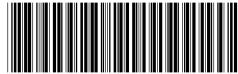


(19) 中华人民共和国国家知识产权局



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103462219 A

(43) 申请公布日 2013. 12. 25

(21) 申请号 201310210690. 9

(22) 申请日 2013. 05. 30

(71) 申请人 贵州中烟工业有限责任公司

地址 550003 贵阳市贵阳市如意巷 25 号

(72) 发明人 刘剑 聂长春 叶冲 赵杨

姬厚伟 韩伟 毛寒冰 万强

(74) 专利代理机构 上海光华专利事务所 31219

代理人 许亦琳 余明伟

(51) Int. Cl.

A24D 3/02(2006. 01)

A24D 3/10(2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54) 发明名称

一种含超长 TiO₂ 水合物纳米管的卷烟过滤嘴

(57) 摘要

本发明涉及卷烟过滤嘴领域，具体涉及一种含超长 TiO₂ 水合物纳米管的卷烟过滤嘴。本发明的卷烟过滤嘴含有吸附过滤层，所述吸附过滤层由 TiO₂ 水合物纳米管和醋酸纤维组成，吸附过滤层中 TiO₂ 水合物纳米管的含量为不少于卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 0.01wt%，并且 TiO₂ 水合物纳米管的长度大于等于 1 微米。由于 TiO₂ 水合物纳米管具有很强的吸附氨能力，同时，超长 TiO₂ 纳米管能够与醋酸纤维牢固交织混合，因此解决了现有技术对卷烟主流烟气中氨等成分降解不明显及吸附剂不易与醋酸纤维交织混合的缺陷。

1. 一种卷烟过滤嘴，含有吸附过滤层，其特征在于，所述吸附过滤层由醋酸纤维和 TiO_2 水合物纳米管组成。
2. 如权利要求 1 所述的卷烟过滤嘴，其特征在于，所述吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的含量不少于卷烟过滤嘴总醋酸纤维含量的 0.01wt%。
3. 如权利要求 2 所述的卷烟过滤嘴，其特征在于，所述吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的含量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 0.01wt% ~ 10wt%。
4. 如权利要求 1 所述的卷烟过滤嘴，其特征在于，所述 TiO_2 水合物纳米管的长度大于等于 1 微米，直径为 5 ~ 100nm。
5. 如权利要求 1 所述的卷烟过滤嘴，其特征在于，所述 TiO_2 水合物纳米管采用如下方法制备获得：
 - 1) 将 TiO_2 溶于碱溶液中获得混合物，将混合物置于高压釜中 100 ~ 200℃ 下，以 5 ~ 20r/min 的转速进行水热反应 18 ~ 96h；
 - 2) 反应结束后收集白色沉淀产物，蒸馏水洗涤至中性后，将沉淀产物在酸溶液中浸泡 18 ~ 24h，反应结束后抽滤并洗涤沉淀至中性，烘干沉淀，获得 TiO_2 水合物纳米管。
6. 如权利要求 5 所述的卷烟过滤嘴，其特征在于，步骤 1) 所述混合物中， TiO_2 的质量百分比为 0.1% ~ 10%。
7. 如权利要求 1 所述的卷烟过滤嘴，其特征在于，所述吸附过滤层充满整个所述卷烟过滤嘴，或者位于所述卷烟过滤嘴的前端、中部或后端。
8. 权利要求 1-7 任一权利要求所述卷烟过滤嘴用于吸附并去除卷烟主流烟气中氨的用途。
9. 一种卷烟，含有权利要求 1-7 任一权利要求所述卷烟过滤嘴。

一种含超长 TiO₂ 水合物纳米管的卷烟过滤嘴

技术领域

[0001] 本发明涉及卷烟过滤嘴领域,具体涉及一种含超长 TiO₂ 水合物纳米管的卷烟过滤嘴及其制备和用途。

背景技术

[0002] 公开号 CN1302570A 公开了一种新型除毒卷烟过滤嘴及其生产方法。其特点是在现有过滤嘴过滤层的基础上,加入一层活性炭与氢氧化钙混合而成的吸附吸收层,使吸附吸收层紧贴过滤层。

[0003] 公开号 CN1383764A 公开了一种制备含黄土粘土矿物卷烟的方法以及由此制得的卷烟产品。其特点是制备黄土均质悬浮液,将此悬浮液施用于卷烟过滤嘴、填料或封装,随后干燥。

[0004] 公开号 CN101637307A 公开了一种滤毒释放微量元素负离子的卷烟纤维过滤嘴。其特点是以甲壳素、电气石、麦饭石、有机硒、有机锗、蜂系列产品混合物制成的纳米微粒子嵌入直丝醋酸纤维制成卷烟过滤嘴。

[0005] 上述的现有技术,存在以下不足:(1)对卷烟主流烟气中的氨等成分的降解不明显;(2)添加物质为微粒子,不易于与醋酸纤维交织混合,不适应于卷烟过滤嘴的规模化生产。

发明内容

[0006] 本发明的目的在于克服现有技术的缺陷,提供一种含超长 TiO₂ 水合物纳米管的卷烟过滤嘴,在卷烟燃烧和抽吸过程中,吸附卷烟主流烟气中氨等成分。

[0007] 本发明的技术方案为:一种卷烟过滤嘴,含有吸附过滤层,所述吸附过滤层由醋酸纤维和 TiO₂ 水合物纳米管组成。

[0008] 本发明的卷烟过滤嘴还可以包含常规的完全由醋酸纤维构成的醋酸纤维段。

[0009] 较优的,本发明所述吸附过滤层充满整个所述卷烟过滤嘴;或者,所述吸附过滤层位于所述卷烟过滤嘴的前端、中部或后端;与完全由醋酸纤维构成的醋酸纤维段共同构成所述卷烟过滤嘴。即本发明的卷烟过滤嘴由完全由醋酸纤维构成的醋酸纤维段和吸附过滤层组成,或者完全由吸附过滤层构成。

[0010] 较优的,所述吸附过滤层中 TiO₂ 水合物纳米管的含量不少于卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 0.01wt%。

[0011] 更优的,所述 TiO₂ 水合物纳米管的含量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维含量的 0.01wt% ~ 10wt%。

[0012] 由于本发明的减害卷烟过滤嘴既可以完全由吸附过滤层构成,也可以由醋酸纤维段和吸附过滤层拼接而成;因此,当减害卷烟过滤嘴完全由吸附过滤层构成时,本发明所述卷烟过滤嘴总醋酸纤维含量即为吸附过滤层中的醋酸纤维含量;当减害卷烟过滤嘴由醋酸纤维段和吸附过滤层拼接构成时,本发明所述卷烟过滤嘴总醋酸纤维含量包括醋酸纤维段

的醋酸纤维和吸附过滤层的醋酸纤维两部分。

[0013] 较优的,所述 TiO₂ 水合物纳米管的长度大于等于 1 微米,直径为 5 ~ 100nm。

[0014] 更优的,所述 TiO₂ 水合物纳米管的长度为 5 ~ 25 微米。

[0015] 本发明 TiO₂ 水合物纳米管的制备方法为低温水热法,以二氧化钛和碱为原料,用低温搅拌水热法,制备了高分散的超长 TiO₂ 水合物纳米管。

[0016] 本发明 TiO₂ 水合物纳米管的具体制备方法如下:

[0017] 1) 将 TiO₂ 溶于碱溶液中获得混合物,将混合物置于高压釜中 100 ~ 200 °C 下,以 5 ~ 20r/min 的转速进行水热反应 18 ~ 96h;

[0018] 2) 反应结束后收集白色沉淀产物,蒸馏水洗涤至中性后,将沉淀产物在酸溶液中浸泡 18 ~ 24h,反应结束后抽滤并洗涤沉淀至中性,烘干沉淀,获得 TiO₂ 水合物纳米管。

[0019] 本发明制备方法中作为原料的 TiO₂ 为商业级 TiO₂。优选的,所述 TiO₂ 为 P25 型纳米二氧化钛。本发明获得的所述 TiO₂ 水合物为 H₂Ti₃O₇ • nH₂O;优选的,n 取值 1 或 2。

[0020] 较优的,步骤 1) 所述混合物中, TiO₂ 的质量百分比为 0.1% ~ 10%。

[0021] 更优的,步骤 1) 所述混合物中, TiO₂ 的质量百分比为 0.13% ~ 6.67%。

[0022] 较优的,步骤 1) 所述碱溶液为 NaOH 水溶液或 KOH 水溶液。

[0023] 更优的,所述 NaOH 水溶液或 KOH 水溶液的浓度为 8 ~ 12M。最优先为 10M。

[0024] 较优的,步骤 2) 所述酸溶液为盐酸或硝酸(盐酸或硝酸为酸的水溶液)。

[0025] 更优的,所述酸溶液的浓度为 0.001 ~ 2M。

[0026] 较优的,所述烘干温度为 55 ~ 65 °C。更优的,所述烘干温度为 60 °C。

[0027] 本发明的卷烟过滤嘴中,所述 TiO₂ 水合物纳米管与醋酸纤维交织混合,共同构成卷烟过滤嘴的吸附过滤层。并且,本发明的吸附过滤层既可以作为整个卷烟过滤嘴,也可以作为卷烟过滤嘴的其中一部分,位于卷烟过滤嘴的前端、中部或后端。

[0028] TiO₂ 水合物纳米管具有很强的吸附氨的能力;并且,超长 TiO₂ 水合物纳米管与醋酸纤维牢固交织混合,解决了既有技术对卷烟主流烟气中氨等成分降解不明显及吸附剂不易与醋酸纤维交织混合的缺陷。

[0029] 本发明其次还公开了前述卷烟过滤嘴用于吸附并去除卷烟主流烟气中相关成分的用途。

[0030] 所述卷烟主流烟气中相关成分为氨。

[0031] 本发明最后还公开了一种卷烟,含有前述卷烟过滤嘴。

[0032] TiO₂ 水合物纳米管的长度短于 1 微米时,不易与醋酸纤维混合,要与醋酸纤维牢固交织混合,其长度需要超过 1 微米,最佳长度在 5 微米以上;TiO₂ 水合物纳米管直径在 5 至 100 纳米为宜,小于 5 纳米时,其分散性差,不易操作,大于 100 纳米时,其比表面积小,对主流烟气中相关成分的吸附能力降低;卷烟过滤嘴的吸附过滤层中的 TiO₂ 水合物纳米管含量(重量比)为醋酸纤维的 0.01% 至 10% 为宜,小于 0.01% 时,其含量低,对主流烟气中相关成分的吸附能力降低,大于 10% 时,成本提高。

[0033] 本发明的有益效果为:TiO₂ 水合物纳米管具有很强的吸附氨能力,同时,超长 TiO₂ 纳米管能够与醋酸纤维牢固交织混合,因此,解决了现有技术对卷烟主流烟气中氨等成分降解不明显及吸附剂不易与醋酸纤维交织混合的缺陷。

附图说明

- [0034] 图 1 : TiO_2 水合物纳米管扫描电镜图
- [0035] 图 2 : TiO_2 水合物纳米管扫描电镜图
- [0036] 图 3 :吸附过滤层作为整个卷烟过滤嘴
- [0037] 图 4 :吸附滤层作为卷烟过滤嘴的一部分(前端)
- [0038] 图 5 :吸附过滤层作为卷烟过滤嘴的一部分(中部)
- [0039] 图 6 :吸附过滤层作为卷烟过滤嘴的一部分(后端)
- [0040] 1. 卷烟过滤嘴 11. 吸附过滤层 12. 醋酸纤维段

具体实施方式

[0041] 下面结合实施例进一步阐述本发明。应理解，实施例仅用于说明本发明，而非限制本发明的范围。

[0042] 实施例 1 TiO_2 水合物纳米管的制备

[0043] 1. 制备方法：

[0044] 方法 1：将 2g 商业级 TiO_2 (P25) 溶于 75mL 10M NaOH 溶液中，将混合物移入 100mL 高压釜并放入油浴锅内，在 150℃ 的温度范围和 10r/min 的转速下水热 24h。反应结束后得到的白色沉淀用蒸馏水洗涤至中性，随后在酸溶液中浸泡 24h，再抽滤淋洗至中性、60℃ 烘干，最终得到 TiO_2 水合物纳米管。

[0045] 方法 2：将 0.1g 商业级 TiO_2 (P25) 溶于 75mL 18M NaOH 溶液中，将混合物移入 100mL 高压釜并放入油浴锅内，在 200℃ 的温度范围和 5r/min 的转速下水热 18h。反应结束后得到的白色沉淀用蒸馏水洗涤至中性，随后在酸溶液中浸泡 20h，再抽滤淋洗至中性、55℃ 烘干，最终得到 TiO_2 水合物纳米管。

[0046] 方法 3：将 5g 商业级 TiO_2 (P25) 溶于 75mL 12M KOH 溶液中，将混合物移入 100mL 高压釜并放入油浴锅内，在 100℃ 的温度范围和 20r/min 的转速下水热 72h。反应结束后得到的白色沉淀用蒸馏水洗涤至中性，随后在酸溶液中浸泡 18h，再抽滤淋洗至中性、65℃ 烘干，最终得到 TiO_2 水合物纳米管。

[0047] 2. 产品表征

[0048] 对前述方法制备获得的 TiO_2 水合物纳米管进行扫描电镜分析，可知 TiO_2 水合物纳米管长度为 1–25μm，直径为 100nm 左右，具体见图 1–2。附图 1 显示了实施例 1 制备的 TiO_2 水合物纳米管的扫描电镜(SEM)照片(放大倍数 2000 倍)，可以看出 TiO_2 水合物纳米管呈管状结构，分散性良好，长度约 1–25μm；附图 2 显示了实施例 1 制备的 TiO_2 水合物纳米管的扫描电镜(SEM)照片(放大倍数 30000 倍)。可以看出 TiO_2 水合物纳米管呈管状结构，分散性良好，管壁上无污染，直径约为 100nm。

[0049] 实施例 2 卷烟过滤嘴的制备

[0050] 1. 原料

[0051] 加工原料：醋酸纤维，购自贵州中烟工业有限公司。

[0052] 2. 卷烟过滤嘴的制备

[0053] 方法一：

[0054] 将实施例 1 制备的 TiO_2 水合物纳米管与醋酸纤维混合均匀，制得卷烟过滤嘴的吸

附过滤层。其中，吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 0.01%。

[0055] 采用前一步骤的吸附过滤层通过滤棒的工业化成型步骤制备滤棒，切割，获得卷烟过滤嘴。本发明方法中，含 TiO_2 水合物纳米管的吸附过滤层充满整个卷烟过滤嘴(如图 3 所示)。

[0056] 方法二：

[0057] 将实施例 1 制备的 TiO_2 水合物纳米管与醋酸纤维混合制备卷烟过滤嘴的吸附过滤层，其中吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 1%。

[0058] 采用前一步骤的吸附过滤层通过滤棒的工业化成型步骤制备滤棒，并且含 TiO_2 水合物纳米管的过滤层作为过滤嘴一部分(前端，如图 4 所示)，与完全由醋酸纤维制成的醋酸纤维段拼接，获得卷烟过滤嘴。

[0059] 方法三：

[0060] 将实施例 1 制备的 TiO_2 水合物纳米管与醋酸纤维混合制备卷烟过滤嘴的吸附过滤层，其中吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 5%。

[0061] 采用前一步骤的吸附过滤层通过滤棒的工业化成型步骤制备滤棒，并且含 TiO_2 水合物纳米管的过滤层作为过滤嘴一部分(中部，如图 5 所示)，与完全由醋酸纤维制成的醋酸纤维段拼接，获得卷烟过滤嘴。

[0062] 方法四：

[0063] 将实施例 1 制备的 TiO_2 水合物纳米管与醋酸纤维混合制备卷烟过滤嘴的吸附过滤层，其中吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 10%。

[0064] 采用前一步骤的吸附过滤层通过滤棒的工业化成型步骤制备滤棒，并且含 TiO_2 水合物纳米管的过滤层作为过滤嘴一部分(后端，如图 6 所示)，与完全由醋酸纤维制成的醋酸纤维段拼接，获得卷烟过滤嘴。

[0065] 实施例 3 过滤嘴吸附过滤效果的检测

[0066] 1. 实验方法

[0067] 根据实施例 2 的方法制备过滤嘴，含 TiO_2 水合物纳米管的过滤层位于滤棒前端，制备的滤嘴规格如下：a. 吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 1%；b. 吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 5%；c. 吸附过滤层中 TiO_2 水合物纳米管的质量为卷烟过滤嘴总醋酸纤维质量的 10%。用上述过滤嘴制备卷烟，获得过滤嘴中含吸附过滤层的卷烟。

[0068] 对照：采用完全由醋酸纤维组成的滤嘴，制备卷烟作为对照样。

[0069] 检测方法：过滤嘴吸附过滤效果的检测方法参考：YC/T377-2010 卷烟主流烟气中氨的测定。

[0070] 2. 实验结果

[0071] 由前述方法制得的过滤嘴中含吸附过滤层的卷烟在降低卷烟主流烟气中氨释放量的试验结果见下表：

[0072] 表 1 过滤嘴中含吸附过滤层的卷烟的吸附过滤效果

[0073]

名称	实验方法	氨释放量 (ug/cig)	降低率(%)
对照样	离子色谱法	6.73	/
a. 吸附过滤层中含 1%TiO ₂ 水合物 纳米管的过滤嘴制备的卷烟		5.66	15.90
b. 吸附过滤层中含 5%TiO ₂ 水合物 纳米管的过滤嘴制备的卷烟		5.13	23.77
c. 吸附过滤层中含 10%TiO ₂ 水合物 纳米管的过滤嘴制备的卷烟		4.77	29.12

[0074]

[0075] 上述实验结果表明 :具有含上述吸附过滤层的过滤嘴的卷烟能明显降低卷烟主流烟气中氨等成分的释放量。

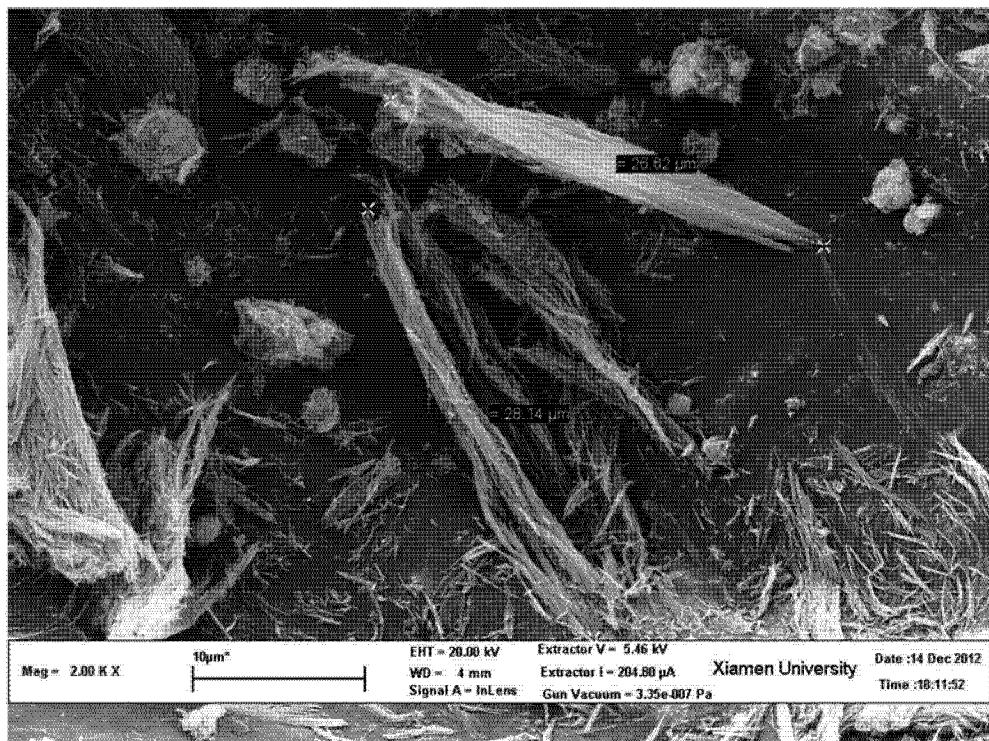


图 1

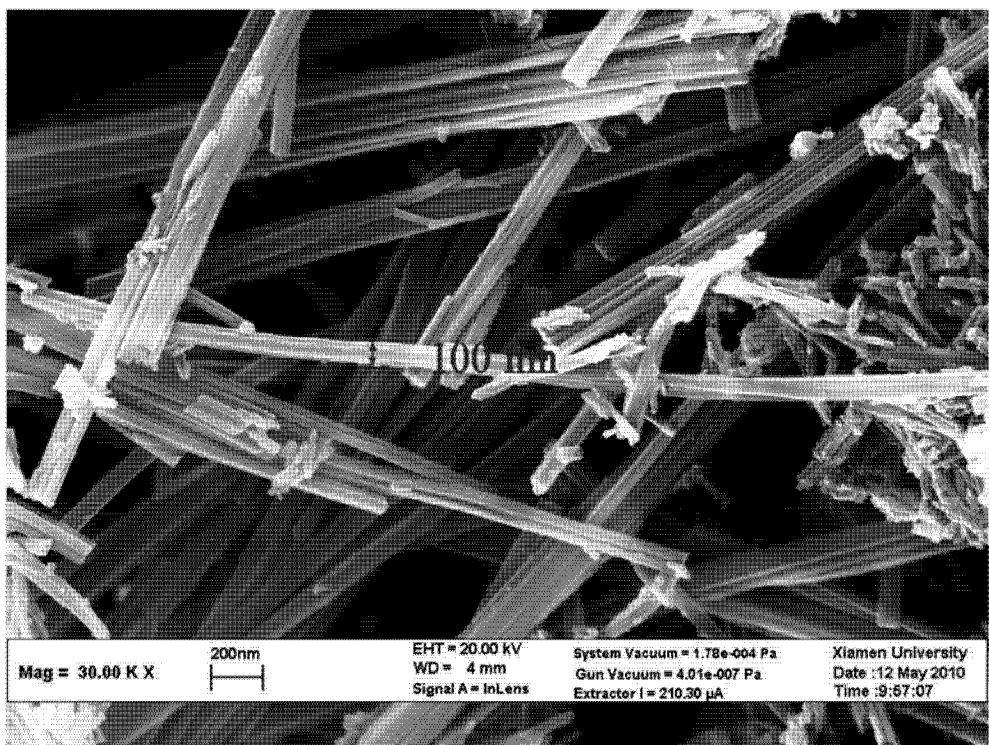


图 2

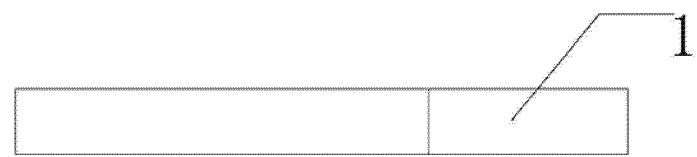


图 3

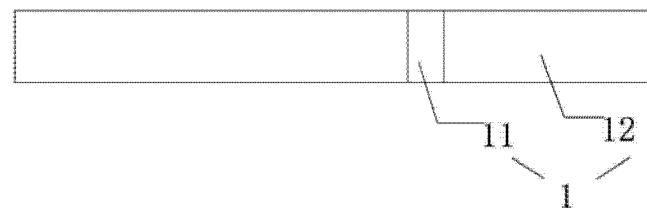


图 4

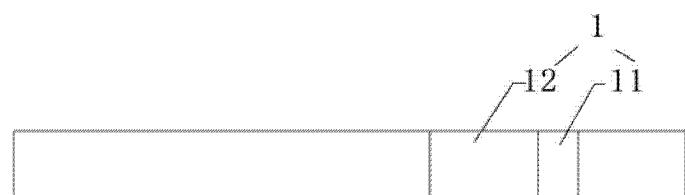


图 5

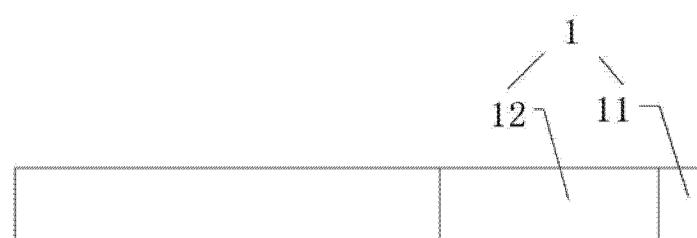


图 6