



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114158766 A

(43) 申请公布日 2022.03.11

(21) 申请号 202111578714.7

A24D 1/02 (2006.01)

(22) 申请日 2021.12.22

(71) 申请人 安徽中烟工业有限责任公司

地址 230088 安徽省合肥市高新区黄山路
606号

申请人 中国科学技术大学先进技术研究院

(72) 发明人 周顺 曹芸 邢伟义 胡源

李菁菁 叶道林 王孝峰 张晓宇

李延岩 管明婧 田慧娟

(74) 专利代理机构 安徽省合肥新安专利代理有
限责任公司 34101

代理人 卢敏

(51) Int. Cl.

A24D 1/20 (2020.01)

A24D 1/00 (2020.01)

权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种用于颗粒型加热卷烟的生物可降解固
件材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种用于颗粒型加热卷烟的
生物可降解固件材料及其制备方法,是以PLA、
PVA、PBAT和PBS等生物基聚合物材料作为基底材
料,以甘油改性的黄麻纤维、硅烷偶联剂改性的
竹粉或秸秆粉、碳纤维或碳酸钙晶须等作为耐热
填充材料,加入密炼机中熔融共混,然后热压成
型,从而获得。本发明的固件材料在颗粒型加热
卷烟使用过程中可起到支撑作用,并具有较高的
热稳定性,受热后无明显收缩、热塌陷发生,且其
在加热卷烟主流烟气中不增添有害物质释放,对
烟支感官品质无负面影响。

1. 一种用于颗粒型加热卷烟的生物可降解固件材料,其特征在于:所述生物可降解固件材料的各原料按质量百分比的构成为:

基底材料25~50%,耐热填充材料50%~75%。

2. 如权利要求1所述的生物可降解固件材料,其特征在于:所述的基底材料为PBAT、PBS、PVA和PLA中的至少一种。

3. 如权利要求1所述的生物可降解固件材料,其特征在于:所述的耐热填充材料为甘油改性的黄麻纤维、硅烷偶联剂改性的竹粉或秸秆粉、碳纤维和碳酸钙晶须中的至少一种。

4. 如权利要求3所述的生物可降解固件材料,其特征在于,所述甘油改性的黄麻纤维的制备方法为:

将黄麻纤维剪切至长度不大于3cm,然后放入浓度为10g/L的NaOH溶液中常温浸泡24h,取出冲洗至中性,60℃干燥24h,获得碱处理后黄麻纤维;

将盐酸、甘油和去离子水按照质量百分比1.2%:78.8%:20%搅拌混匀,获得水酸化甘油;

将碱处理后黄麻纤维按照10%的质量浓度加入到所述水酸化甘油中,130℃搅拌回流反应30min,然后稀释、抽滤干燥、80℃烘箱干燥12h,即获得甘油改性的黄麻纤维。

5. 如权利要求3所述的生物可降解固件材料,其特征在于:所述硅烷偶联剂改性的竹粉或秸秆粉的制备方法为:

将竹粉或秸秆粉置于质量浓度为0.1%的 H_2SO_4 溶液中,55℃浸泡1.5h后,洗净、烘干,获得酸处理后材料;

将所述酸处理后材料加入到质量浓度为0.5%的NaOH溶液中,常温浸泡2h后,取出冲洗至中性,80℃干燥4h,获得碱处理后材料;

将硅烷偶联剂和无水乙醇按质量百分比1.5%:98.5%混合均匀,然后加入所述碱处理后材料,常温浸泡4h,取出并60℃干燥24h,即获得硅烷偶联剂改性的竹粉或秸秆粉。

6. 如权利要求2所述的生物可降解固件材料,其特征在于:所述PVA为甘油改性PVA,改性方法是将占PVA质量10%~50%的甘油加入到PVA中,充分浸润后,获得甘油改性PVA。

7. 一种权利要求1~6中任意一项所述生物可降解固件材料的制备方法,其特征在于:按配比称取各原料,加入密炼机中熔融共混,然后热压成型,即获得成品。

8. 一种权利要求1~6中任意一项所述生物可降解固件材料的应用,其特征在于:用于颗粒型加热卷烟中,起到支撑烟支以及耐热的效果。

一种用于颗粒型加热卷烟的生物可降解固件材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于新型烟草制品技术领域,尤其涉及的是一种用于颗粒型加热卷烟的生物可降解固件材料及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着人们经济文化水平的提升,越来越多的人更加注重身体的健康,开发新型的烟草制品势在必行。颗粒型加热卷烟是新型烟草制品的重要形式之一。颗粒型加热卷烟区别于目前市售的加热不燃烧卷烟产品,采用烟草颗粒作为释烟物质,烟雾量充足、释烟连续性好,感官质量优异,配方优化调整空间大。但是如何将烟草颗粒封装在烟支中,在加热与抽吸过程中不产生掉落与吸入是烟支生产关键工艺技术问题。

[0003] 用于阻隔烟草颗粒的固件材料是颗粒型加热卷烟的重要组成部分之一。目前是将耐高温塑料固件作为中间段阻隔材料,但市场上主流的塑料制品是不可降解材料并且耐热性不够好,在加热抽吸过程中会发生软化熔融,不仅不能起到有效的阻隔作用,还会释放异味,严重降低了烟气品质和抽吸体验,使用后丢弃在环境中不易降解,对环境产生污染。

[0004] 因此,研究新型的固件材料具有重要意义。

发明内容

[0005] 本发明的目的在于克服现有技术的不足,提供一种用于颗粒型加热卷烟的生物可降解固件材料及其制备方法,旨在使其在烟支中具有良好的支撑与耐热效果的同时不影响烟支感官品质。

[0006] 本发明为实现目的,采用如下技术方案:

[0007] 本发明用于颗粒型加热卷烟的生物可降解固件材料,其各原料按质量百分比的构成为:

[0008] 基底材料25~50%,耐热填充材料50%~75%。

[0009] 进一步地,所述的基底材料为PBAT(聚己二酸/对苯二甲酸丁二酯)、PBS(聚丁二酸丁二醇酯)、PVA(聚乙烯醇)和PLA(聚乳酸)中的至少一种。

[0010] 进一步地,所述的耐热填充材料为甘油改性的黄麻纤维、硅烷偶联剂改性的竹粉或秸秆粉、碳纤维和碳酸钙晶须中的至少一种。

[0011] 更进一步地,所述甘油改性的黄麻纤维的制备方法为:将黄麻纤维剪切至长度不大于3cm,然后放入浓度为10g/L的NaOH溶液中常温浸泡24h,取出冲洗至中性,60℃干燥24h,获得碱处理后黄麻纤维;将盐酸、甘油和去离子水按照质量分数1.2%:78.8%:20%搅拌均匀,获得水酸化甘油;将碱处理后黄麻纤维按照10%的质量浓度加入到所述水酸化甘油中,130℃搅拌回流反应30min,然后稀释、抽滤干燥、80℃烘箱干燥12h,即获得甘油改性的黄麻纤维。

[0012] 更进一步地,所述硅烷偶联剂改性的竹粉或秸秆粉的制备方法为:将竹粉或秸秆

粉置于质量浓度为0.1%的 H_2SO_4 溶液中,55℃浸泡1.5h后,洗净、烘干,获得酸处理后材料;将所述酸处理后材料加入到质量浓度为0.5%的NaOH溶液中,常温浸泡2h后,取出冲洗至中性,80℃干燥4h,获得碱处理后材料;将硅烷偶联剂(KH550)和无水乙醇按质量百分比1.5%:98.5%混合均匀,然后加入所述碱处理后材料,常温浸泡4h,取出并60℃干燥24h,即获得硅烷偶联剂改性的竹粉或秸秆粉。

[0013] 进一步的,所述PVA为甘油改性PVA,改性方法是将占PVA质量10%~50%的甘油加入到PVA中,充分浸润后,获得甘油改性PVA。

[0014] 本发明所述生物可降解固件材料的制备方法为:按配比称取各原料,加入密炼机中熔融共混,然后热压成型,即获得成品。

[0015] 本发明还公开了上述固件材料的应用,是用于颗粒型加热卷烟中,起到支撑烟支以及耐热的效果。

[0016] 本发明的生物可降解固件材料中:PLA、PVA、PBAT和PBS等均为新兴的生物基聚合物材料,因优良的生物相容性以及可降解性而受到广泛的关注。竹粉与秸秆粉等作为添加型生物基材料,添加进上述聚合物材料中,可有效提高聚合物的耐热性能,制备出可降解的耐高温固件材料。纤维材料因其比表面积较大等原因,可促进PLA、PBS等材料的结晶,从而提升其耐热性能。

[0017] 与已有技术相比,本发明的有益效果体现在:

[0018] 1、本发明的固件材料是使用全生物可降解材料制备的,丢弃在环境中不会造成污染。

[0019] 2、本发明的固件材料在颗粒型加热烟卷使用过程中可起到支撑作用,并具有较高的热稳定性,受热后无明显收缩、热塌陷发生,且其在加热卷烟主流烟气中不增添有害物质释放,对烟支感官品质无负面影响。

[0020] 3、本发明的固件材料制备工艺简单、原料易得,易于工业化生产,且环境友好。

附图说明

[0021] 图1为实施例1中所制备的样品11~15的DSC曲线;

[0022] 图2为实施例1中所制备的样品16~20的DSC曲线;

[0023] 图3为实施例1中所制备的样品11~15的TG与DTG曲线;

[0024] 图4为实施例1中所制备的样为16~20的TG与DTG曲线。

具体实施方式

[0025] 下面对本发明的实施例作详细说明,本实施例在以本发明技术方案为前提下进行实施,给出了详细的实施方式和具体的操作过程,但本发明的保护范围不限于下述的实施例。

[0026] 下述实施例中,所用甘油改性的黄麻纤维的制备方法为:将黄麻纤维剪切至长度不大于3cm,然后放入浓度为10g/L的NaOH溶液中常温浸泡24h,取出冲洗至中性,60℃干燥24h,获得碱处理后黄麻纤维;将盐酸、甘油和去离子水按照质量百分比1.2%:78.8%:20%搅拌混匀,获得水酸化甘油;将碱处理后黄麻纤维按照10%的质量浓度加入到水酸化甘油中,130℃搅拌回流反应30min,然后稀释、抽滤干燥、80℃烘箱干燥12h,即获得甘油改性的

黄麻纤维。

[0027] 下述实施例中,所用硅烷偶联剂改性的竹粉的制备方法为:将竹粉置于质量浓度为0.1%的 H_2SO_4 溶液中,55℃浸泡1.5h后,洗净、烘干,获得酸处理后材料;将酸处理后材料加入到质量浓度为0.5%的NaOH溶液中,常温浸泡2h后,取出冲洗至中性,80℃干燥4h,获得碱处理后材料;将硅烷偶联剂(KH550)和无水乙醇按质量百分比1.5%:98.5%混合均匀,然后加入碱处理后材料,常温浸泡4h,取出并60℃干燥24h,即获得硅烷偶联剂改性的竹粉。

[0028] 下述实施例中,所用甘油改性PVA是将占PVA质量10%~50%的甘油加入到PVA中,充分浸润后,获得甘油改性PVA。

[0029] 实施例1

[0030] 本实施例的固件材料,各原料按质量百分比的构成如表1所示:

[0031] 表1以PVA为基体的固件材料的配方

[0032]

编号	甘油改性 PVA (g)	甘油占 PVA 的 质量百分比 (%)	硅烷偶联剂 改性的竹粉 (g)	甘油改性的 黄麻纤维 (g)	总量 (g)
1	100	50%			100
2	40	50%	60		100
3	50	50%	50		100
4	40	50%		60	100
5	50	50%		50	100
6	100	40%			100
7	40	40%	60		100
8	50	40%	50		100
9	40	40%		60	100
10	50	40%		50	100
11	100	30%			

[0033]

12	40	30%	60		
13	50	30%	50		
14	40	30%		60	
15	50	30%		50	
16	100	20%			100
17	40	20%	60		100
18	50	20%	50		100
19	40	20%		60	100
20	50	20%		50	100
21	100	10%			100
22	40	10%	60		100
23	50	10%	50		100
24	40	10%		60	100
25	50	10%		50	100

[0034] 将本实施例所制备固件材料用于维卡热变形试验机(美特斯工业系统(中国)有限公司),DSC8500(Perkin Elmer,USA),TA Q5000IR thermo-analyzer(TA Instruments Inc.,U.S.),以测试其维卡软化温度、DSC、TG以及DTG,具体方法和结果如下:

[0035] 维卡软化温度测试方法:将样片置于高温硅油传热介质中,采用50°C/h的升温速率升温,放置50N的砝码,测试试样被1mm²针头压入1mm时的温度即为维卡软化点。样片尺寸为10mm×10mm×3mm,叠合层数1层。

[0036] DSC测试方法:将样品磨成粉末在氮气氛下进行测试,升温速率为20°C/min。

[0037] TG及DTG测试方法:将样品磨成粉末在空气氛下进行测试,升温速率为20°C/min,升温至800°C。

[0038] 维卡软化温度测试结果:以PVA为主要基体的固件材料维卡软化温度如表2所示。通过表2可以看出,甘油添加量越多PVA的维卡软化温度就越低,因此筛选出有效的甘油添加比例是平衡PVA耐热复合材料加工性能与耐热性能的关键步骤。通过维卡软化点测试可以看出,当甘油添加量为10%,不同添加量的黄麻纤维与竹粉制备出的复合材料的维卡软化温度几乎都在100°C以上。维卡软化温度最高的为20%的甘油溶胀的PVA与60%的黄麻纤维混合的复合材料。

[0039] 表2 PVA为主要基体的固件材料维卡软化温度

[0040]	编号	维卡软化温度° C	编号	维卡软化温度° C
--------	----	-----------	----	-----------

[0041]	1	/	14	106.1
	2	68.5	15	80.3
	3	68.4	16	52.1
	4	/	17	89.4
	5	88.8	18	88.5
	6	/	19	126.3
	7	81.0	20	72.1
	8	63.7	21	64.1
	9	107.4	22	125.1
	10	87.1	23	94.5
	11	/	24	101.9
	12	98.4	25	126.0
	13	94.7		

[0042] DSC测试结果:以PVA为主要基底的阻隔固件材料,11-15号样品的DSC曲线如图1,16-20号样品的DSC曲线如图2。可以看出所有样品均没有明显的熔融峰以及相转变出现,也没有发生明显的化学反应。说明甘油的存在明显破坏了PVA的结晶性能,使其加工温度下降,从而使得对其填充耐温填料具有了可行性。通过图2可以看出,甘油含量20%的PVA复合材料在105℃出现结晶熔融的现象,这说明仍有部分PVA未被甘油溶胀因此仍存在结晶的PVA,这对PVA的熔融加工性会产生影响,因而导致填料在PVA复合材料中的分散不足。从DSC曲线上还可以看出甘油含量20%的PVA复合材料在160℃左右出现了一定程度的侧基消除以及主链分解。因此甘油含量为30%的PVA复合材料实用性最佳。

[0043] TG及DTG测试结果:以PVA为主要基底的阻隔固件材料,11-15号样品的热重分析结果如图3,16-20号样品的热重分析结果如图4。由于11-15号样品均为甘油含量30%的PVA,在不同甘油含量的PVA复合材料中,平均维卡软化温度较高(94.9℃),且硬度平均较低,平均导热系数最低,维卡软化温度均高于80℃,且是PVA可溶胀甘油的最高比例。因此选择11-15号样品进行热重分析。通过图3可以看出,甘油含量为30%的PVA热分解主要分为四个阶段:失水(室温-100℃),甘油溢出(100-261℃),PVA的侧基消除(261-400℃),PVA的主链分解(400-600℃)。无填料的30%甘油PVA第二阶段失重为33%,峰值失重速率为0.44%/min,第三阶段失重为37%,峰值失重速率为42%/min,第四阶段失重为19%,峰值失重速率为0.28%/min。可以看出随着填料的添加,每个阶段的峰值失重速率温度均有所降低。含填料的PVA复合材料的第二阶段的失重量低于无填料的30%甘油含量PVA。含填料的PVA复合材料的第三、四阶段的峰值失重速率高于无填料的30%甘油含量PVA。

[0044] 16-20号样品均为甘油含量20%的PVA,平均维卡软化温度为94.1℃(除去无填料的16号样品),低于甘油含量为30%PVA的复合材料平均维卡软化温度(94.9℃)。通过图4可

以看出,甘油含量为20%PVA的复合材料分解主要分为两个部分:PVA的侧基消除以及大部分的主链分解(280-400℃)、剩余部分主链分解(450-600℃)。可以看出甘油添加量为20%的PVA复合材料相比较于添加量为30%的PVA复合材料热稳定性要差一些,在400℃之前主链就已经基本分解完全,而无填料的甘油添加量为30%的PVA材料在400℃时仍有19%未分解。

[0045] 通过对DSC的分析,可以证明甘油改性后的PVA具有了相对更低温度的加工性能,而后再通过耐热填料的添加,使其耐热性能有明显提升,维卡软化点的提升意味着所制备材料能够在受热后起到支撑作用,不发生塌陷。对TG与DTG的分析可以证明材料的热稳定性良好,在20%甘油溶胀的PVA,280℃以下只有甘油的挥发溢出,而30%的甘油溶胀PVA则在261℃以下仅有甘油的挥发溢出。

[0046] 以上仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明的保护范围之内。

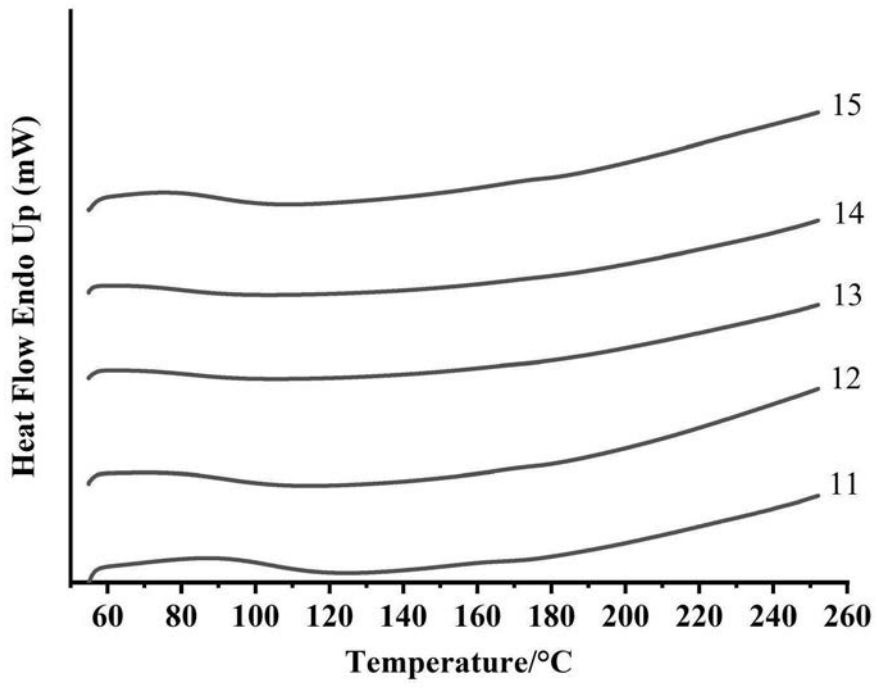


图1

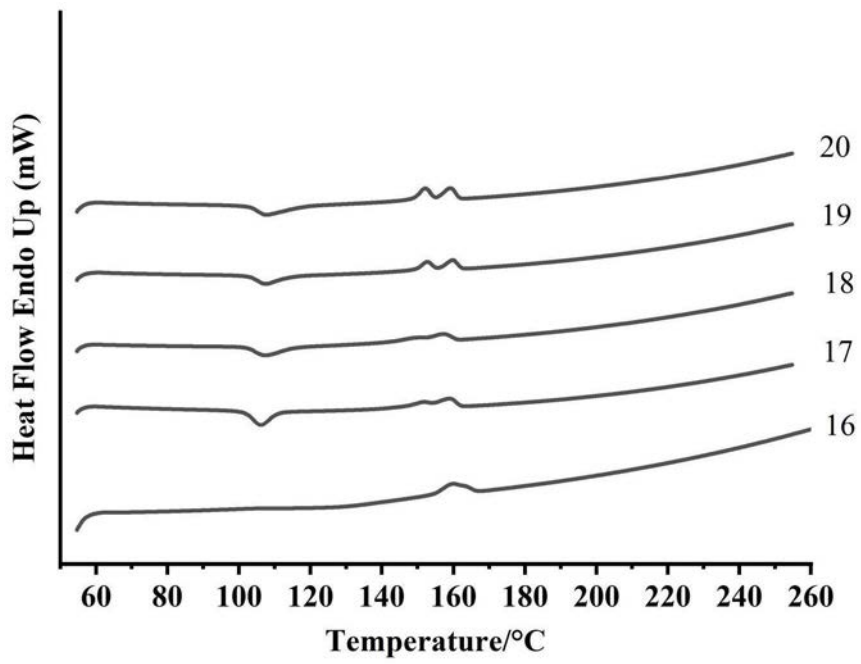


图2

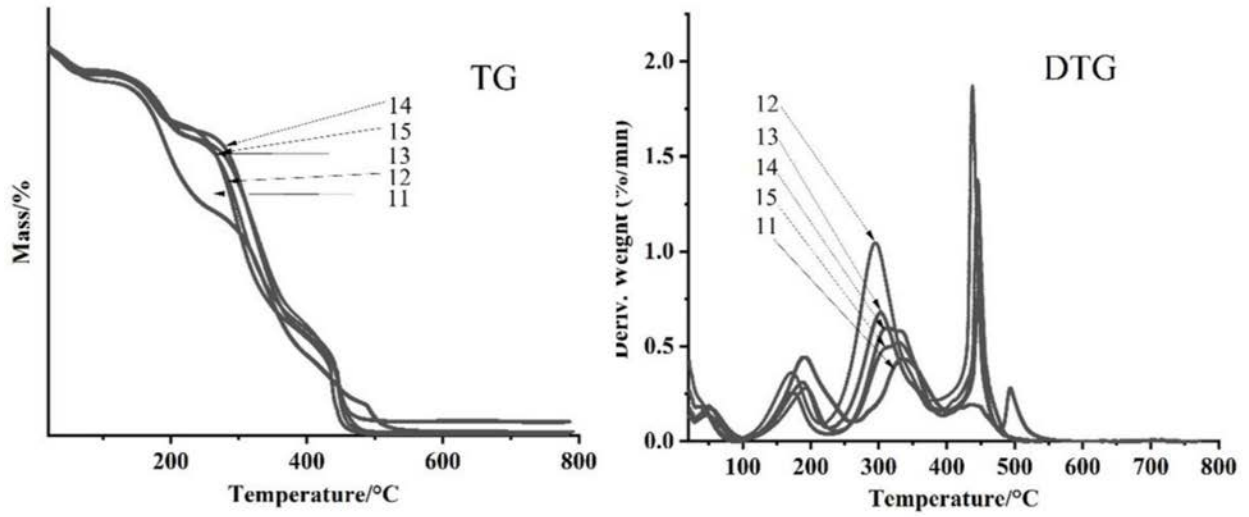


图3

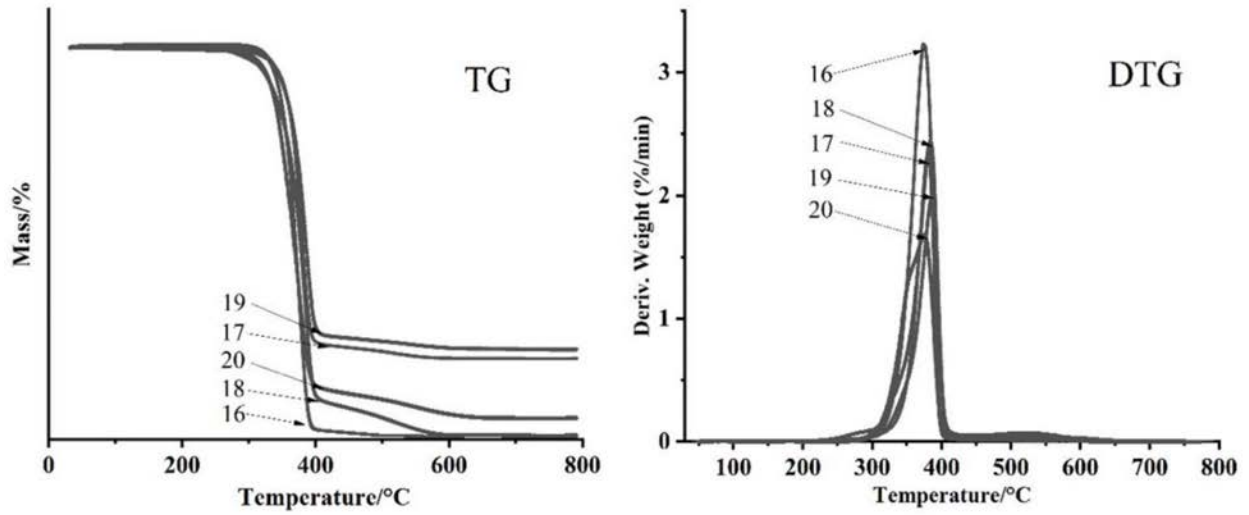


图4