



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106263013 A

(43)申请公布日 2017.01.04

(21)申请号 201611028924.8

(22)申请日 2016.11.22

(71)申请人 河南中烟工业有限责任公司

地址 450000 河南省郑州市郑东新区榆林  
南路16号

申请人 中国烟草总公司郑州烟草研究院

(72)发明人 张东豫 徐秀娟 杨伟平 袁岐山

霍现宽 朱琦 屈展 张文娟

姬凌波 何保江 胡军

(74)专利代理机构 郑州联科专利事务所(普通

合伙) 41104

代理人 时立新

(51)Int.Cl.

A24B 15/24(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种高香气烟草提取物及其应用

(57)摘要

本发明属于电子烟烟液技术领域,具体涉及一种高香气烟草提取物及其应用。该提取物通过加热烘烤、低温提取、超滤膜过滤、分子蒸馏等步骤制备而成。本申请通过烘烤程序的增加,较好地增加了致香物浓度;而低温萃取技术的采用,较好保持了烟草原有的香气特征,同时更好保护了热敏性物质;进一步地,膜分离-分子蒸馏工艺的采用,使得致香物得到了较好富集,同时较好去除了烟草提取物中的糖类、蛋白质、树脂等大分子物质及长链脂肪烃等高沸点物质。在电子烟烟液中适量添加本申请所提供的高香气烟草提取物后,可使电子烟的烟香浓郁,没有焦糊味,且余味和谐调性好,香气透发性好,表现出较好地应用效果,具备较好的推广应用前景。

1. 一种高香气烟草提取物的制备方法,其特征在于,具体包括如下步骤:

(1)按烟草原料质量5~20%的比例,均匀喷施丙二醇,密封放置6~12h后,80~140℃条件下烘烤0.5~1.5 h;

(2)将步骤(1)中烘烤结束后物料进行粉碎,加入提取液进行低温提取;提取结束后从混合物中分离获得浸提液;

所述提取液为乙醇;

所述低温提取,浸提温度为-20~40℃,浸提时间为3~12 h;

(3)将步骤(2)中所得浸提液进行超滤膜过滤,收集透过液;所述超滤膜过滤参数为:5~10 kD;

(4)将步骤(3)中所收集的透过液进行减压浓缩,再将所得组分进行分子蒸馏,并收集轻组分;

所述分子蒸馏,分子蒸馏时,压力设置为0.01~0.1mbar,蒸馏温度设置为室温~40℃。

2. 如权利要求1所述高香气烟草提取物的制备方法,其特征在于,步骤(1)中,丙二醇喷施量为烟草质量的5%,密封放置6h后,加热至120℃烘烤0.5 h。

3. 如权利要求1所述高香气烟草提取物的制备方法,其特征在于,步骤(4)中,分子蒸馏时,压力设置为0.01 mbar,蒸馏温度为25℃。

4. 利用权利要求1~3任一项高香气烟草提取物的制备方法所制备的高香气烟草提取物。

5. 利用权利要求4所述高香气烟草提取物所制备的电子烟烟液,其特征在于,高香气烟草提取物的质量百分比为1~5%。

## 一种高香气烟草提取物及其应用

### 技术领域

[0001] 本发明属于电子烟烟液技术领域,具体涉及一种高香气烟草提取物及其应用。

### 背景技术

[0002] 电子烟是一种通过加热方式向呼吸系统传送尼古丁的电子装置,在吸食时可以产生一种类似传统吸烟方式的“吞云吐雾”的感觉。与传统卷烟相比,由于电子烟不经过燃烧,不含焦油、CO、氢氰酸等有害成分,不会产生二手烟且不产生烟灰和烟蒂,因而近年来作为传统卷烟的替代品,在欧美等国家快速发展。

[0003] 现有技术中,电子烟吸食时所用电子烟烟液主要以丙二醇和甘油为溶剂,为了改善口味辅以各种香精,如咖啡、薄荷、草莓等,目前水果口味的居多,而烟草口味较少。烟草口味电子烟需要添加烟草提取物以提供烟草香,而市售的烟草提取物多以不同浓度的乙醇为溶剂,通过加热提取,提取液再经减压浓缩制备浸膏,但其在电子烟中使用时烟香一般较弱,有一定生青气。

[0004] 在烟草提取物的制备方面,常见的提取方法有溶剂提取法、水蒸气蒸馏、超临界萃取等。例如:郑赛晶等采用超临界萃取方法,以烟梗为原料,在120℃、20 MPa压力条件下,制备萃取物并将其应用于电子烟中(烟草科技,2016,7,51-59);CN104450186A中,采用超声波粉碎机对样品进行处理后,在40~55℃、15~25 MPa压力条件下,采用超临界萃取技术制备了烟草本香物质;CN102349699A和CN102813278A中,均采用溶剂提取法,高温加热下制备提取物;CN104705777A公开了一种含天然复配物的电子烟烟液,其中烟草提取物以60~90%的乙醇为提取溶剂,在80~110℃条件下采用ASE方法制备

综合上述提取方法可以看出,加热状态下提取烟草内容物时,有助于提高提取率,但是较高的提取温度又会对热敏性、易氧化物质造成破坏,且在此条件下制备的烟草提取物中由于含有较大极性的高沸点难挥发物质,而这类物质在电子烟的加热温度下无法有效雾化,最终残留在电加热丝上,产生焦糊味,进而影响电子烟的产品品质。因而极有必要对烟草提取物的制备方法进行进一步地改进。

### 发明内容

[0005] 本发明目的在于通过对烟草提取物制备方法的改进,提供一种低温制备的高香气烟草提取物,从而一定程度克服现有烟草提取物香气淡、高沸点物质含量较多的缺陷。

[0006] 本发明所采取的技术方案如下所述。

[0007] 一种高香气烟草提取物,通过如下步骤制备而成:

(1)按烟草原料质量的5~20%的比例,均匀喷施丙二醇,密封放置6~12h使烟叶充分吸收,然后80~140℃条件下烘烤0.5~1.5 h;

(2)将步骤(1)中烘烤结束后物料进行粉碎,加入提取液进行低温提取;提取结束后混合物中分离获得浸提液;

分离获得浸提液时,具体可采用过滤分离或离心分离方式;

所述提取液为乙醇,优选为95%乙醇或无水乙醇;提取时料液质量比为1:6~10(即,以质量比计,烟草原料:提取液=1:6~10);

所述低温提取,浸提温度为-20~40℃,浸提时间为3~12 h;

(3)将步骤(2)中所得浸提液进行超滤膜过滤,收集透过液;所述超滤膜过滤参数为:5~10 kD;

(4)将步骤(3)中所收集的透过液进行减压浓缩至无低沸点溶剂为止,再将所得组分进行分子蒸馏,并收集轻组分,即为高香气烟草提取物;

所述分子蒸馏,目的在于进行二次分离,分子蒸馏时,压力设置为0.01~0.1mbar,蒸馏温度设置为室温~40℃,所述室温为18~30℃。

[0008] 所述高香气烟草提取物的制备方法,具体包括如下步骤:

(1)按烟草原料质量的5~20%的比例,均匀喷施丙二醇,密封放置6~12h使烟叶充分吸收,然后80~140℃条件下烘烤0.5~1.5 h;

(2)将步骤(1)中烘烤结束后物料进行粉碎,加入提取液进行低温提取;提取结束后混合物中分离获得浸提液;

分离获得浸提液时,具体可采用过滤分离或离心分离方式;

所述提取液为乙醇,优选为95%乙醇或无水乙醇;提取时料液质量比为1:6~10(即,以质量比计,烟草原料:提取液=1:6~10);

所述低温提取,浸提温度为-20~40℃,浸提时间为3~12 h;

(3)将步骤(2)中所得浸提液进行超滤膜过滤,收集透过液;所述超滤膜过滤参数为:5~10 kD;

(4)将步骤(3)中所收集的透过液进行减压浓缩至无溶液为止,再将所得组分进行分子蒸馏,并收集轻组分,即为高香气烟草提取物;

所述分子蒸馏,目的在于进行二次分离,分子蒸馏时,压力设置为0.01~0.1mbar,蒸馏温度设置为室温~40℃,所述室温为18~30℃。

[0009] 利用所述高香气烟草提取物所制备的电子烟烟液,在电子烟烟液中,高香气烟草提取物的质量百分比为1~5%;换言之,所述高香气烟草提取物在电子烟烟液中的应用,其在电子烟烟液中的添加质量比例为1~5%;具体使用时,所述高香气烟草提取物可单独使用,也可与其它香料混合调配成香精后再应用。

[0010] 本申请的主要技术思路为:首先通过烘烤工艺对烟草原料进行预处理,旨在促使其发生美拉德反应,从而提高烟香;而为了避免烘烤过程中烘烤温度过高导致烟叶焦糊发黑,带来不良气息,因此烘烤前在烟草原料表面喷施有丙二醇,从而避免烘烤温度过高;在采用超滤膜对提取液分离后,可较好去除提取物中的多糖等大分子物质,从而避免大分子物质在电子烟吸食时粘附于加热丝的潜在威胁;最后通过分子蒸馏进行二次分离,旨在去除提取物中的高沸点难挥发物质,富集易挥发致香物质,从而较好提高其香气效果,同时进一步减少高沸点物质粘附电子烟加热丝的可能性。

[0011] 从上述技术原理描述可以看出,本发明的主要技术优势体现在如下几个方面:

1、在烘烤时,烟草自身的还原糖与含氮化合物发生Maillard反应,产生了吡喃酮、呋喃酮等物质,在降低还原糖含量的同时(高含量还原糖易于导致抽吸时产生焦糊味,同时也有可能产生其他有害物质),提高了烘烤香;

2、采用膜分离-分子蒸馏双重分离工艺,有效去除了糖类、蛋白质等大分子物质,以及高沸点物质,而烟草特征致香成分,如巨豆三烯酮、二氢大马酮、新植二烯、苯甲醇、苯乙醇、法尼基丙酮等的含量得到有效提高;

3、初步应用实验表明,本发明所提供的高香气烟草提取物,其烘烤香和烟草本香浓郁,透发性好,口感干净舒适。

[0012] 总体而言,本申请通过烘烤程序的增加,利用美拉德反应提高了烟香,即,较好地增加了致香物浓度;而低温萃取技术的采用,较好保持了烟草原有的香气特征,同时更好保护了热敏性物质;进一步地,膜分离-分子蒸馏工艺的采用,使得致香物得到了较好富集,同时较好去除了烟草提取物中的糖类、蛋白质、树脂等大分子物质及长链脂肪烃等高沸点物质。在电子烟烟液中适量添加本申请所提供的高香气烟草提取物后,可使电子烟的烟香浓郁,没有焦糊味,且余味和谐调性好,香气透发性好,表现出较好地应用效果,具备较好的推广应用前景。

### 具体实施方式

[0013] 下面结合实施例对本申请做进一步的解释说明,在介绍具体实施例前,就下述实施例中涉及部分物料及实验设备情况简要介绍说明如下。

[0014] 实验物料:

烟草原料为:平顶山B<sub>3</sub>F,2015年,由河南中烟工业有限责任公司提供;

实验设备:

KDL 5分子蒸馏仪,德国UIC;

890GC-8975MS气质联用色谱仪,美国Agilent公司;

SY-III-A型实验用烟草处理机,河南富邦实业有限公司;

小型切向膜分离系统,5、8和10 kD的Polyethersulfone超滤膜(50 cm<sup>2</sup>),美国Millipore;

低温冷却循环泵DLSB-5/20,巩义市予华仪器有限公司。

[0015] 实施例1

本申请所提供的高香气烟草提取物,通过如下步骤制备而成:

(1)取1 kg烤烟原料,将其置于烟草处理机中,按烟草原料质量10%的比例,均匀喷施丙二醇,密封放置12 h使其充分吸收;然后加热至80 °C烘烤1.5 h;

(2)将步骤(1)中烘烤结束后物料进行粉碎,加入提取液进行低温提取;提取结束后混合物中分离获得浸提液;

分离获得浸提液时,具体采用400目滤布滤出浸提液;

所述提取液采用95%乙醇;提取时料液质量比为1:10(即,以质量比计,烟草原料:提取液=1:10);

所述低温提取,浸提温度为-20 °C,浸提时间为12 h;

为确保浸提充分,上述过滤所得滤渣重复浸提一次(参数同上),最后合并浸提液;

(3)将步骤(2)中所得浸提液进行超滤膜过滤,收集透过液;所述超滤膜过滤参数为:5 kD;

(4)将步骤(3)中所收集的透过液进行减压浓缩至无低沸点溶剂为止,再将所得组分进

行分子蒸馏,并收集轻组分,即为高香气烟草提取物;

所述分子蒸馏,目的在于进行二次分离,分子蒸馏时,压力设置为0.1mbar,蒸馏温度设置为40℃。

[0016] 应用本实施例高香气烟草提取物所制备的电子烟烟液,其以丙二醇为溶剂,将高香气烟草提取物稀释至质量浓度为1%后即可直接使用(即,电子烟烟液中,高香气烟草提取物的质量含量为1%)

#### 实施例2

本实施例所提供的高香气烟草提取物,其制备方法同实施例1,仅调整部分参数如下:

步骤(1)中,丙二醇喷施量为烟草质量的5%,密封放置6h后,加热至120℃烘烤0.5 h;

步骤(2)中,料液比为1:10,提取温度为40℃,提取时间3 h,提取两次;

步骤(3)中,超滤膜过滤参数为:10 kD;

步骤(4)中,分子蒸馏时,压力设置为0.01 mbar,蒸馏温度为20℃。

[0017] 应用本实施例高香气烟草提取物所制备的电子烟烟液,其以丙二醇为溶剂,将高香气烟草提取物稀释至质量浓度为5%后即可直接使用。

#### [0018] 实施例3

本实施例所提供的高香气烟草提取物,其制备方法同实施例1,仅调整部分参数如下:

步骤(1)中,丙二醇喷施量为烟草质量的20%,密封放置8h后,加热至140℃烘烤1 h;

步骤(2)中,料液比为1:8,提取温度为20℃,提取时间6 h,提取两次;

步骤(3)中,超滤膜过滤参数为:8 kD;

步骤(4)中,分子蒸馏时,压力设置为0.05mbar,蒸馏温度为30℃。

[0019] 应用本实施例高香气烟草提取物所制备的电子烟烟液,其以丙二醇为溶剂,将高香气烟草提取物稀释至质量浓度为3%后即可直接使用。

#### [0020] 对比例

为表明本发明所提供高香气烟草提取物的技术效果,发明人以常规加热提取法制备了烟草提取物,具体提取过程如下:

取1 kg烤烟原料,采用溶剂浸提法进行提取,溶剂为95%乙醇,料液比为1:10,加热回流提取12 h,提取两次;

提取结束后,用400目滤布滤出浸提液,浸提液减压浓缩至无溶剂为止,得到烟草浸膏;

向浸膏中加入10倍质量的95%乙醇,充分溶解后,将该溶液置于冰箱中(-5℃)冷冻20 h,待不溶物充分析出后,抽滤滤液减压浓缩至无溶剂为止,得到烟草净油。

[0021] 应用该对比例所提供烟草净油所制备的电子烟烟液,其以丙二醇为溶剂,将烟草净油稀释至质量浓度为1%后即可直接使用。

#### [0022] 实验检测

##### 感官评价

将实施例1~3和对比例所提供的电子烟烟液,分别灌注到电子烟烟弹中,由专业评吸人员进行实际吸食,并对其进行感官评价,评价结果如下表所示:

| 样品   | 烟草香 | 甜腻 | 余味 | 谐调 | 满足感 | 烟雾量 | 总分 |
|------|-----|----|----|----|-----|-----|----|
| 对比例  | 2   | 5  | 5  | 5  | 5   | 5   | 37 |
| 实施例1 | 4   | 4  | 6  | 6  | 6   | 6   | 32 |
| 实施例2 | 5   | 6  | 7  | 5  | 7   | 7   | 37 |
| 实施例3 | 3   | 6  | 6  | 7  | 5   | 6   | 33 |

[0023] 感官评价过程中,评价指标包括烟草香、满足感、谐调、甜腻、余味、烟雾量;其中烟草香的最大标度为5分,其他指标的最大标度为10分,各评价指标均以1分为计分单元。

[0024] 从上表评价结果可以看出,与现有技术相比,本发明通过提取技术的改进,在相同用量情况下,本发明所提供的高香气烟草提取物,烟草香有明显提高,余味、谐调性好,口感纯净舒适,且长时间或连续抽吸不会产生焦糊味;而就总体改进吸食口感而言,实施例2的效果较优。

[0025] 还原糖含量

采用行业标准YC/T 159-2002《烟草及烟草制品 水溶性糖的测定 连续流动法》中方法,发明人对烟草提取物中的还原糖含量进行测定,各组样品测定结果如下表所示:

| 样品   | 还原糖含量(%) |
|------|----------|
| 对比例  | 34.82    |
| 实施例1 | 1.1      |
| 实施例2 | 1.86     |
| 实施例3 | 2.03     |

[0026] 从上述对比结果可以看出,现有技术中的常规加热提取法所得烟草提取物的含糖量高达34.82%,而本申请所提供高香气烟草提取物中还原糖的含量大大降低,含量仅为1.1~2.03%。电子烟烟丝的加热温度大约为200℃左右,糖类物质在该温度下无法裂解及雾化,因而会残留在加热丝上,随着抽吸次数的增加产生焦糊味,因而,降低糖类等大分子物质的含量有助于电子烟感官品质的提升。

[0027] 对提取物成分的分析

进一步地,发明人采用GC/MS分别对现有技术与实施例1所制备的高香气烟草提取物进行了成分分析,分析参数设置如下:

色谱柱:DB-5MS毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);进样口温度:250℃;载气:高纯氦气;流速1.0 mL/min;进样量:1 μL;分流比10:1;程序升温:50℃保持2 min,再以5℃/min的升温速率加热到270℃,并保持10 min;

电离方式:EI;离子源温度:230℃;电子能量:70 eV;四级杆温度:150℃;电子倍增器电压:1.89 kV;质量扫描范围33~500 amu;扫描方式:全扫描;溶剂延迟:7.0 min。

[0028] 结果如下表所示:

| 成分                                   | CAS         | 对比例<br>( $\mu\text{g}/\text{mg}$ ) | 实施例 1<br>( $\mu\text{g}/\text{mg}$ ) |
|--------------------------------------|-------------|------------------------------------|--------------------------------------|
| 苯甲醇                                  | 100-51-6    | —                                  | 0.4523                               |
| 苯甲酸苄酯                                | 120-51-4    | —                                  | 0.3614                               |
| 2-乙酰基吡咯                              | 1072-83-9   | —                                  | 0.2643                               |
| 苯乙醇                                  | 0060-12-8   | —                                  | 0.2945                               |
| 2,3-二氢-3,5-二羟基-6-甲基-4-吡喃酮            | 28564-83-2  | —                                  | 0.4750                               |
| 5,6-二氢-2H-吡喃-2-酮                     | 3393-45-1   | —                                  | 1.4151                               |
| 甲基环戊烯醇酮                              | 1120-73-6   | —                                  | 0.1627                               |
| 巨豆三烯酮 A                              | 38818-55-2  | —                                  | 0.1694                               |
| 二氢-3-羟基-4,4-二甲基-2(3H)呋喃酮             | 399-04-2    | 0.0492                             | 0.2465                               |
| 烟碱                                   | 0054-11-5   | 13.3298                            | 45.3069                              |
| 巨豆三烯酮 B                              | 38818-55-2  | 0.3391                             | 0.9509                               |
| 巨豆三烯酮 C                              | 38818-55-2  | 0.0743                             | 0.1305                               |
| 巨豆三烯酮 D                              | 38818-55-2  | 0.3197                             | 0.7838                               |
| 新植二烯                                 | 504-96-1    | 15.0302                            | 14.8728                              |
| 4-羟基- $\beta$ -二氢大马酮                 | 102488-09-5 | 0.1381                             | 0.1811                               |
| 法尼基丙酮                                | 1117-52-8   | 0.2780                             | 0.2823                               |
| 9-羟基-4,7-巨豆二烯-3-酮                    | 34318-21-3  | 0.7335                             | 0.5124                               |
| (3S,5R,6S,7Z,9O)-5,6-环氧-7-巨豆烯-3,9-二醇 | 72777-88-9  | 0.1137                             | 0.0554                               |
| 香叶基丙酮                                | 689-67-8    | 0.1053                             | 0.0329                               |
| 植酮                                   | 502-69-2    | 0.4593                             | 0.3467                               |
| 东莨菪内酯                                | 0092-61-5   | 2.1834                             | 0.7843                               |
| 棕榈酸乙酯                                | 628-97-7    | 0.4355                             | 0.1130                               |
| 亚麻酸甲酯                                | 301-00-8    | 0.6882                             | 0.3468                               |

[0029] 对上表结果进行分析可以看出, 相较对比例, 实施例1所提供的高香气烟草提取物的致香成分含量大大提高, 例如烟碱从13.3298  $\mu\text{g}/\text{mg}$ 提高到45.3069  $\mu\text{g}/\text{mg}$ , 巨豆三烯酮的含量是原来的2.8倍, 这一结果表明, 本申请中通过分子蒸馏等技术手段的采用, 致香物质得到了有效富集。另一方面, 苯甲醇、苯乙醇、5,6-二氢-2H-吡喃-2-酮等在对比例中未检出, 而本申请中这些物质含量较高, 这一结果表明, 烘烤程序的加入, 较好促进了美拉德反应的发生, 促进了新物质的生成。进一步对沸点较高的亚麻酸甲酯、棕榈酸乙酯等物质含量的对比可以发现, 本申请中这些高沸点物质含量有所下降, 因而可较好避免焦糊气味的产生。总体而言, 本申请所提供高香气烟草提取物中, 由于苯甲醇、巨豆三烯酮、新植二烯、5,6-二氢-2H-吡喃-2-酮、4-羟基- $\beta$ -二氢大马酮、香叶基丙酮等致香物质的存在, 及其较为丰富的含量, 因而可较好提高烟香香气, 从而改善电子烟的品质, 表现出了较好的应用效果。