250℃,升温速率10K/min。

9. 一种检测载液凝胶中液态内容物含量的装置,包括:

存储器;和

耦接至所述存储器的处理器,所述处理器被配置为基于存储在所述存储器装置中的指令,执行权利要求1-8任一项所述的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法。

10. 根据权利要求9所述的装置,所述检测载液凝胶中液态内容物含量的装置还包括热重分析仪,热重分析仪向存储器输出样品热重损失率。

11. 一种计算机可读存储介质,其上存储有计算机程序,该程序被处理器执行时实现权利要求1-8任一项所述的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法。

## 检测载液凝胶中液态内容物含量的方法及装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及材料检测领域,具体涉及一种检测载液凝胶中液态内容物含量的方法、装置和计算机可读取介质。

### 背景技术

[0002] 滤棒载香在卷烟中的应用日益增多,载香凝胶是一种新型的香精载体。载香凝胶一般包括凝胶基质和香精溶液,通过将香精溶液与熔融的凝胶基质充分混合后冷却凝固,获得载香凝胶。

[0003] 目前,载香凝胶中香味溶液的负载量一般采用原料称重法进行表征,目前缺少有效的测试成品载香凝胶中香精溶液含量的方法。

### 发明内容

[0004] 发明人经大量研究,提出了一种创新的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法,该方法能够准确检测载液凝胶中液态内容物含量。

[0005] 在一些方面,本公开提供一种检测载液凝胶中液态内容物含量的方法,所述载液凝胶含有凝胶基体和液态内容物,所述方法包括:

[0006] -获取凝胶基体在特征温度区间的热重损失率 $W_o$ ;

[0007] -获取液态内容物在特征温度区间的热重损失率 $W_{PG}$ ;

[0008] -获取载液凝胶在特征温度区间的热重损失率 $W$ ;

[0009] -根据下式计算载液凝胶中液态内容物的含量 $C_{PG}$ :

$$[0010] \quad C_{PG} = \frac{W - W_o}{W_{PG} - W_o};$$

[0011] 其中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_{PG} - W_o$ 的差值 $\geq 70\%$ 。

[0012] 在上述方案中,将特征温度区间被设定为使得 $W_{PG} - W_o$ 的差值 $\geq 70\%$ 是关键,这一关键特征使得本公开方法测量准确度很高,例如实施例证实的,测试值与预设值的平均偏差为4%以下。

[0013] 在一些实施方案中,所述液态内容物是香精溶液。

[0014] 在一些实施方案中,所述液态内容物包括丙二醇。

[0015] 在一些实施方案中,所述凝胶基体含有一种或多种成分:聚乙二醇1000、聚乙二醇2000、聚乙二醇3000、聚乙二醇4000、聚乙二醇5000、聚乙二醇6000、聚乙二醇7000。

[0016] 在一些实施方案中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_o \leq 10\%$ 。

[0017] 在一些实施方案中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_{PG} \geq 80\%$ 。

[0018] 在一些实施方案中,所述热重损失率在如下条件下测定获得:

[0019] 将10~50mg样品置于热重分析仪器,在氮气气氛下进行热重测试,热重测试包括以下阶段:

[0020] (1) 测试温度从室温升高至 $T1$ ;

[0021] (2) 测试温度从T1升高至T2,其中T1和T2分别为特征温度区间的温度下限和温度上限,获取样品在特征温度区间的热重损失率。

[0022] 步骤(1)被设置为使样品在T1以下的温度区间充分失重。

[0023] 步骤(2)被设置为使样品在特征温度温度区间充分失重。

[0024] 在一些实施方案中,所述液态内容物是丙二醇,所述特征温度区间为90~250℃。

[0025] 在一些方面,本公开提供一种检测载液凝胶中液态内容物含量的装置,包括:

[0026] 存储器;和

[0027] 耦接至所述存储器的处理器,所述处理器被配置为基于存储在所述存储器装置中的指令,执行上述的测量复合材料孔隙率方法;

[0028] 优选地,所述检测载液凝胶中液态内容物含量的装置还包括热重分析仪,热重分析仪向存储器输出热重损失率。

[0029] 在一些方面,本公开提供一种计算机可读存储介质,其上存储有计算机程序,该程序被处理器执行时实现权利要求上述的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法。

[0030] 术语说明

[0031] 本公开如果使用了如下的术语,它们可以具有如下的含义。

[0032] 术语聚乙二醇X是指是指平均分子量在 $X \pm 10\%$ 范围内的聚乙二醇。(X=1000、2000、3000...)

[0033] 术语“热重分析”指的是在程控温度下测量待测样品的质量与温度变化之间关系的一种热分析技术。

[0034] 术语“载液凝胶”是指高分子材料的交联网络(凝胶基质)与液态内容物形成的稳定体系。载液凝胶载稳定状态下具有一定的形状且不流动。对于烟用载液凝胶,其载常温下为固态,能固化香味成分减少香气成分的释放损失,温度上升至40-70℃后,该凝胶可转变为液体,实现香味成分的释放。

[0035] 术语“载香凝胶”是一种“载液凝胶”,其中负载有香精溶液。

[0036] 除非特别说明,%均为质量%。

[0037] “热重损失率”是指样品在热重测试过程中的质量损失。

[0038] 热重损失率 $= (m_2 - m_1) / m_0$ ,  $m_1$ 和 $m_2$ 分别是第一感兴趣温度 $T_1$ 和第二感兴趣温度 $T_2$ 时样品的质量( $T_2 > T_1$ ),  $m_0$ 为样品在热重测试前的原始质量。

[0039] 有益效果

[0040] 本公开的技术方案可以具有如下的一项或多项优点:

[0041] (1) 方法简单,易操作;

[0042] (2) 测试结果准确度高,平均偏差在4%以下;

[0043] (3) 可推广应用于载香凝胶滤棒负载率及批次稳定性的检测和质量监控。

## 附图说明

[0044] 图1为丙二醇和凝胶基质在不同阶段的热重损失率直方图。

[0045] 图2为一些实施例的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法的流程图。

[0046] 图3为一些实施例的检测载液凝胶中液态内容物含量的装置。

[0047] 图4为又一些实施例的检测载液凝胶中液态内容物含量的装置。

## 具体实施方式

[0048] 下面将结合实施例对本发明的实施方案进行详细描述,但是本领域技术人员将会理解,下列实施例仅用于说明本发明,而不应视为限定本发明的范围。实施例中未注明具体条件者,按照常规条件或制造商建议的条件进行。所用试剂或仪器未注明生产厂商者,均为可以通过市购获得的常规产品。

### [0049] 1、载液凝胶的制备

[0050] 将聚乙二醇1000、聚乙二醇2000、聚乙二醇7000按照质量比7:8:5混合;将混合物倒入溶胶罐内,设定溶胶罐水浴温度为 $60 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。利用溶胶罐内搅拌设备(转速设置为50r/min,搅拌15-25min)持续搅拌凝胶,待凝胶充分溶解并均匀后,将水浴温度调低至 $55^{\circ}\text{C}$ ,获得熔融凝胶基质。

[0051] 向熔融凝胶基质中加入液态内容物(本实施例中的液态内容物为丙二醇),使得丙二醇占终产物总质量的 $C_0\%$  ( $C_0=10、20、30、40、50$ ),编号S1~S5。继续搅拌10-15min,直至熔融凝胶基质与丙二醇充分混合均匀,获得载液凝胶。

[0052] 乙二醇、丙二醇由无锡市亚泰联合化工有限公司提供。

### [0053] 2、特征温度区间的确定

[0054] 为了选择合适的温度区间,分别对凝胶基质和丙二醇进行热重分析。

[0055] 热重分析仪器为耐驰STA449F3,热重分析条件为:氮气气氛,气体流速20ml/min,一次样品装载量20mg。

[0056] 热重分析的温度程序包括依次进行的如下阶段(1)~(5):

[0057] 阶段1: $30^{\circ}\text{C}$ ,保持5min;

[0058] 阶段2:从 $30^{\circ}\text{C}$ 升温至 $90^{\circ}\text{C}$ ,升温速率 $0.5\text{K}/\text{min}$ ;

[0059] 阶段3: $90^{\circ}\text{C}$ ,保持10min;

[0060] 阶段4:从 $90^{\circ}\text{C}$ 升温至 $250^{\circ}\text{C}$ ,升温速率 $10\text{K}/\text{min}$ ;

[0061] 阶段5:从 $250^{\circ}\text{C}$ 升温至 $700^{\circ}\text{C}$ ,升温速率 $20\text{K}/\text{min}$ 。

[0062] 在阶段1至阶段5的每个阶段分别监测丙二醇/凝胶基质的热重损失率,结果如下表所示。

[0063] 表1

	质量损失率%				
	阶段 1	阶段 2	阶段 3	阶段 4	阶段 5
[0064] 丙二醇 热重损失率 $W_{\text{PG}}\%$	0.29	0.17	15.38	84.02	0.00
凝胶基质 热重损失率 $W_{\text{PG}}\%$	0.12	0.07	1.27	4.78	93.30

[0065] 图1示出了丙二醇和凝胶基质在不同阶段的热重损失率。

[0066] 由表1可知,在阶段4,即从 $90^{\circ}\text{C}$ 升温至 $250^{\circ}\text{C}$ 的阶段,丙二醇的热重损失率 $W_{\text{PG}}\%$ 为84.02%,凝胶基质的热重损失率 $W_{\text{PG}}\%$ 为4.78%,二者之差为79.25%,这一差值 $\geq 70\%$ 。因此,选择 $90\sim 250^{\circ}\text{C}$ 的升温阶段作为本实施例后续使用的特征温度区间。

### [0067] 3、载液凝胶中丙二醇含量的测定

[0068] 对上述准备的载液凝胶样品S1～S5进行热重分析,热重分析仪器为耐驰STA449F3,热重分析条件为:氮气气氛,气体流速20ml/min,一次样品装载量20mg。

[0069] 热重分析的温度程序包括依次进行的如下阶段(1)～(4):

[0070] 阶段1:30℃,保持5min;

[0071] 阶段2:从30升温至90℃,升温速率0.5K/min;

[0072] 阶段3:90℃,保持10min;

[0073] 阶段4:从90升温至250℃,升温速率10K/min;

[0074] 采集载液凝胶样品在特征温度区间(即阶段4,90～250℃)的热重损失率W%。

[0075] 根据下式计算载液凝胶中液态内容物的含量 $C_{PG}$ :

$$[0076] \quad C_{PG} = \frac{W-W_0}{W_{PG}-W_0};$$

[0077] 计算结果如下表所示。

[0078] 表2

[0079]		载液凝胶 热重损失率 W%	丙二醇含量 预测值 C <sub>PG</sub> %	丙二醇含量 设定值 C <sub>0</sub> %	偏差
	S1	12.15	9.3	10	7.0%
[0080]	S2	20.55	19.9	20	0.5%
	S3	29.05	30.64	30	2.1%
	S4	38.05	41.99	40	5.0%
	S5	46.17	52.24	50	4.5%
				平均值 3.8%	

[0081] \* 偏差 = (| (预测值 - 设定值) / 设定值 |

[0082] 由上表可知,采用本发明测定获得的丙二醇含量预测值与设定值的平均偏差不大于4%。

[0083] 需要说明的是,尽管上述实施例中采用了丙二醇作为液态内容物,但本领域技术人员可以理解的是,其它成分的液态内容物,比如香精溶液,比如以丙二醇为溶剂的香精溶液,也能够通过本发明的方法获得含液凝胶中液态内容物的含量。

[0084] 图2为一种检测载液凝胶中液态内容物含量的方法的流程图。如图2所示,一种检测载液凝胶中液态内容物含量的方法,包括:

[0085] S101获取凝胶基体在特征温度区间的热重损失率 $W_0$ ;

[0086] S102获取液态内容物在特征温度区间的热重损失率 $W_{PG}$ ;

[0087] S103获取载液凝胶在特征温度区间的热重损失率W;

[0088] S104根据下式计算载液凝胶中液态内容物的含量 $C_{PG}$ :

$$[0089] \quad C_{PG} = \frac{W-W_0}{W_{PG}-W_0};$$

[0090] 其中,所述特征温度区间被设定为使得 $W_{PG}-W_0$ 的差值 $\geq 70\%$ 。

[0091] 图3出一些检测载液凝胶中液态内容物含量的装置示意图。

[0092] 如图3所示,该实施例的检测载液凝胶中液态内容物含量的装置7包括:存储器71

以及耦接至该存储器71的处理器72,处理器72被配置为基于存储在存储器71中的指令,执行本公开中任意一个实施例中的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法。

[0093] 其中,存储器71例如可以包括系统存储器、固定非易失性存储介质等。系统存储器例如存储有操作系统、应用程序、引导装载程序(Boot Loader)、数据库以及其他程序等。

[0094] 图4出又一些检测载液凝胶中液态内容物含量的装置示意图。

[0095] 如图4所示,该实施例的检测载液凝胶中液态内容物含量的装置8包括:存储器810以及耦接至该存储器810的处理器820,处理器820被配置为基于存储在存储器810中的指令,执行前述任意一个实施例中的检测载液凝胶中液态内容物含量的。

[0096] 存储器810例如可以包括系统存储器、固定非易失性存储介质等。系统存储器例如存储有操作系统、应用程序、引导装载程序(Boot Loader)以及其他程序等。

[0097] 检测载液凝胶中液态内容物含量的装置8还可以包括输入输出接口830、网络接口840、存储接口850等。这些接口830、840、850以及存储器810和处理器820之间例如可以通过总线860连接。其中,输入输出接口830为显示器、鼠标、键盘、触摸屏等输入输出设备提供连接接口。网络接口840为各种联网设备提供连接接口。存储接口850为SD卡、U盘等外置存储设备提供连接接口。

[0098] 本领域内的技术人员应当明白,本公开的实施例可提供为方法、系统、或计算机程序产品。因此,本公开可采用完全硬件实施例、完全软件实施例、或结合软件和硬件方面的实施例的形式。而且,本公开可采用在一个或多个其中包含有计算机可用程序代码的计算机可用非瞬时性存储介质(包括但不限于磁盘存储器、CD-ROM、光学存储器等)上实施的计算机程序产品的形式。

[0099] 至此,已经详细描述了根据本公开的检测载液凝胶中液态内容物含量的方法、检测载液凝胶中液态内容物含量的装置和计算机可读存储介质。为了避免遮蔽本公开的构思,没有描述本领域所公知的一些细节。本领域技术人员根据上面的描述,完全可以明白如何实施这里公开的技术方案。

[0100] 可能以许多方式来实现本公开的方法和系统。例如,可通过软件、硬件、固件或者软件、硬件、固件的任何组合来实现本公开的方法和系统。用于所述方法的步骤的上述顺序仅是为了进行说明,本公开的方法的步骤不限于以上具体描述的顺序,除非以其它方式特别说明。此外,在一些实施例中,还可将本公开实施为记录在记录介质中的程序,这些程序包括用于实现根据本公开的方法的机器可读指令。因而,本公开还覆盖存储用于执行根据本公开的方法的程序的记录介质。

[0101] 虽然已经通过示例对本公开的一些特定实施例进行了详细说明,但是本领域的技术人员应该理解,以上示例仅是为了进行说明,而不是为了限制本公开的范围。本领域的技术人员应该理解,可在不脱离本公开的范围和精神的情况下,对以上实施例进行修改。本公开的范围由所附权利要求来限定。

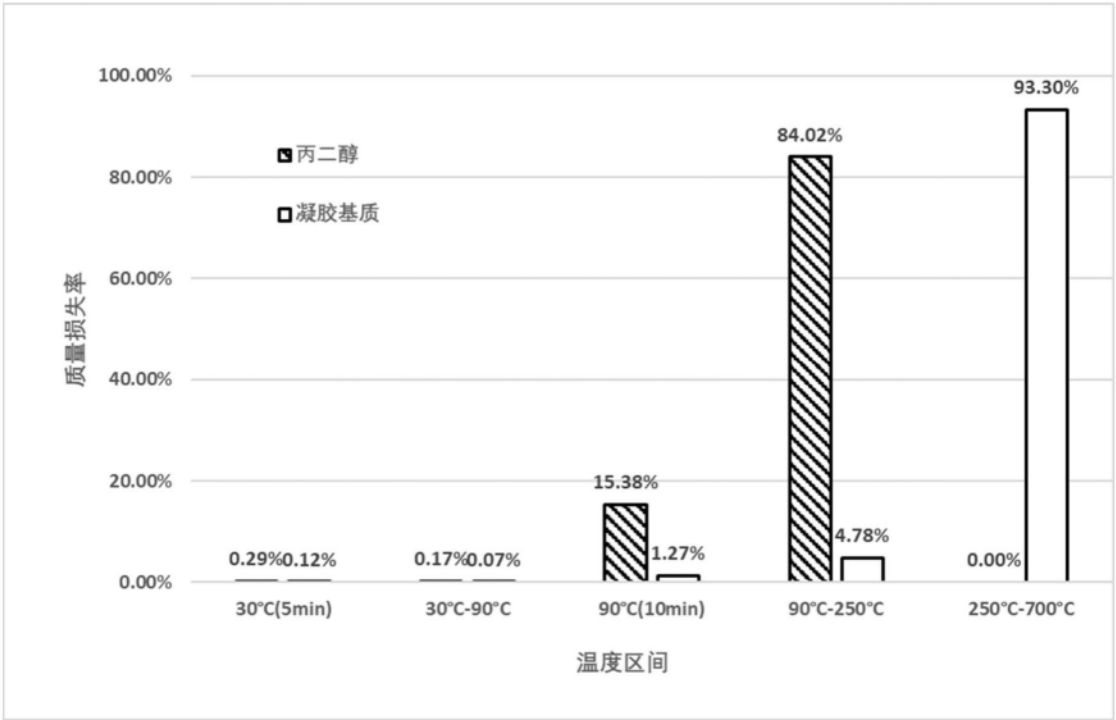


图1



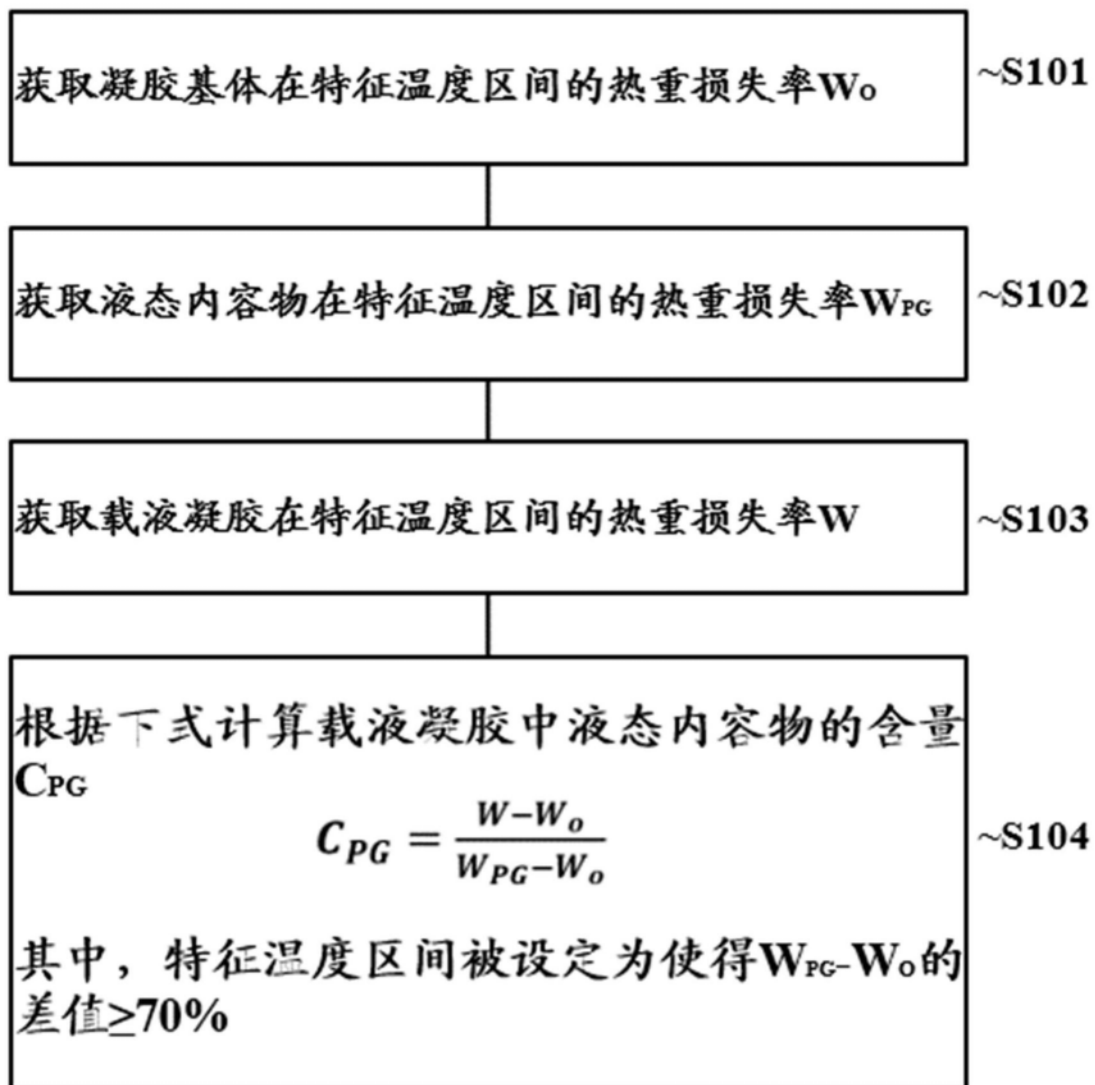


图2

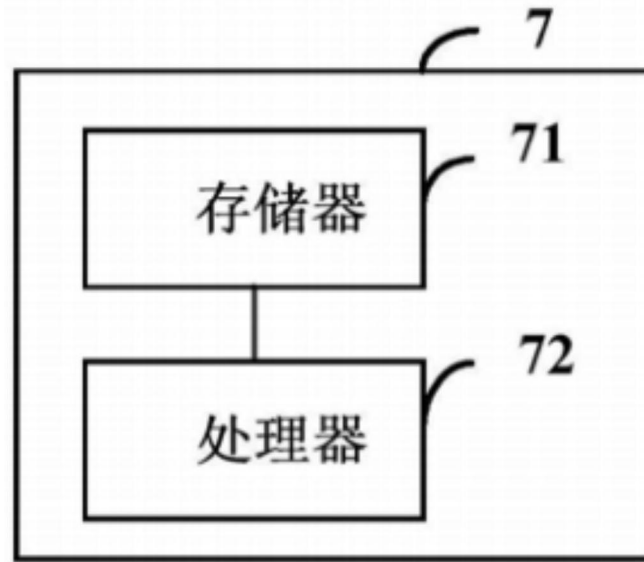


图3

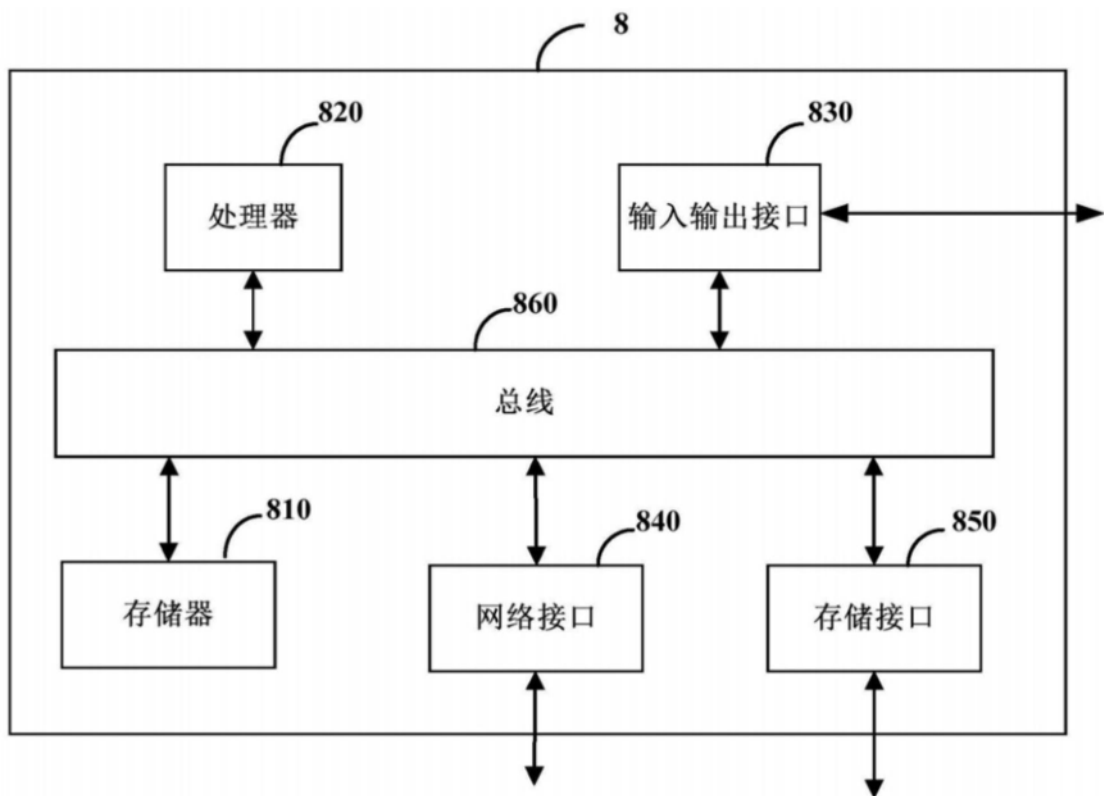


图4