(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年7月4日(04.07.2019)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2019/130376 A1

(51) 国際特許分類:
A24B 15/42 (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2017/046334

(22) 国際出願日： 2017年12月25日(25.12.2017)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(71) 出願人: 日本たばこ産業株式会社 (**JAPAN TOBACCO INC.**) [JP/JP]; 〒1058422 東京都港区虎ノ門二丁目２番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 内藤 啓貴(**NAITO, Hirotaka**); 〒1308603 東京都墨田区横川一丁目１７番７号 日本たばこ産業株式会社内 Tokyo (JP). 伊藤 研児(**ITO, Kenji**); 〒1308603 東京都墨田区横川一丁目１７番７号 日本たばこ産業株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 丹羽 武司, 外 (**NIWA, Takeshi** et al.); 〒1030004 東京都中央区東日本橋三丁目４番１０号 アクロポリス２１ビル８階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：
— 国際調査報告（条約第21条(3)）

WO 2019/130376 A1

(54) **Title:** METHOD FOR PRODUCING TOBACCO MATERIAL, AND SMOKING ARTICLE CONTAINING TOBACCO MATERIAL OBTAINED USING THE PRODUCTION METHOD

(54) 発明の名称： たばこ材料の製造方法及びその製造方法によって得られたたばこ材料を含む喫煙物品

(57) **Abstract:** Provided is a method for producing a tobacco material, the method including a step in which a solution, which contains a specific nitrogen-containing component and a specific sugar component at a molar ratio of 0.9:1-3:1 and in which a tobacco residue is dispersed, is heated for 3-7 hours at a temperature of 100-130°C.

(57) 要約：特定の含窒素成分と、特定の糖成分とを０．９：１～３：１のモル比で含み、たばこ残渣が分散した溶液を、１００℃～１３０℃で３～７時間加熱する工程を含む、たばこ材料の製造方法を提供する。

明　細　書

発明の名称 ：

たばこ材料の製造方法及びその製造方法によって得られたたばこ材料を含む喫煙物品

技術分野

[0001]　本発明は、たばこ材料の製造方法及びその製造方法によって得られたたばこ材料を含む喫煙物品に関する。

背景技術

[0002]　シガレットの作製に用いられる抄造シートは、たばこ製品の一連の製造過程において生じる、葉たばこの「中骨」、「くず葉」、「粉じん」等を再利用して製造されるものである。抄造シートの製造方法はいくつかの種類に大別されるが、そのうちのひとつとして、葉たばこの「中骨」、「くず葉」、「粉じん」を水などの溶媒に接触させ、抽出液とたばこ残渣に分離し、そのたばこ残渣にパルプ等の添加物を添加した上で抄紙し、そこに、保湿剤等の添加物を添加した抽出液をかけ戻す方法が一般的に知られている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：国際公開第２０１６／１４３７８５号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004]　特許文献１に記載の製造方法のように、葉たばこに対して抽出溶媒として水を用いた溶媒抽出を行って抽出液を取得した後、それを抽出操作を行った後のたばこ残渣にかけ戻すという操作を行うことは知られていた。

しかし、抽出操作を行った後のたばこ残渣については、特許文献１のように抄造シートの基材として用いられることはあるものの、多くの場合は廃棄されていた。

その理由の一つとして、たばこ残渣を加熱すると、たばこ残渣中のセルロース由来のカルボニル成分（悪癖成分。以下、カルボニル基を有する成分を総称して“カルボニル成分”と呼ぶ。）が発生することが挙げられる。そのため、溶媒による抽出操作を行った後のたばこ残渣を、そのまま利用することは難しかった。

[0005] このことから本発明では、たばこ残渣を原料として用いても、加熱時にカルボニル成分の放出が抑えられている一方で、ピラジン類が放出される、たばこ材料の製造方法を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明者が鋭意検討した結果、たばこ残渣に対して、特定の組成を有する溶液を加えて特定温度で特定時間加熱することで、上記課題を解決できることがわかり、本発明に到達した。

[0007] すなわち、本発明は、以下のとおりである。

［１］ 含窒素成分と、糖成分とを０．９：１～３：１のモル比で含み、たばこ残渣が分散した溶液を、１００℃～１３０℃で３～７時間加熱する工程を含む、たばこ材料の製造方法であって、

前記含窒素成分が、アンモニウムイオン、グルタミン、及びアスパラギンから選ばれる１種以上であり、

前記糖成分が、グルコース、フルクトース、キシロース、マンノース、ガラクトース、及びラムノースから選ばれる１種以上である、たばこ材料の製造方法。

［２］ 前記溶液に含まれる前記窒素成分と、前記糖成分の少なくとも一方が、単離された成分を含むものである、［１］に記載のたばこ材料の製造方法。

［３］ 前記溶液における、前記窒素成分と、前記糖成分のそれぞれの濃度が、０．２Ｍ以上である、［１］又は［２］のたばこ材料の製造方法。

［４］ 前記加熱する工程の前に、葉たばこを抽出してたばこ残渣を得る工程を含む、［１］～［３］のいずれかに記載のたばこ材料の製造方法。

［５］　前記加熱する工程の後に、たばこ残渣の水分含有量が５～１５重量％となるように、乾燥させる工程を含む、［１］～［４］のいずれかに記載のたばこ材料の製造方法。

［６］　［１］～［５］のいずれかに記載のたばこ材料の製造方法によって得られたたばこ材料を含む、喫煙物品。

［７］　電気加熱型香味吸引器である、［６］に記載の喫煙物品。

発明の効果

[0008]　本発明の製造方法によれば、従来は廃棄されることが通常であったたばこ残渣を用いても、加熱時にカルボニル成分の放出が抑えられている一方で、ピラジン類が放出される、たばこ材料を提供できる。これにより、たばこ残渣を再利用することが可能となり、廃棄されていたたばこ残渣の有効利用ができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]実施例１、比較例１及び比較例２のたばこ材料を２００℃で加熱した際に放出されるカルボニル成分とピラジン成分の量（ガスクロマトグラフィーのエリア面積に基づく比）を示す図である。

[図2]実施例１及び比較例３のたばこ材料を２００℃で加熱した際に放出されるカルボニル成分の量（ガスクロマトグラフィーのエリア面積に基づく比）を示す図である。

[図3]実施例１及び比較例４のたばこ材料を２００℃で加熱した際に放出されるピラジン成分の量（ガスクロマトグラフィーのエリア面積に基づく比）を示す図である。

[図4A]２，６－ジメチルピラジン単品に対する加熱温度と、２，６－ジメチルピラジンの放出量の関係を示す図である。

[図4B]サンプルＢに２，６－ジメチルピラジンの単品を添加して物理吸着させたものに対する加熱温度と、２，６－ジメチルピラジンの放出量の関係を示す図である。

[図4C]サンプルＡ（実施例１のたばこ材料）に対する加熱温度と、２，６－

ジメチルピラジンの放出量の関係を示す図である。

発明を実施するための形態

[0010] 以下、本発明について実施形態及び例示物等を示して詳細に説明するが、本発明は以下の実施形態及び例示物等に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において任意に変更して実施できる。

[0011] 本明細書において、「たばこ材料」とは、後述するようにたばこ残渣を処理することによって得られるものであり、他のたばこ製品の製造に用いることができるものである。

本発明の実施形態にかかるたばこ材料の製造方法は、以下の工程を含む。

以下に示す含窒素成分と、以下に示す糖成分とを０．９：１～３：１のモル比で含み、たばこ残渣が分散された溶液（以下、添加溶液ともいう）を、１００℃～１３０℃で３～７時間加熱する工程。

なお、上記含窒素成分は、アンモニウムイオン、グルタミン、及びアスパラギンから選ばれる１種以上である。アンモニウムイオンは、アンモニア由来とアンモニウム塩由来の両方を含むものである。

上記糖成分は、グルコース、フルクトース、キシロース、マンノース、ガラクトース、及びラムノースから選ばれる１種以上である。

[0012] 上記の工程を経ることで、加熱中に含窒素成分と糖成分とが反応して、「加熱することによりたばこ残渣の表面から解離してピラジン類を放出する成分」がたばこ残渣の表面上に化学結合により担持されると考えられる。このとき、元々たばこ残渣の表面上にあった官能基の少なくとも一部が、当該化学結合によってマスクされる。このマスクされた部分の官能基は、そのまま加熱されるとたばこ残渣表面から解離してカルボニル成分を生じ得るものである。これがマスクされることで、上記の工程を経て得られるたばこ材料を加熱したときに、ピラジン類が放出される一方で、カルボニル成分の放出は抑制される。

また、上記「加熱することによりたばこ残渣表面から解離してピラジン類が発生する成分」は、化学結合によりたばこ残渣の表面上に担持されている

と考えられる。このように化学結合によりたばこ残渣の表面上に担持された場合は、単にたばこ残渣の表面上にピラジン類を物理吸着させた場合に比べて、たばこ残渣との結合力が強い。したがって、単にたばこ残渣表面上にピラジン類を物理吸着させた場合と比較して、より高い温度までピラジン類を担持しておくことが可能となる。

よって、本発明の実施形態にかかるたばこ材料の製造方法により得られるたばこ材料は、蒸気圧が高い（室温で蒸発してしまう）ピラジン類が、室温での蔵置時ではなく、主として加熱時に放出されると考えられる。

[0013] 前記溶液では、上記の含窒素成分の合計モル量と、上記の糖成分の合計モル量の比が、０．９：１～３：１である。このようなモル比で含窒素成分と糖成分とを含有する溶液を用いることで、たばこ残渣を加えて特定温度で特定時間加熱した場合に、ピラジン類のような特定の香味成分を生成させ、たばこ残渣に担持することができる。

上記の含窒素成分の合計モル量と、上記の糖成分の合計モル量の比は、１：１～２．５：１であることがより好ましい。

上記添加溶液における上記含窒素成分と糖成分のモル比は重要である。

上記溶液中において、糖成分のモル量が多すぎる場合には、その溶液を用いて加熱すると、過剰な糖成分が存在することによりカルボニル成分が生成し、たばこ残渣に吸着してしまうことがある。

一方で、上記溶液中において含窒素成分のモル量が多すぎる場合には、その溶液を用いて処理したたばこ残渣に含窒素成分が残存することで、得られたたばこ材料を加熱した際に、含窒素成分に特有の望ましくない香気を生成することがある。

上記で示した含窒素成分と糖成分のモル量の比の範囲は、これらの成分を含む溶液にたばこ残渣を加えて加熱を行った後に、これらの成分が残留しないようにするための範囲でもある。

[0014] 上記添加溶液における、含窒素成分と、糖成分のそれぞれの濃度については、０．２Ｍ以上を挙げることができ、０．３Ｍ以上であることが好ましい

。他方で、含窒素成分と、糖成分のそれぞれの濃度の上限については、３．０Ｍ以下である態様を挙げることでき、２．０Ｍ以下であることが好ましい。

含窒素成分の濃度は、含窒素成分を構成する上記各物質のモル量の合計に基づき算出される。

糖成分の濃度についても、糖成分を構成する上記各物質のモル量の合計に基づき算出される。

上記添加溶液のｐＨは特に制限されず、酸性、弱酸性、中性、弱アルカリ性、アルカリ性のいずれの条件でもよい。

本発明の実施形態にかかる製造方法では、上記添加溶液のｐＨの条件として、弱酸性（ｐＨ：３以上６未満）、中性（６以上８以下）、弱アルカリ性（ｐＨ：８を超えて１１以下）の領域を採用することができる。ｐＨとして６．５～１０の範囲を好ましく挙げることができる。

ｐＨは２５℃の溶液に対して測定を行って得られる値である。

[0015] 上記添加溶液における、含窒素成分の合計モル量について、アンモニウムイオンのモル量は、イオンクロマトグラフィー（ＩＣ）によって測定することができ、グルタミン及びアスパラギンのモル量は、キャピラリー電気泳動－質量分析計（ＣＥ／ＭＳ）により各アミノ酸を分析することで求めることができる。

上記添加溶液における、糖成分の合計モル量については、高速液体クロマトグラフィー／示差屈折率検出器（ＨＰＬＣ／ＲＩＤ）により上記各糖を分析することで求めることができる。

[0016] 前記たばこ残渣は、０．０５～０．２ｇ／ｍＬ、好ましくは０．１ｇ／ｍＬとなるような量で前記添加溶液に分散されることが望ましい。このような量比で分散して加熱することで、たばこ残渣中にわずかに残存する含窒素成分と糖成分の影響が表れにくくなる。

たばこ残渣を上記添加溶液に加えて加熱する際の加熱温度は、１００～１３０℃であり、１００℃を超える温度で加熱する際には、加圧下で行う態様

を挙げることができる。加圧下の条件としては、大気圧よりも大きな圧力であればよい。

加熱雰囲気については、特に制限されず、大気雰囲気、窒素雰囲気を挙げることができる。

加熱を行う際に用いる器具については特に制限されず、公知のものを用いることができる。

加熱を行う時間は３～７時間であり、より好ましくは４～６時間を挙げることができる。加熱時間は前記溶液に含まれる含窒素成分の濃度や、糖成分の濃度に応じて適宜調整できる。

[0017] 上記添加溶液として、葉たばこ又はその他の植物を抽出することにより得られる抽出液を用いてもよい。葉たばこ又はその他の植物の抽出液を用いる場合、上記添加溶液の全てを構成するものであってもよいし、一部を構成するものであってもよい。葉たばこ又はその他の植物の抽出液を得る場合の溶媒として、水、エタノール又はこれらの混合物などを挙げることができる。

その他の植物として、上記含窒素成分を多く含むものとして例えば大豆を挙げることができ、上記糖成分を多く含むものとして例えば甘草及びキャロブを挙げることができる。

葉たばこ又はその他の植物の抽出液には、上記含窒素成分及び上記糖成分の他にも、様々な物質が含まれており、その組成をコントロールすることが難しい場合がある。

そのため、上記添加溶液は、上記含窒素成分及び上記糖成分の少なくとも一方、必要に応じて両方について、単離された成分を１種類以上づつ含むことが好ましく、上記添加溶液に含まれる上記含窒素成分及び上記糖成分の両方が、それぞれ単離された１種類以上の成分のみから構成されることがより好ましい。

上記の含窒素成分及び上記の糖成分について、単離された成分とは、市販されている試薬レベルのものをいう。

葉たばこ又はその他の植物の抽出液に、単離された含窒素成分又は糖成分

を加えた溶液を添加溶液として用いてもよい。

その場合、予め上記含窒素成分及び糖成分のモル量を測定しておいた、葉たばこ又はその他の植物の抽出液に対して、含窒素成分と糖成分のモル比が上記範囲になるように、単離された含窒素成分又は単離された糖成分を適宜加える態様を挙げることができる。その際、単離された含窒素成分を添加することにより含窒素成分と糖成分のモル比を調整することが好ましい。

葉たばことは異なるその他の植物の抽出液を得るための操作として、後述する葉たばこに対して行う抽出工程と同じ内容を採用することができる。

[0018] 本明細書において、たばこ残渣とは、たばこ残渣（１ｃｍ×１ｃｍに裁刻したもの）と水の重量比が１：２０となるように分散液を調製し、その分散液を２００ｒｐｍ、２５℃で１時間振とうした後に、分散液中の上記含窒素成分の濃度が１００ｍｇ／Ｌ以下であり、かつ、上記糖成分の濃度が１００ｍｇ／Ｌ以下であるものをいう。

上記のたばこ残渣を得るための方法は特に制限されないが、１段階で抽出を行う方法及び複数段階で抽出を行う方法を挙げることができる。

１段階で抽出を行う方法の例として、収穫後の各種処理を経た葉たばこを用いて、抄造シートを得るために行われる慣用的な抽出操作を行うことを挙げることができる。

具体的には、たばこ残渣を得るために、室温～６０℃程度の温水で１時間程度抽出する操作を挙げることができる。室温とは概ね２５℃を意味する。

一方で、葉たばこに対して複数段階の抽出を行う方法を採用した場合には、葉たばこに元々含まれている上記含窒素成分と、上記糖成分の含有量をより低減させることができる。

複数段階で抽出を行う方法として、収穫後の各種処理を経た葉たばこを用い、１回目；葉たばこ：水＝１：９～１１（好ましくは１０）、２回目：１回目の抽出を経た葉たばこ：水＝１：４～６（好ましくは５）、３回目：１回目の抽出を経た葉たばこ：水＝１：４～６（好ましくは５）、の重量比となるように葉たばこと水の分散液を調製し、それぞれ抽出操作を行うという

態様を挙げることができる。上記では３段階の抽出を行う態様を例示しているが、３回目の抽出を除いた２段階の抽出を行う態様と、３回目以降にも抽出を行う態様を挙げることもできる。

なお、複数段階で抽出を行う方法の場合でも、１回ごとの水の温度及び抽出時間は、１段階で抽出を行う方法と同じ条件を採用できる。

本発明の実施形態にかかる製造方法では、上記で例示した抽出工程を、たばこ残渣を得るための工程として、たばこ残渣に上記溶液を添加して加熱する工程の前に含んでもよい。

[0019] たばこ残渣を得るための葉たばこの種類は特に制限されず、黄色種、バーレー種、オリエント種、及びルスチカ種のいずれか１種以上を用いることができる。

たばこ残渣を得るための葉たばこは、０．０１～１００ｍｍの大きさ（最大径）に裁断されたものを用いることができる。

また、本発明の実施形態に用いる葉たばことして、葉たばこの任意の部分、例えばラミナ及び中骨を制限なく用いることができる。

本発明の実施形態で用いるたばこ残渣は、リファイナーと呼ばれる叩解機を用いて叩解することで、葉たばこの個々の粒子が所望の大きさになるように調整してもよい。この操作はたばこ残渣を得る前の葉たばこに対して行ってもよい。

本発明の実施形態で用いるたばこ残渣として叩解したものを用いる場合、その叩解度としては、例えば１０～７００ＣＳＦであるものを挙げることができる。

[0020] 本発明の実施形態にかかる製造方法は、上記溶液をたばこ残渣に添加して加熱した後に、洗浄工程及び乾燥工程などを適宜含んでいてもよい。

洗浄工程では、洗浄液として例えば水を用い、室温～６０℃で処理済みのたばこ残渣を洗浄する態様を挙げることができる。

乾燥工程では、上記の洗浄工程を経た処理済みのたばこ残渣、又は上記の洗浄工程を経ていない処理済みのたばこ残渣に対して、目的物であるたばこ

材料の水分含有量が５～１５重量％程度になるまで、乾燥する態様を挙げることができる。

乾燥の手段としては特に制限されず、例えば風乾してもよいし、低温乾燥機などの乾燥機を用いて行ってもよい。また、凍結乾燥による乾燥を行ってもよい。

また、乾燥後のたばこ材料に対して、その形状を調整するための工程を含んでもよい。そのような工程として、例えば裁断工程などを挙げることができる。

裁断後のたばこ材料の大きさとしては、例えば０．０１～１００ｍｍ（最大径）を挙げることができる。

[0021] 本発明の実施形態にかかる製造方法により得られるたばこ材料には、任意の添加物を加えてもよい。添加物として、例えば、公知の香料、保湿剤等を挙げることができる。

[0022] 本発明の実施形態の製造方法により得られるたばこ材料は、喫煙物品に用いることができる。上記のように、本発明の実施形態にかかる製造方法により得られるたばこ材料は、加熱を行うことでピラジン類が放出されるものであるので、喫煙物品として、加熱型香味吸引器を好ましく例示できる。

「加熱型香味吸引器」は、たばこ材料を燃焼させることなく加熱し、加熱されたたばこ材料の香味をユーザーが吸引により味わう吸引器であり、例えば、炭素熱源の燃焼熱でたばこ材料を加熱する炭素熱源型吸引器（例えばＷＯ２００６／０７３０６５を参照）；吸引器を電気加熱するための加熱デバイスとを備えた電気加熱型吸引器（例えばＷＯ２０１０／１１０２２６を参照）；又はたばこ材料を含有する液状のエアロゾル源を加熱により霧化する液体霧化型吸引器（例えばＷＯ２０１５／０４６３８５を参照）が挙げられる。

これらの中で、電気加熱型香味吸引器は、吸い口部、たばこ材料を含む組成物が収容される容器と電子ヒーターを含む本体部、電子ヒーターの温度を調節するための温度調節器等を含む。たばこ材料を含む組成物が収容される

容器として、ポッドを挙げることができる。具体的な構成として、特表２０１４－５２４３１３号公報に記載のものを用いることができる。

本発明の実施形態の製造方法により得られるたばこ材料は、上記の容器に収容されてもよい。たばこ材料が収容される容器の材質は特に制限されず、アルミなどの熱伝導性の高い金属を挙げることができる。

[0023] 本発明の実施形態の製造方法により得られるたばこ材料は、上記の電気加熱型の香味吸引器に適用される際には、例えば、たばこ材料と、グリセリン及び／又はプロピレングリコールなどの多価アルコールと、増粘剤と、必要に応じて香料などの他の成分、を含む組成物として、上記のポッドに収容される。

たばこ材料に含まれる各葉たばこの大きさについても特に制限はなく、通常の電気加熱型香味吸引器に用いられる大きさを採用することができる。

本発明の実施形態にかかるたばこ材料の、上記容器に充填する組成物における重量割合は、１０～４０％程度を挙げることができる。

たばこ材料を含有する液状のエアロゾル源を加熱により霧化する液体霧化型吸引器においては、液体収容部に組み込まれる液体香味源を製造するための原材料として、本発明の実施形態にかかるたばこ材料を使用してもよい。

[0024] 上記の電気加熱型香味吸引器の使用時には、たばこ材料を含む容器は約１５０～２００℃に加熱される。本発明の実施形態の製造方法により得られるたばこ材料は、特にその温度帯でたばこ残渣上に化学結合しているピラジン類を放出するので、加熱型香味吸引器に適用することが好ましい。

実施例

[0025] 本発明を実施例によって更に具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例の記載に限定されるものではない。

[0026] ［たばこ材料の調製］

＜実施例１＞

葉たばことして黄色中骨刻を１ｃｍ×１ｃｍに裁刻したもの１ｇを用い、抽出溶媒として２５℃の水を用いて１時間２００ｒｐｍにて振盪抽出操作を

行うことで、たばこ残渣を得た。

上記振盪抽出後のたばこ残渣に対して、抽出溶媒として２５℃の水（重量でたばこ残渣の２０倍量）を用いて１時間２００ｒｐｍにて振盪抽出操作をさらに行った後の、前記含窒素成分及び前記糖成分の濃度は、ともに定量限界である１００ｍｇ／Ｌ以下であった。

このたばこ残渣に添加する添加溶液として、０．５Ｍのフルクトースと、０．５Ｍのギ酸アンモニウムを含む溶液を調製した。

上記たばこ残渣１ｇを、上記で調製した溶液１０ｍＬに加えて分散液を調製し、１２０℃で５時間加熱した。

[0027] ＜比較例１＞

実施例１と同様の操作を経て得たたばこ残渣を、０．５Ｍのフルクトースと、０．５Ｍのギ酸アンモニウムを含む水溶液に加えて分散液を調製し、室温（２５℃）で５時間放置した。

＜比較例２＞

実施例１と同様の操作を経て得たたばこ残渣を水に加えて分散液を調製し、１２０℃で５時間加熱した。

＜比較例３＞

実施例１と同様の操作を経て得たたばこ残渣を、０．５Ｍのフルクトースを含む水溶液に加えて分散液を調製し、１２０℃で５時間加熱した。

＜比較例４＞

実施例１と同様の操作を経て得たたばこ残渣を、０．５Ｍのギ酸アンモニウムを含む水溶液に加えて分散液を調製し、１２０℃で５時間加熱した。

[0028] 実施例１及び比較例１～４で得られたそれぞれの分散液から、たばこ残渣を取り出し、８０℃で２時間乾燥後に室温（２２℃）で１日風乾させ、それぞれのたばこ材料を得た。

[0029] ［加熱時に放出される成分の測定］

実施例１及び比較例１～４の試料について、２００℃で加熱した際に放出される揮発成分を、固相マイクロ抽出法（ＳＰＭＥ法）によって揮発成分を

採取し、ＧＣ／ＭＳによって分析した。結果を図１～３に示す。図１は実施例１と比較例１及び２との比較結果、図２は実施例１と比較例３との比較結果、図３は実施例１と比較例４との比較結果を示す。図１～３の縦軸は、ＧＣ／ＭＳの測定により得られた各成分のエリア面積について、実施例１のエリア面積を１として標準化した数値を示す。つまり縦軸の数値が１を超える場合、実施例１よりも放出された成分が多いことを示す。

＜図１の結果＞

カルボニル成分（Ｘ軸上の１～４））は、比較例１及び２と比較して実施例１の方が少なかった。

ピラジン成分（Ｘ軸上の５～１１）は、比較例１及び２と比較して実施例１の方が多かった。

＜図２の結果＞

カルボニル成分（Ｘ軸上の１及び２）は、比較例３と比較して実施例１の方が少なかった。

＜図３の結果＞

ピラジン成分（Ｘ軸上の１，２，４～７）は、比較例４と比較して実施例１の方が多かった。

これらの結果は、たばこ残渣に対して、特定の溶液を添加して加熱することにより、たばこ残渣からのカルボニル成分の放出を抑制しつつ、たばこ残渣にピラジン類のような特定の複数の香味成分を付与することができることを示している。

[0030] ［加熱温度と２，６－ジメチルピラジンの放出量の関係の測定］

上記実施例１で得た試料１０ｍｇ（サンプルＡ）と、比較例１において、０．５Ｍのフルクトースと、０．５Ｍのギ酸アンモニウムを含む水溶液に加えて５時間放置する操作を除いて得た試料のシート片５ｍｇ（サンプルＢ）に、２，６－ジメチルピラジンの単品を５ｍｇ添加して物理吸着させたものと、２，６－ジメチルピラジンの単品１０ｍｇ（たばこ残渣なし）を準備した。

これらの試料に対して熱重量・示差熱分析（ＴＧ－ＤＴＡ）装置を用いて、温度範囲４０～５００℃、昇温速度５０℃/ｍｉｎ、空気雰囲気下で昇温する操作を行うことで、加熱に伴い減少する２，６－ジメチルピラジンの量をトレースした。結果を図４Ａ～Ｃに示す。また、昇温時の匂い質の変化を、熱重量・示差熱分析装置の排気部から排出されるガスの臭いを嗅いで評価した（スニッフィング）。

[0031] ＜結果＞

（図４Ａ）２，６－ジメチルピラジン単品：１５０℃までに全ての２，６－ジメチルピラジンが揮発した。スニッフィングにおいても、１５０℃以上の温度では２，６－ジメチルピラジンの臭いは感知できなかった。

（図４Ｂ）サンプルＢに、２，６－ジメチルピラジンの単品を添加して物理吸着させたもの；１５０℃までに全ての２，６－ジメチルピラジンが揮発した。スニッフィングにおいても、１５０℃以上の温度では２，６－ジメチルピラジンの臭いは感知できなかった。また、２００℃付近のスニッフィングにおいて、カルボニル成分特有の臭いを感知した。

（図４Ｃ）サンプルＡ；１５０℃までの重量減少は、比較的少なかった。これは、２，６－ジメチルピラジンがたばこ残渣表面上に化学結合しているため、単体の２，６－ジメチルピラジンと比較して揮発しにくくなっていることを示唆する。スニッフィングにおいても２００℃付近まで継続して２，６－ジメチルピラジンの臭いを検知した。また、２００℃付近においてカルボニル成分の臭いはほとんど検知されなかった。

請求の範囲

[請求項1] 含窒素成分と、糖成分とを０．９：１～３：１のモル比で含み、たばこ残渣が分散された溶液を、１００℃～１３０℃で３～７時間加熱する工程を含む、たばこ材料の製造方法であって、

前記含窒素成分が、アンモニウムイオン、グルタミン、及びアスパラギンから選ばれる１種以上であり、

前記糖成分が、グルコース、フルクトース、キシロース、マンノース、ガラクトース、及びラムノースから選ばれる１種以上である、たばこ材料の製造方法。

[請求項2] 前記溶液に含まれる前記窒素成分と、前記糖成分の少なくとも一方が、単離された成分を含むものである、請求項１に記載のたばこ材料の製造方法。

[請求項3] 前記溶液における、前記窒素成分と、前記糖成分のそれぞれの濃度が、０．２Ｍ以上である、請求項１又は２に記載のたばこ材料の製造方法。

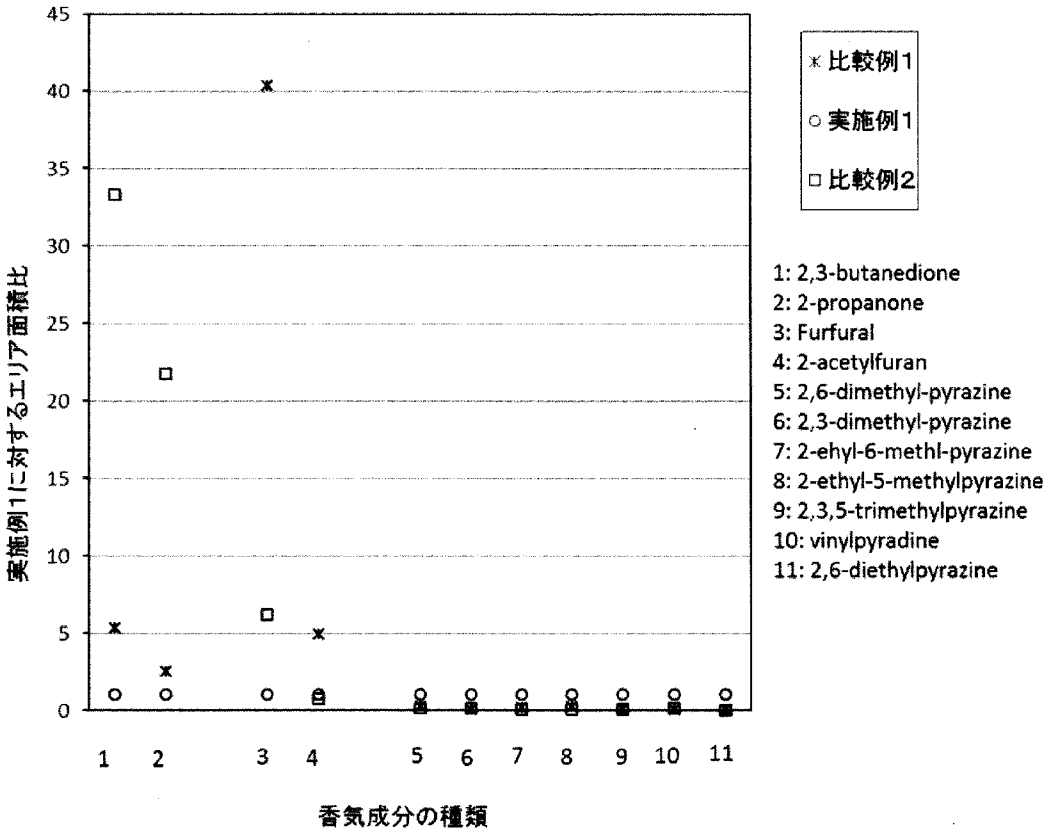
[請求項4] 前記加熱する工程の前に、葉たばこを抽出してたばこ残渣を得る工程を含む、請求項１～３のいずれか一項に記載のたばこ材料の製造方法。

[請求項5] 前記加熱する工程の後に、たばこ残渣の水分含有量が５～１５重量％となるように、乾燥させる工程を含む、請求項１～４のいずれか一項に記載のたばこ材料の製造方法。

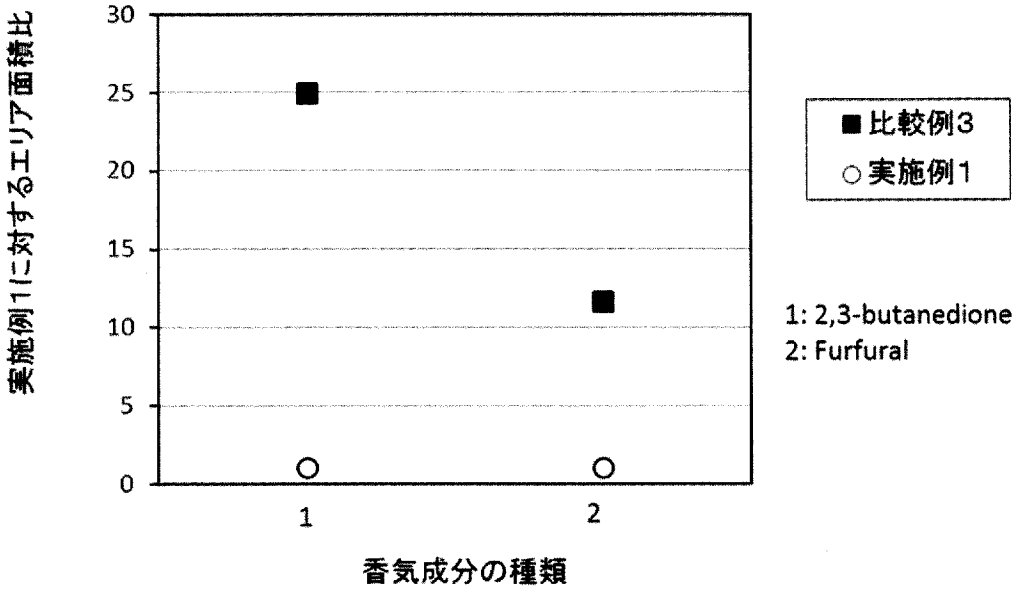
[請求項6] 請求項１～５のいずれか一項に記載のたばこ材料の製造方法によって得られたたばこ材料を含む、喫煙物品。

[請求項7] 電気加熱型香味吸引器である、請求項６に記載の喫煙物品。

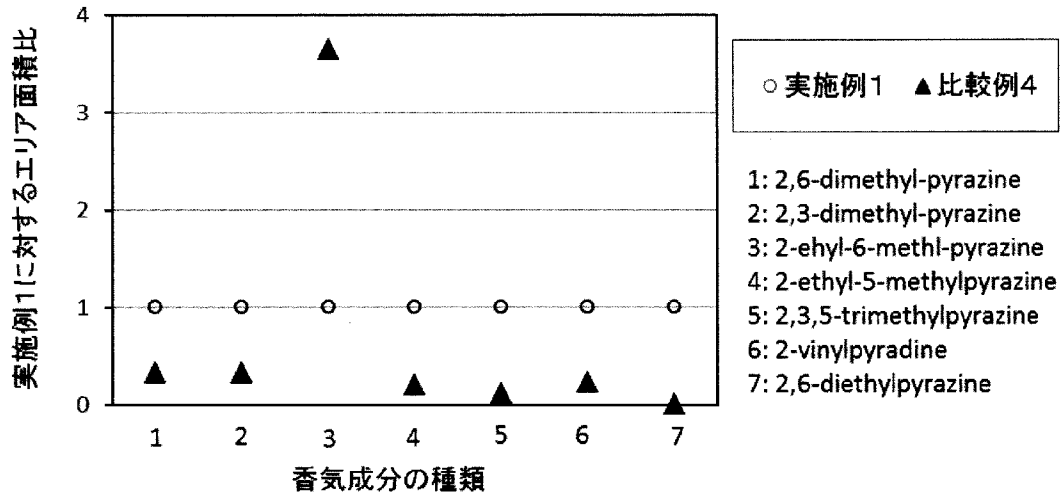
[図1]


実施例1に対するエリア面積比
45
40
35
30
25
20
15
10
5
0
1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11
香気成分の種類
比較例1
実施例1
比較例2
1: 2,3-butanedione
2: 2-propanone
3: Furfural
4: 2-acetylfuran
5: 2,6-dimethyl-pyrazine
6: 2,3-dimethyl-pyrazine
7: 2-ehyl-6-methl-pyrazine
8: 2-ethyl-5-methylpyrazine
9: 2,3,5-trimethylpyrazine
10: vinylpyradine
11: 2,6-diethylpyrazine

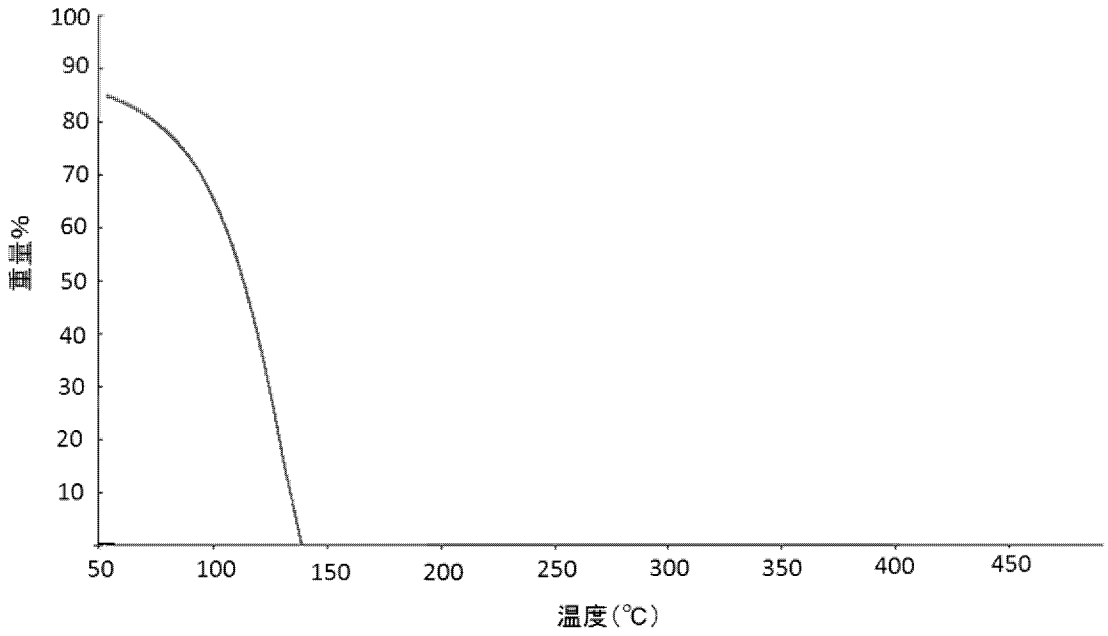
[図2]


実施例1に対するエリア面積比
30
25
20
15
10
5
0
1 2
香気成分の種類
比較例3
実施例1
1: 2,3-butanedione
2: Furfural

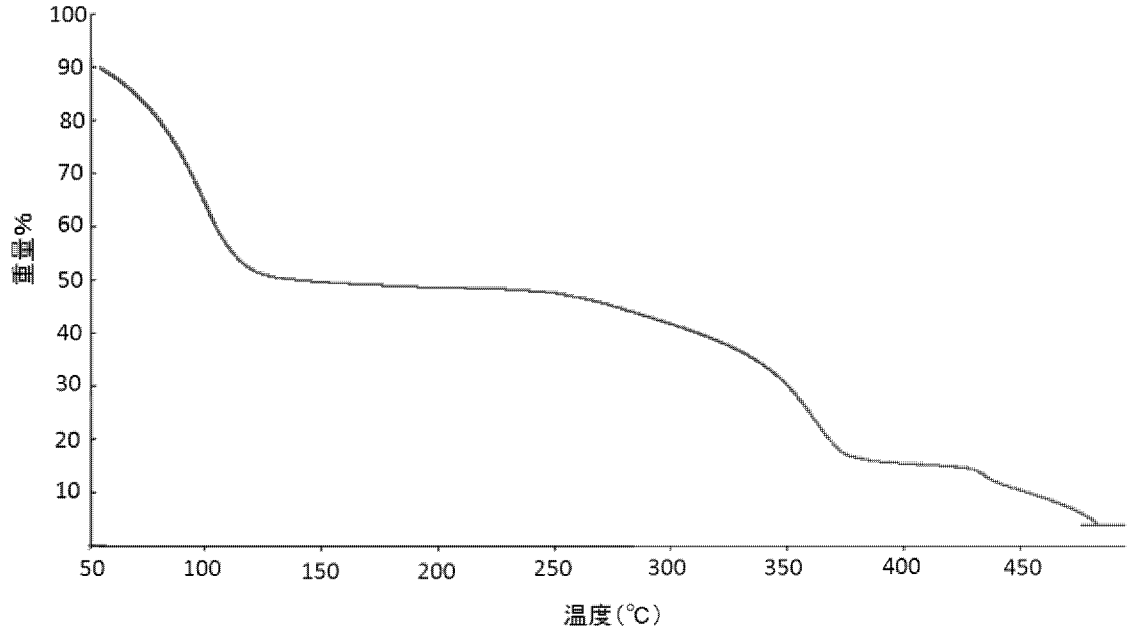
[図3]


実施例1に対するエリア面積比
4
3
2
1
0
1
2
3
4
5
6
7
香気成分の種類
○実施例1 ▲比較例4
1: 2,6-dimethyl-pyrazine
2: 2,3-dimethyl-pyrazine
3: 2-ehyl-6-methl-pyrazine
4: 2-ethyl-5-methylpyrazine
5: 2,3,5-trimethylpyrazine
6: 2-vinylpyradine
7: 2,6-diethylpyrazine

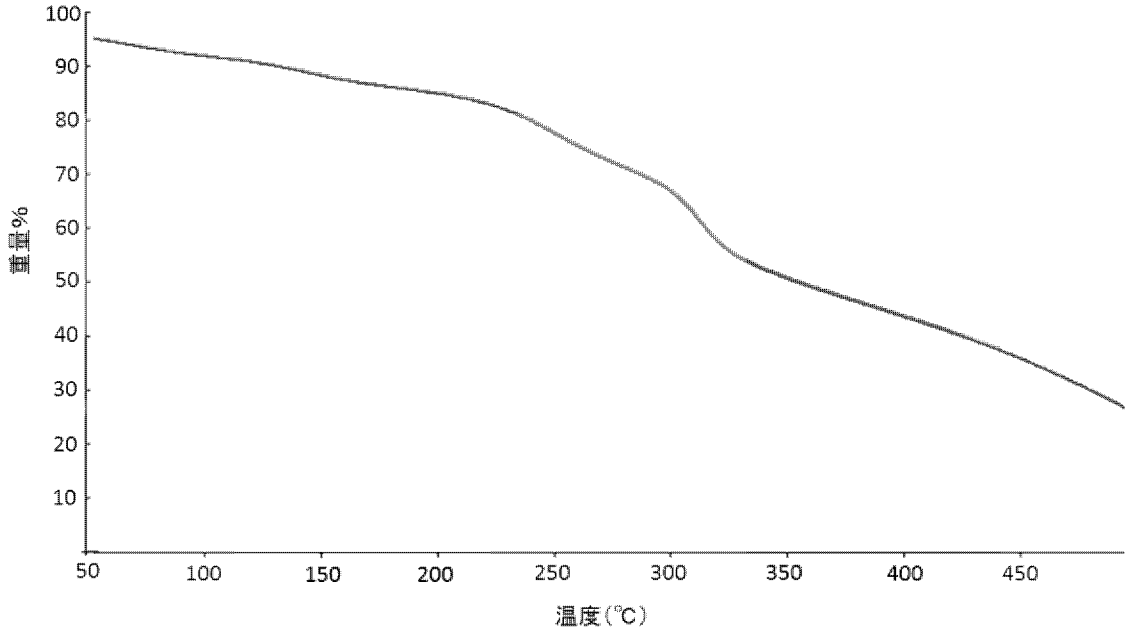
[図4A]


重量%
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
50
100
150
200
250
300
350
400
450
温度(℃)

[図4B]


100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
重量%
50
100
150
200
250
300
350
400
450
温度(℃)

[図4C]


100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
重量%
50
100
150
200
250
300
350
400
450
温度(℃)

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/046334

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int. Cl. A24B15/42(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int. Cl. A24B15/00-15/42

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018
Registered utility model specifications of Japan 1996-2018
Published registered utility model applications of Japan 1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 6499489 B1 (R. J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY) 31 December 2002, column 3, line 26 to column 14, line 37 (Family: none)	1-7
Y	JP 62-18156 B2 (JAPAN TOBACCO INC.) 21 April 1987, column 4, line 28 to column 6, line 17, column 9, line 26 to column 10, line 20 (Family: none)	1-7
Y	JP 53-18598 B2 (JAPAN TOBACCO AND SALT PUBLIC CORPORATION) 15 June 1978, column 7, lines 15-24 (Family: none)	1-7
Y	JP 56-5155 B2 (JAPAN TOBACCO AND SALT PUBLIC CORPORATION) 03 February 1981, column 6, lines 19-23 (Family: none)	1-7

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
13.03.2018	20.03.2018
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/046334

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2009-261314 A (JAPAN TOBACCO INC.) 12 November 2009, paragraphs [0009], [0010] (Family: none)	4-7
Y	JP 46-12954 B1 (CAROL, Robert G.) 03 April 1971, column 2, lines 19-22, column 5, lines 12-20 (Family: none)	5-7
A	JP 47-10040 B1 (JAPAN TOBACCO AND SALT PUBLIC CORPORATION) 25 March 1972, entire text, all drawings (Family: none)	1-7

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１７／０４６３３４

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　A24B15/42(2006.01)i

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　A24B15/00-15/42

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１８年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１８年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１８年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y	US 6499489 B1 (R. J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY) 2002.12.31, 第3欄第26行-第14欄第37行 (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 62-18156 B2 (日本たばこ産業株式会社) 1987.04.21, 第4欄第28行-第6欄第17行, 第9欄第26行-第10欄第20行 (ファミリーなし)	1-7

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　　☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
１３．０３．２０１８	２０．０３．２０１８

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　３Ｌ　９３３２
礒部　賢
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３３３７

C（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
Y	JP 53-18598 B2（日本専売公社） 1978.06.15, 第7欄第15-24行 (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 56-5155 B2（日本専売公社） 1981.02.03, 第6欄第19-23行 (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 2009-261314 A（日本たばこ産業株式会社） 2009.11.12, 段落[0009]-[0010] (ファミリーなし)	4-7
Y	JP 46-12954 B1（ロバート・ジョージ・キヤロル） 1971.04.03, 第2欄第19-22行,第5欄第12-20行 （ファミリーなし）	5-7
A	JP 47-10040 B1（日本専売公社） 1972.03.25, 全文, 図面 (ファミリーなし)	1-7