



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113491346 B

(45) 授权公告日 2023.03.31

(21) 申请号 202010264867.3

A24D 3/14 (2006.01)

(22) 申请日 2020.04.07

A24D 3/10 (2006.01)

A24D 3/04 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 113491346 A

(56) 对比文件

CN 110810918 A, 2020.02.21

CN 101128130 A, 2008.02.20

CN 105661545 A, 2016.06.15

US 4889144 A, 1989.12.26

(43) 申请公布日 2021.10.12

(73) 专利权人 云南恩典科技产业发展有限公司

地址 653100 云南省玉溪市高新区东风南路延长线

齐连祥;于才渊;岳响玲.喷雾干燥制备酯型儿茶素微胶囊.辽宁化工.2006,(08),全文.

(72) 发明人 孙绍彬 代进鹏 陈飞 金晶

何勇

审查员 常泽伟

(74) 专利代理机构 曲靖科岚专利代理事务所

(特殊普通合伙) 53202

专利代理师 郑兴平

(51) Int. Cl.

A24D 3/06 (2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种天然生物基质滤棒颗粒及其制法和用途,属于烟草加工技术领域,包括下列质量份数的组分:其中主料包括:烟气增甜剂5-15份、烟气增润剂4-10份、抗氧化抑菌剂2-5份、颗粒成膜剂0-3份、烟气吸附剂1-3份、颗粒结构增强剂0-3份;辅料包括:甜菊糖苷0.005-0.01份、羧甲基纤维素钠0.02-0.05份、乙基纤维素0.005-0.02、聚乙二醇0-0.005份、组合型食品级色素0.005份;本发明通过对颗粒配方进行性能协调和综合优化,考虑烟气释放、吸附以及增香释放等因素,在保证颗粒具有充足吸附性能、降低有害物产生的前提下,提供具有合适的口感、烟气湿度、烟气温度和香气,同时便于生产利于加工的滤棒颗粒。

1. 一种含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

一、制备EGCG微胶囊

利用麦芽糊精,阿拉伯胶和壳聚糖为壁材,EGCG单体为芯材,通过喷雾干燥技术包封形成微胶囊;具体步骤为:

①以EGCG单体为芯材,麦芽糊精,阿拉伯胶和壳聚糖为壁材,去离子水为溶剂,用去离子水将麦芽糊精,阿拉伯胶和壳聚糖混合溶解,形成乳化液;

②将EGCG单体和香精分散在乳化液中,芯材:壁材=1:1~2.5;

③用高速分散均质机均质后,再通过高速搅拌使整个悬浮液保持均匀状态;

④将所述悬浮液引入常规喷雾干燥机进行喷雾干燥,制得EGCG微胶囊产品;

所述均质的压力为0.4MPa;喷雾条件为:进风温度为140~180℃,出风温度为80~120℃,进料速度为1500-3000 ml/h;

二、制备颗粒

①按比例称取除步骤一以外的其他滤棒颗粒原料;

②对天然的增甜剂和增润剂原料进行烘烤,设置烘烤温度为70℃、循环时间为30s、烘烤时间为8h,至含水量低于2-3%;

③将烘烤冷却后的原料投入超微粉碎机进行粉碎,按不同物料的工艺要求,调整引风量及粉碎、分级电机转速,然后将粉碎后的原料投入振动筛料斗里过120目筛进行分筛;

④将称量混合均匀辅料与原料用高速剪切制粒机进行混炼;

⑤将步骤④混合均匀物料中加入20~30份的浓度为45%酒精,通过高速剪切制粒机进行混炼;

⑥将步骤⑤得到的混炼物通过湿法造粒机进行长柱状造粒之后,整粒成为短柱状或者球状而制得;得到的颗粒平均粒径为0.3~0.8mm;

⑦将步骤⑥整粒后的颗粒,用流化床常温风干;

三、颗粒包衣

将1-5份的EGCG单体与1-5份柠檬酸溶于100-150份浓度为0.5%的聚维酮K30酒精溶液中,并通过包衣的方式将EGCG溶液附加在步骤⑥得到的颗粒表面;包衣具体流程:

①、用底喷流化床进行底喷包衣;

②、包衣时为低温或常温,温度不超过50℃;

③、进风风量以至颗粒呈沸腾状为宜;

④、进液量0.5cm³~1.5cm³/s;

⑤、包衣完成后风干3-5min。

含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于烟草加工技术领域,具体涉及一种含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒及其制备方法。

背景技术

[0002] 表没食子儿茶素没食子酸酯(EGCG),是儿茶素中含量最多的功能成分,具有很强的抗氧化活性,医药工业上应用于抗菌、抗衰老等治疗具有较好的效果;在食品工业中EGCG应用与抗氧化、保鲜等产品,日化工业中做特殊功能添加剂等;其在烟草添加剂领域也具有较为宽广的应用前景,可以充分发挥其抗氧化性以及抗菌等特效,并且在实际生产中也出现了较多的将茶叶提取物应用在烟草领域的案例,但针对EGCG而言,由于其特殊的理化性质,在加工和储藏过程中易受到温度、金属离子、酶和PH值等因素的影响,极易发生化学变化,从而改变了其原先的结构和生物活性,降低了其原有的功效,特别是随着烟草增香提质逐渐向烟用辅材前移,行业内要求烟草添加剂,特别是滤棒添加剂要能够保留、弥补卷烟的香气和香味,还应具备减少烟气中自由基、抗菌抑菌等主动的辅助效果。

[0003] 卷烟滤棒颗粒作为滤棒添加剂的重要类型,其在烟气增香提质方面的效果比较突出,特别是一些多孔结构的滤棒颗粒,具有充足吸附性能,能够显著降低烟气有害物,还可以对烟气的口感、烟气湿度、烟气温度和香气进行协调和综合优化。目前很多滤棒颗粒采用天然植物成分进行制备,存在容易滋生微生物等一系列安全卫生方面的隐患,单纯通过常用的消毒灭菌手段会对滤棒颗粒料的基础功效产生不利影响,而将具有抗菌抑菌效果的有效成分添加进滤棒颗粒中,例如前面所述的EGCG,因为固有的不稳定性,效果微乎其微,因此,提供一种基础性能较佳、同时具备一定抗氧化性、抗菌抑菌功效的卷烟滤棒颗粒,对于烟草的增香提质工程具有显著的促进作用。

发明内容

[0004] 为解决现有技术中存在的问题,本发明提供了一种含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒,以及该颗粒的制作方法,通过对颗粒配方以及制备方法进行综合改进,在延续滤棒颗粒的吸附性能、降低有害物等基础性能的前提下,对表没食子儿茶素没食子酸酯(以下简称EGCG)与颗粒中其他组成的结合方式进行优化,最终提供具有合适性能,同时可以有效提高颗粒的卫生安全指标,并且便于生产加工的滤棒颗粒。

[0005] 为实现上述目的,本发明采用以下技术方案:一种含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒,其特征在于,在所述颗粒的基材内均匀分布有利用麦芽糊精、阿拉伯胶和壳聚糖为壁材包封形成的EGCG微胶囊,同时在颗粒表面设置有EGCG单体与热解型材料形成的包衣。

[0006] 一种含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒,按照质量份数计算,包括以下组分:

[0007] A、增甜剂10~26份、B、增润剂10~20份、C、EGCG单体0.1~0.3份、D、多孔淀粉15~25

份、

[0008] E、微晶纤维素 35~47份；F、另外还包括甜菊糖苷0.1~0.2份、柠檬酸3-8份、G、粘结剂：直链淀粉 3~8份、羧甲基纤维素钠0.2-1份、乙基纤维素1~5份、聚乙二醇1000 0.5~2份、聚乙二醇2000 0.1~1.5份、麦芽糊精0.1~0.5份、阿拉伯胶0.02~0.1份、壳聚糖0.2~0.7份。

[0009] 优选的，所述增甜剂包括茯苓粉、罗汉果粉、甘草粉、葛根粉中的任意一种或两种以上的混合物。

[0010] 优选的，所述增润剂包括麦冬粉、乌梅粉中任意一种或两种以上的混合物。

[0011] 所述一种含有表没食子儿茶素没食子酸酯的滤棒颗粒的制备方法，其特征在于，包括以下步骤：

[0012] 一、制备EGCG微胶囊

[0013] 利用麦芽糊精，阿拉伯胶和壳聚糖为壁材，EGCG单体为芯材，通过喷雾干燥技术封装形成微胶囊；具体步骤为：

[0014] ①以EGCG单体为芯材，麦芽糊精，阿拉伯胶和壳聚糖为壁材，去离子水为溶剂，用去离子水将麦芽糊精，阿拉伯胶和壳聚糖混合溶解，形成乳化液；

[0015] ②将EGCG单体和香精分散在乳化液中，芯材：壁材=1:1~2.5；

[0016] ③用高速分散均质机均质后，再通过高速搅拌使整个悬浮液保持均匀状态；

[0017] ④将所述悬浮液引入常规喷雾干燥机进行喷雾干燥，制得EGCG微胶囊产品；

[0018] 所述均质的压力为0.4MPa；喷雾条件为：进风温度为140~180℃，出风温度为80~120℃，进料速度为1500-3000 ml/h。

[0019] 二、制备颗粒

[0020] ①按比例称取除步骤一以外的其他滤棒颗粒原料；

[0021] ②对天然的增甜剂和增润剂原料进行烘烤，设置烘烤温度为70℃、循环时间为30s、烘烤时间为8h，至含水量低于2-3%；

[0022] ③将烘烤冷却后的原料投入超微粉碎机进行粉碎，按不同物料的工艺要求，调整引风量及粉碎、分级电机转速，然后将粉碎后的原料投入振动筛料斗里过120目筛进行分筛；

[0023] ④将称量混合均匀辅料与原料用高速剪切制粒机进行混炼；

[0024] ⑤将步骤④混合均匀物料中加入20~30份的浓度为45%酒精，通过高速剪切制粒机进行混炼；

[0025] ⑥将步骤⑤得到的混炼物通过湿法造粒机进行长柱状造粒之后，整粒成为短柱状或者球状而制得；得到的颗粒平均粒径为0.3~0.8mm。

[0026] ⑦将步骤⑥整粒后的颗粒，用流化床常温风干。

[0027] 三、颗粒包衣

[0028] 将1-5份的EGCG单体与1-5份柠檬酸溶于100-150份浓度为0.5%的聚维酮K30酒精溶液中，并通过包衣的方式将EGCG溶液附加在步骤⑥得到的颗粒表面；包衣具体流程：

[0029] ①、用底喷流化床进行底喷包衣；

[0030] ②、包衣时为低温或常温，温度不超过50℃；

[0031] ③、进风风量以至颗粒呈沸腾状为宜；

[0032] ④、进液量 $0.5\text{cm}^3\sim 1.5\text{cm}^3/\text{s}$ ；

[0033] ⑤、包衣完成后风干3-5min。

[0034] 本发明的原理和有益效果在于：

[0035] ①本发明首先通过热解性壁材制备含有EGCG单体和香精的微胶囊，将其与其他颗粒材料均匀混合制备成颗粒，用于保证EGCG物质在香烟抽吸受热时能够足量稳定释放，混合在烟气中，可对烟草燃烧产生的一些自由基进行一定的清除，少量随烟气进入人体后也能够发挥其自身原有的功效。

[0036] ②本发明还将EGCG单体溶解在酸性稳定环境中后易包衣的形式附着在制备成型的颗粒表面，在颗粒制备完成到使用这段保存时间内，可有效防止颗粒其他原材料滋生细菌和微生物，充分利用EGCG的抗菌抑菌功效，能够保证颗粒的菌落总数不超标，保证了颗粒安全性。

[0037] ③本发明主要由植物原料复合而成，能够有效地丰富卷烟香气，提升卷烟抽吸时的舒适性，颗粒添加到卷烟滤棒丝束中能增加卷烟烟气的甜润感和生津感，降低卷烟烟气刺激性，丰富卷烟香气，使卷烟的抽吸品质得到显著性地提升。

[0038] ④本发明所述颗粒具备多孔结构，在提高吸附性能的同时，更有利于原料中香气物质的释放。

具体实施方式

[0039] 选择几组不同配比的滤棒颗粒成品进行抗菌抑菌性能对比，并按照GB/T 16447-2004国家标准方法对样品卷烟进行气相和自由基的检测，设置对照组为同品牌香烟，不添加本发明所得滤棒颗粒，检测组为在对照组的香烟中分别添加实施例1-3所得滤棒颗粒，检测结果详见表1。

[0040] 所述3个实施例所用的制备方法一致，均按照以下流程进行：

[0041] 首先制备EGCG微胶囊：利用麦芽糊精，阿拉伯胶和壳聚糖为壁材，EGCG单体为芯材，通过喷雾干燥技术包封形成微胶囊；具体步骤为：

[0042] ①将麦芽糊精、阿拉伯胶、壳聚糖用去离子水混合溶解，形成乳化液；

[0043] ②将EGCG单体和香精分散在乳化液中；

[0044] ③用高速分散均质机均质后，再通过高速搅拌使整个悬浮液保持均匀状态；

[0045] ④将所述悬浮液引入常规喷雾干燥机进行喷雾干燥，制得EGCG微胶囊产品；

[0046] 所述均质的压力为0.4MPa；喷雾条件为：进风温度为140~180℃，出风温度为80~120℃，进料速度为1500-3000 ml/h。

[0047] 其次制备滤棒颗粒：

[0048] ①按比例称取除步骤一以外的其他滤棒颗粒原料；

[0049] ②对天然的增甜剂和增润剂原料进行烘烤，设置烘烤温度为70℃、循环时间为30s、烘烤时间为8h，至含水量低于2-3%；

[0050] ③将烘烤冷却后的原料投入超微粉碎机进行粉碎，按不同物料的工艺要求，调整引风量及粉碎、分级电机转速，然后将粉碎后的原料投入振动筛料斗里过120目筛进行分筛；

[0051] ④将称量混合均匀辅料与原料用高速剪切制粒机进行混炼；

[0052] ⑤将步骤④混合均匀物料中加入20~30份的浓度为45%酒精，通过高速剪切制粒机

进行混炼；

[0053] ⑥将步骤⑤得到的混炼物通过湿法造粒机进行长柱状造粒之后，整粒成为短柱状或者球状而制得；得到的颗粒平均粒径为0.3~0.8mm。

[0054] ⑦将步骤⑥整粒后的颗粒，用流化床常温风干。

[0055] 最后进行颗粒包衣：

[0056] 将定量的EGCG单体与柠檬酸溶于浓度为 0.5%的聚维酮K30酒精溶液中，并通过包衣的方式将EGCG溶液附加在步骤⑥得到的颗粒表面；包衣具体流程：

[0057] ①、用底喷流化床进行底喷包衣；

[0058] ②、包衣时为低温或常温，温度不超过50℃；

[0059] ③、进风风量以至颗粒呈沸腾状为宜；

[0060] ④、进液量0.5cm³~1.5cm³/s；

[0061] ⑤、包衣完成后风干3-5min。

[0062] 实施例1

[0063] 所述滤棒颗粒的组分为：茯苓粉20份、麦冬粉15份、EGCG单体0.2份、多孔淀粉20份、微晶纤维素 40份，还有甜菊糖苷0.1份、柠檬酸5份、直链淀粉5份、羧甲基纤维素钠0.5份、乙基纤维素3份、1份聚乙二醇1000、0.8份聚乙二醇2000、麦芽糊精0.3份、阿拉伯胶0.06份、壳聚糖0.4份。

[0064] 实施例2

[0065] 所述滤棒颗粒包括以下组分：葛根粉10份、乌梅粉10份、EGCG单体0.1份、多孔淀粉15份、微晶纤维素 35份，还有甜菊糖苷0.1份、柠檬酸3份、直链淀粉3份、羧甲基纤维素钠0.2份、乙基纤维素1份、0.5份聚乙二醇1000、0.0.1份聚乙二醇2000、麦芽糊精0.1份、阿拉伯胶0.02份、壳聚糖0.2份。

[0066] 实施例3

[0067] 所述滤棒颗粒包括以下组分：甘草粉26份、麦冬粉20份、EGCG单体0.3份、多孔淀粉25份、微晶纤维素 47份，还有甜菊糖苷0.2份、柠檬酸8份、直链淀粉8份、羧甲基纤维素钠1份、乙基纤维素5份、2份聚乙二醇1000、1.5份聚乙二醇2000、麦芽糊精0.5份、阿拉伯胶0.1份、壳聚糖0.7份。

[0068] 颗粒抗菌性检测结果：按照标准的检测规程，对常规的滤棒颗粒和实施例1-3制备的滤棒颗粒进行微生物检测发现，实施例1-3制备的滤棒颗粒中的大肠杆菌和菌落总数增量明显斯奥宇传统的滤棒颗粒，使用 EGCG包衣技术和微胶囊混合制备颗粒技术具备一定的抗菌抑菌功效。

[0069] 表1

[0070] 自由基的检测结果

[0071]

样品	固相自由基 (× 1014spin/支)	气相自由基 (× 1014spin/支)	自由基降低率 (%)	
普通卷烟(某品牌国内烤烟型香烟)	3.126 ± 0.575	16.210 ± 3.212	0	
样品 1 中加入不含 EGCG 的滤棒颗粒	3.158 ± 0.113	16.013 ± 2.856	基本无变化	
样品 1 中加入实施例 1 颗粒	2.018 ± 0.258	12.561 ± 1.152	固相	35.445
			气相	22.511
样品 1 中加入实施例 2 颗粒	2.318 ± 0.112	13.256 ± 2.012	固相	25.848
			气相	18.223
样品 1 中加入实施例 3 颗粒	2.289 ± 0.251	14.012 ± 1.198	固相	26.775
			气相	13.559

[0072] 从表1的中也能够看出,使用 EGCG包衣技术和微胶囊混合制备颗粒技术制备的滤棒颗粒,相比于不使用颗粒和使用普通颗粒的卷烟,在抽吸时对固相和气相自由基的清除效率上升较为明显。