

填料对再造烟叶基片结构及品质的影响

Effects of fillers on structure and sensory quality of reconstituted tobacco sheet

卢昕博¹ 戴 路¹ 史春云¹ 黄 华¹ 杨 君¹
LU Xin-bo¹ DAI Lu¹ SHI Chun-yun¹ HUANG Hua¹ YANG Jun¹
吴志宏² 肖 伟² 陶 丰² 周国俊¹

WU Zhi-hong² XIAO Wei² TAO Feng² ZHOU Guo-jun¹

(1. 浙江中烟工业有限责任公司技术中心, 浙江 杭州 310024; 2. 杭州利群环保纸业, 浙江 杭州 310018)
(1. Technology Center of China Tobacco Zhejiang Industrial Co., Ltd., Hangzhou, Zhejiang 310024, China;
2. Hangzhou Liqun Environment protecting Paper Co., Ltd., Hangzhou, Zhejiang 310018, China)

摘要:对具有不同晶型及粒径分布的进口碳酸钙、硅藻土以及二氧化钛在造纸法再造烟叶中的应用进行了研究,同时对填料的用量进行了优化,探讨了添加填料对再造烟叶基片物理性能的影响,通过扫描电镜仪以及热重分析比较了不同填料再造烟叶基片留着率的差异。研究结果表明:硅藻土和二氧化钛留着率明显高于碳酸钙,且都能提高再造烟叶基片的厚度和松厚度;碳酸钙和硅藻土在 10% 的添加比例时基片抗张强度最高,二氧化钛对基片的抗张强度影响不明显;SEM 图显示基片表面附着的填料量随添加比例的增加而增加,其中碳酸钙填料分布较分散;热重分析得到的不同再造烟叶的重量残留与填料留着率一致;加填硅藻土和二氧化钛再造烟叶的感官品质优于碳酸钙的。

关键词:填料;再造烟叶;物理性能;感官质量

Abstract: In this paper, the application and optimum adding dosage of calcium carbonate, diatomite and titanium dioxide with different crystal form and particle size distribution on reconstituted tobacco sheet were investigated, and the effects of adding dosage on the physical properties of the reconstituted tobacco were discussed. The difference of filler retention on reconstituted tobacco was compared by the SEM and TG. The results showed that: the retention of diatomite and titanium dioxide was obviously higher than calcium carbonate, and the bulk and thickness were improved with diatomite and titanium dioxide; the tensile strength was highest at adding dosage of 10% when calcium carbonate or diatomite was used, and it changed little when titanium dioxide was used; the SEM shows that

the retention of fillers was increasing with the increasing fillers ratio, and the calcium carbonate distribution was dispersed; in the TG analysis, the residual weight of reconstituted tobacco was in accordance with retention of fillers; the sensory quality of reconstituted tobacco of filling diatomite and titanium dioxide was better than filling calcium carbonate.

Keywords: filler; reconstituted tobacco; physical properties; sensory quality

再造烟叶是一种以烟梗、烟末以及碎烟片等烟草原料经加工生产而得到的再生产品。从 20 世纪 50 年代至今,经历了辊压法—稠浆法—造纸法 3 个阶段^[1]。与辊压法和稠浆法相比,造纸法再造烟叶具有较小的密度、较强的填充能力、机械加工性能好、焦油释放量低,可有效提高卷烟内在抽吸品质等优点^[2]。利用造纸方式来抄造再造烟叶技术已经得到广泛的应用^[3-4]。目前造纸法再造烟叶普遍采用的生产工艺是将烟梗、烟末分别用水萃取,得到萃取液^[5]和烟梗烟末浆,烟梗烟末浆经打浆后在抄纸机上抄造成形,萃取液经除杂、浓缩、醇化^[6]等处理按一定比例混合后涂布到再造烟叶片基上,干燥后切片切丝得到再造烟叶。

再造烟叶生产中通常需添加一定比例的填料^[7],可以提高基片灰分含量、降低企业生产成本,更主要的是改善基片的物理结构,进而提高吸收液体性能和改变燃烧状态,最终影响在卷烟中抽吸时的感官品质^[8]。国内外再造烟叶生产企业对如何提高再造烟叶填料的留着率也越来越重视^[9]。碳酸钙已经被广泛应用在造纸行业^[10-12],其中烟草行业三纸一棒中的卷烟纸,其填料碳酸钙的加填量就达到了 35% 以上^[13]。硅藻土应用在再造烟叶^[14]以及处理再造烟叶废水^[15]也有相关报道。此外,有分析^[16]表明与国外再造烟叶

作者简介:卢昕博,女,浙江中烟工业有限责任公司工程师,博士。
通信作者:周国俊(1973—),男,浙江中烟工业有限责任公司研究员,博士。E-mail:Zhougj@zjtobacco.com
收稿日期:2017-04-06

相比,中国再造烟叶纤维素和半纤维素含量要高,而元素 Ca、Ti 含量分别是国外的 2/5 和 1/3。

目前尚未有文献报道碳酸钙、硅藻土、二氧化钛在再造烟叶中应用效果差异的研究。基于此本试验研究了进口碳酸钙、硅藻土以及二氧化钛在再造烟叶上的应用,从基片的物理性能、扫描电镜以及热重分析等方面进行分析,并且分别对不同再造烟叶进行感官分析评价,为再造烟叶品质的提高提供理论依据及技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

烟梗浆、烟末浆及外加纤维:杭州利群环保纸业有限公司;
碳酸钙:杭州谢菲尔考克碳酸钙有限公司;
硅藻土:嵊州华东硅藻土制品有限公司;
二氧化钛:上海江沪钛白化工制品有限公司;
瓜尔胶:再造烟叶专用(食品级),山东东达生物化工有限公司。

1.2 仪器与设备

凯塞法抄片器:RK-3A 型,奥地利 PTI 公司;
厚度仪:ZUS-4 型,长春市小型试验机厂;
抗张强度仪:DCP-KZ(W)300 型,四川长江造纸仪器设备有限责任公司;
马弗炉:RJM 型,沈阳市节能电炉厂;
电子天平:XP205 型,瑞士 Mettler-Toledo 公司;
标准纤维解离器:GBJ-A 型,武汉格莱莫检测设备有限公司;
打浆机:RXM-200B 型,陕西科技大学机械厂;
电热恒温鼓风干燥箱:DH6-907385-3 型,上海新苗医疗器械制造有限公司;
纸张透气度测定仪:JD-102 型,东莞市精鼎仪器设备有限公司;
扫描电镜仪:SEM(HITACHI-S3400N) 型,日本 HITA-CHI 公司;
热重分析仪:Pyris Diamond TG 型,美国 PE 公司;
粒径分析仪:COULTER LS230 型,美国贝克曼库尔特公司。

1.3 方法

1.3.1 基片抄造 再造烟叶烟梗、烟末浆经 750 盘磨,与外加纤维、填料以一定比例混合,用纸页快速成形器抄造定量为 60 g/m² 的手抄片,测定手抄片留着率以及再造烟叶基片抗张强度、厚度、松厚度等物理指标^[17]。

1.3.2 扫描电镜观察及热重分析 采用 HITACHI-S3400N SEM 扫描电镜观察基片表面填料留着情况;使用 Pyris Diamond TG 热重分析仪测定再造烟叶基片热失重变化曲线。

1.3.3 再造烟叶感官评价 取生产中涂布液用实验室涂布机对基片进行涂布、烘箱干燥后得到再造烟叶成品,再造烟叶切丝后卷制成烟支;烟支样品的抽取按照 GB/T 5606.1—2004《卷烟 第 1 部分:抽样》进行;评吸前按照 GB/T 16447—2004 调节评吸试样水分;感官评价打分规则参见造

纸法再造烟叶感官评价方法^[18]。

2 结果与分析

2.1 填料性能参数

本试验所选用的 3 种类型填料分别为进口碳酸钙、硅藻土以及二氧化钛,具体表征及性能参数见图 1 及表 1,图 1 为选用 3 种填料的 SEM 图,表 1 为粒径分布测试结果。

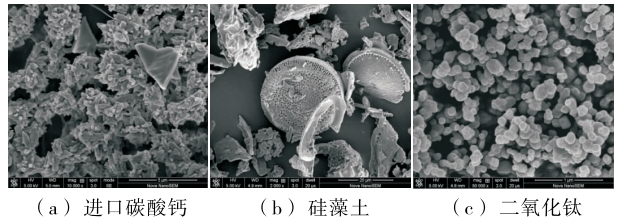


图 1 3 种填料 SEM 图

Figure 1 SEM figures of three fillers

表 1 3 种填料粒径分布[†]

Table 1 Particle size distribution of three fillers μm

填料	D10	D50	D90	表面积平均 粒径 $D(3,2)$	粒径分布
进口碳酸钙	1.714	11.340	36.150	1.418	1.568~43.890
硅藻土	5.021	23.440	46.430	11.970	3.863~63.410
二氧化钛	0.085	0.131	0.470	0.137	0.062~0.545

[†] D10、D50、D90 分别表示样品累计粒度分布数达到 10%, 50%, 90% 时所对应的粒径。

图 1 显示,进口碳酸钙外观具有规则的纺锤形状,纺锤状结晶形状决定了粒子会堆积、交叉在一起,产生搭桥作用,使成纸的结构较疏松,对透气度、不透明度均较有利,通常用在卷烟纸中^[19]。硅藻土在电子显微镜下可以观察到特殊多孔的构造,能使纸张平滑,减少因湿度变化而引起伸缩,可调节燃烧率。二氧化钛为锐钛型钛白粉,单晶由 4 个二氧化钛分子组成,晶格比较大,结合比较疏松,晶格排列具有方向性,可使纸张光泽好,质量轻。

再造烟叶具有燃烧这一特殊性,所选用的填料除了像造纸一样发挥一般的加填作用如降低生产成本、提高纸张不透明度及改善手感外,最主要的是改善再造烟叶的透气度、调节燃烧速度和均匀性等。试验所选 3 种填料具有不同形态,且硅藻土本身具有不同孔隙孔径,粒径分布也不同,相应的在生产过程中对基片留着率以及物理指标都有不同程度的影响。

2.2 填料类型对再造烟叶基片物理性能的影响

2.2.1 对再造烟叶基片留着率的影响 将进口碳酸钙、硅藻土以及二氧化钛作为填料分别以 4.5%, 6.0%, 10.0%, 15.0% 的添加比例进行抄造试验,基片留着率见图 2。

由图 2 可知,碳酸钙、硅藻土和二氧化钛作为填料添加时,可以明显提高再造烟叶基片的定量和留着率,硅藻土留着率最高。硅藻土粒径大,且自身带有孔隙,这样有可能将浆料中的细小纤维结构吸附在孔隙中,提高留着率,大颗粒又在基片中搭桥留着,从而进一步提高留着效果。二氧化钛粒径小,分布均匀,再造烟叶基片表面的小孔隙被二氧化钛

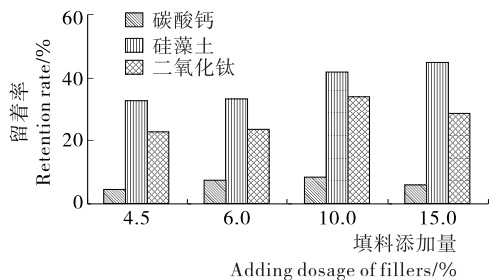


图 2 填料类型对留着率的影响

Figure 2 Effect of filler type on the filler retention of reconstituted tobacco sheet

填充。从填料添加比例趋势来看,碳酸钙和二氧化钛的留着率随着添加比例的增加先增大再减小,在 10% 添加比例达到最大值;硅藻土的留着率随着添加比例的增加而增加,超过 10% 后增幅较小。

2.2.2 对再造烟叶基片抗张强度的影响 由图 3 可知,与碳酸钙相比,添加硅藻土和二氧化钛时再造烟叶基片的抗张强度均下降,说明硅藻土和二氧化钛较高的留着率,使得烟梗烟末以及外加纤维三者之间被部分填料取代,影响了纤维之间的结合力,造成抗张强度均下降。但是不同于纸张需具备一定的强度,再造烟叶的使用需要切丝,一定的柔软性有利于填充在卷烟中,因此只需一定强度即可。从填料添加比例变化趋势来看,碳酸钙和硅藻土在 10% 的添加比例时抗张强度最高。

2.2.3 对再造烟叶基片厚度、松厚度的影响 图 4、5 分别为填料类型对再造烟叶基片厚度及松厚度的影响。与添加碳酸钙相比,添加硅藻土和二氧化钛时都能提高再造烟叶基片的厚度和松厚度。从添加趋势上看,碳酸钙添加量对厚度影响不明显,超过 6% 后,松厚度反而有所下降。随着硅藻土添

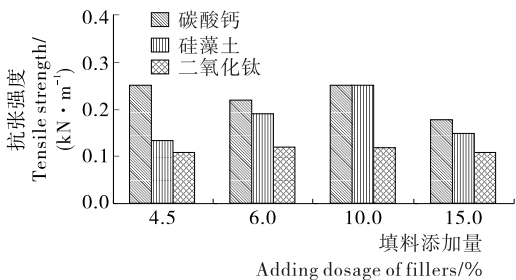


图 3 填料类型对基片抗张强度的影响

Figure 3 Effect of filler type on the tensile strength of reconstituted tobacco sheet

加量的增加,再造烟叶基片的厚度以及松厚度都呈上升趋势,说明硅藻土粒径较大能很好地附着在基片纤维上。二氧化钛添加后厚度也是上升趋势,但不同于硅藻土的留着效果,超过 6% 后厚度变化不明显;松厚度结果显示二氧化钛在 6% 的添加量时达到最高,随后呈下降趋势。

2.3 基片结构的扫描电镜分析

将进口碳酸钙、硅藻土以及二氧化钛分别以 4.5%, 6.0%, 10.0%, 15.0% 的添加比例进行抄造后所得基片放大 3 000 倍的 SEM 图见图 6~8。

图 6~8 显示,不同填料的再造烟叶基片 SEM 图变化趋势与填料留着率的数据一致,硅藻土和二氧化钛作为填料添加时,可以明显提高再造烟叶基片的填料留着效果。对于不同填料类型,随着添加量的提高,基片表面留着的填料也明显增加。由图 6 可知,碳酸钙在再造烟叶基片抄造过程中团聚现象明显,以碳酸钙团聚体的形态留着在再造烟叶基片中,团聚会引起碳酸钙比表面积降低,导致留着效率不高,填料分布不均匀。由图 7 可知,硅藻土在再造烟叶中分布较碳酸钙均匀,硅藻土粒径分布较广且自身带有孔隙,可以更好

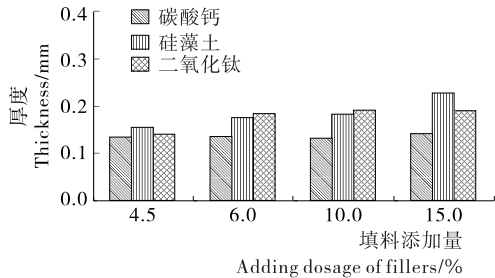


图 4 填料类型对基片厚度的影响

Figure 4 Effect of filler type on the thickness of reconstituted tobacco sheet

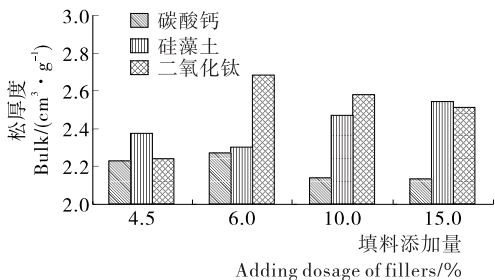
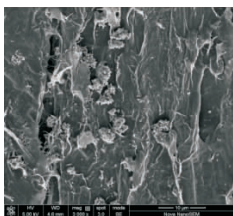
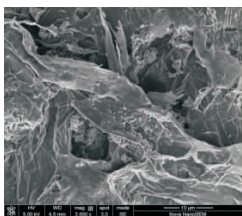


图 5 填料类型对基片松厚度的影响

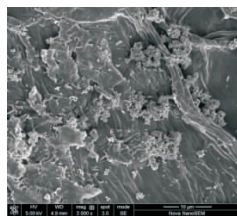
Figure 5 Effect of filler type on the bulk of reconstituted tobacco sheet



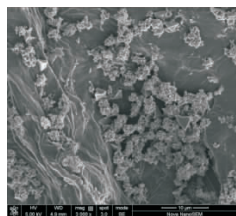
添加比例: 4.5%



添加比例: 6.0%



添加比例: 10.0%



添加比例: 15.0%

图 6 添加碳酸钙基片的 SEM 图

Figure 6 SEM figures of reconstituted tobacco sheet with the filler of calcium carbonate

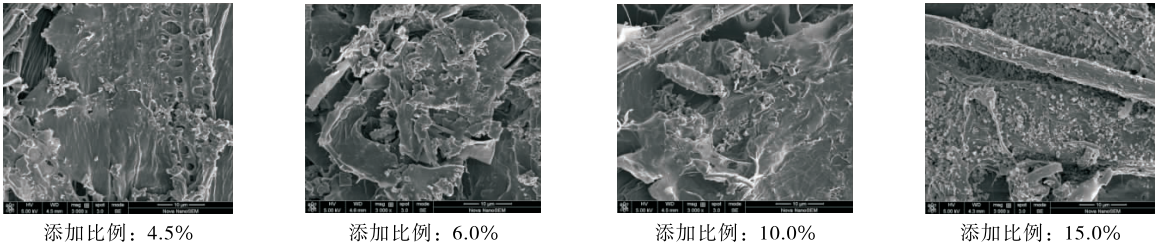


图 7 添加硅藻土基片的 SEM 图

Figure 7 SEM figures of reconstituted tobacco sheet with the filler of diatomite

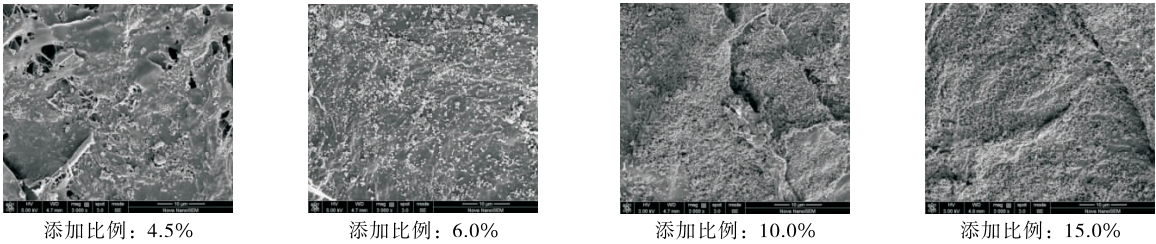


图 8 添加二氧化钛基片的 SEM 图

Figure 8 SEM figures of reconstituted tobacco sheet with the filler of titanium dioxide

地与细小纤维结构结合,而大颗粒在大孔隙中搭桥也可以进一步提高留着效果。图 7 显示,硅藻土在基片中覆盖了大部分孔隙,有研究^[14]表明硅藻土作为助留剂主要通过筛分作用、深度效应及吸附作用 3 种协同作用达到助留的作用。由图 8 可知,二氧化钛由于粒径更小分布相对均匀,添加量为 4.5% 时,由于粒径远小于基片孔隙,因此流失较大;当添加量为 6.0%~15.0% 时,可以非常明显看到二氧化钛留着在基片上。

2.4 基片的热重分析

图 9~11 为 3 种填料不同添加比例下再造烟叶基片的

热重分析 TG 曲线。所有的再造烟叶基片都有明显的两段热失重峰,350 ℃ 和 500 ℃ 左右。350 ℃ 对应纤维素热分解^[20],近 500 ℃ 附近发生了剧烈的氧化反应直至燃烧放热,这一阶段多糖物质如高分子物质木质素等发生热裂解造成失重^[21]。最后碳酸钙基片重量残留基本低于 10% (见图 9),硅藻土基片重量残留都高于 30% (见图 10),而二氧化钛基片重量残留都在 20% 左右,与前面留着率的数据一致,进而验证了硅藻土和二氧化钛作为填料添加要优于碳酸钙,可以明显提高再造烟叶基片的留着率。

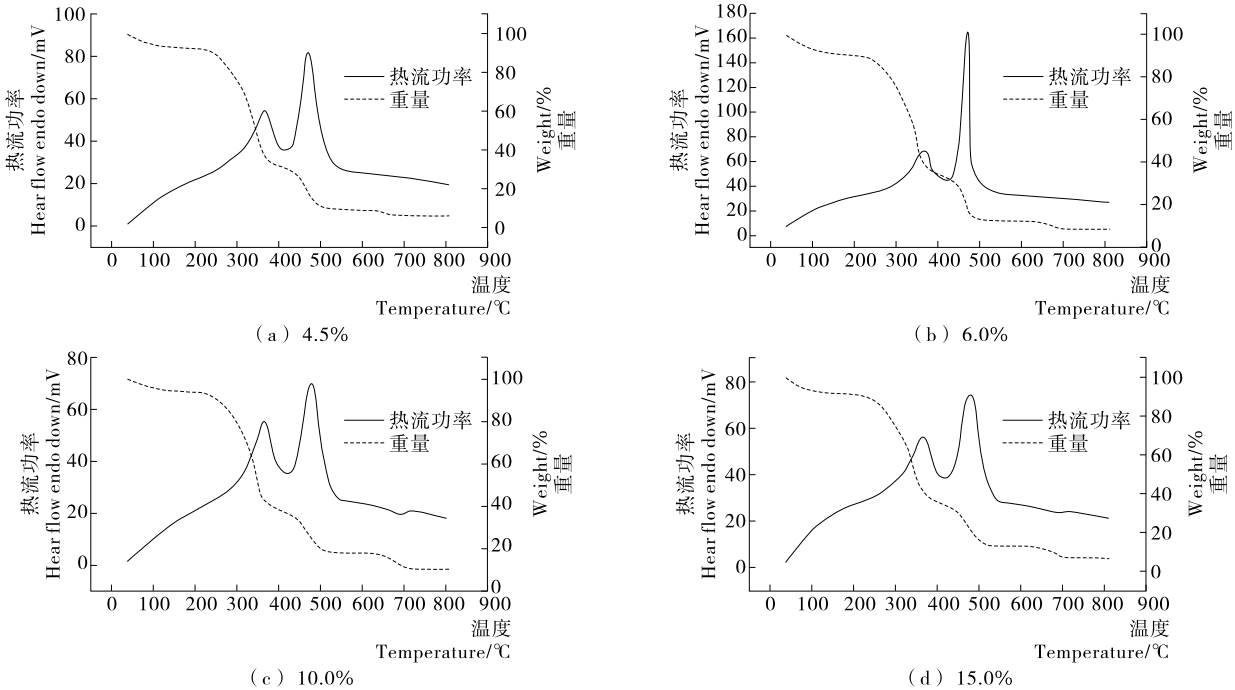


图 9 添加碳酸钙基片的 TG 图

Figure 9 TG figures of reconstituted tobacco sheet with the filler of calcium carbonate

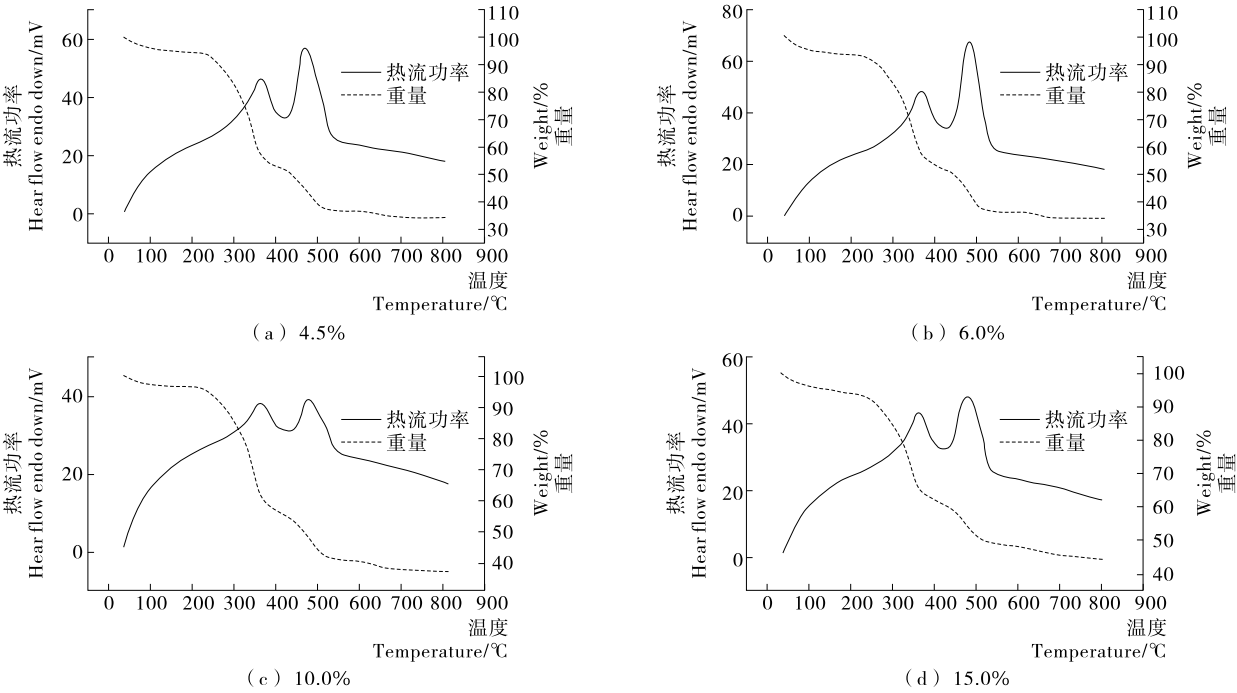


图 10 添加硅藻土基片的 TG 图
Figure 10 TG figures of reconstituted tobacco sheet with the filler of diatomite

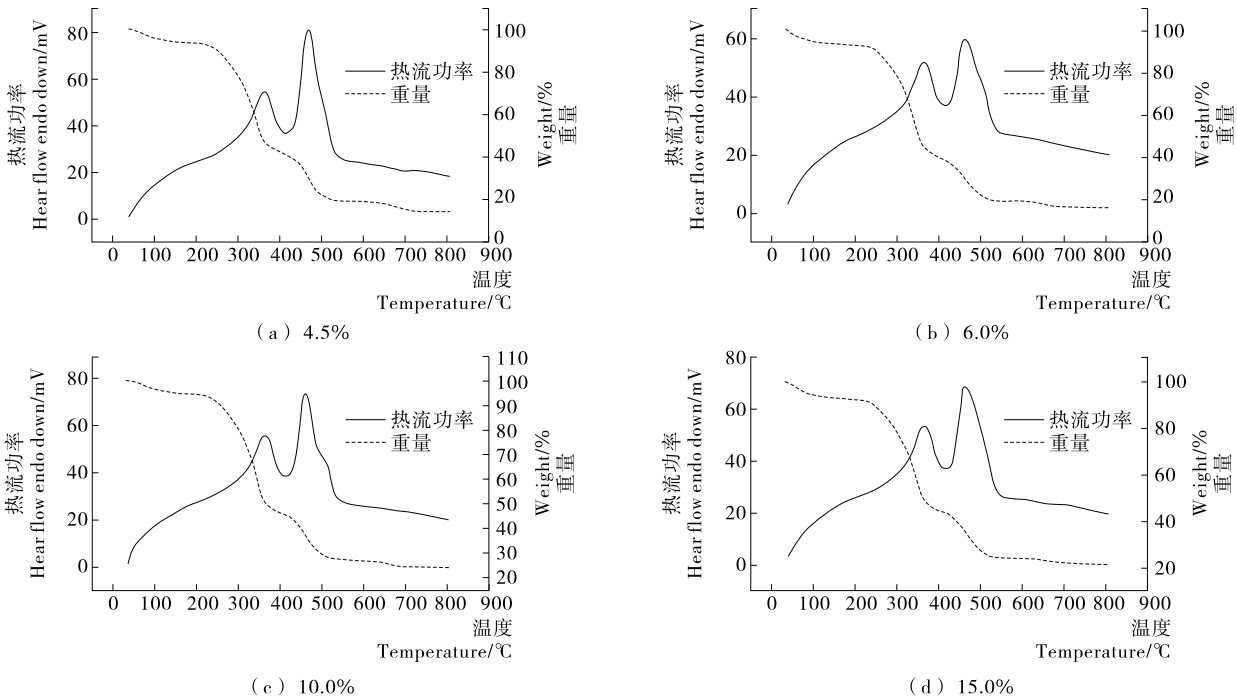


图 11 添加二氧化钛基片的 TG 图
Figure 11 TG figures of reconstituted tobacco sheet with the filler of titanium dioxide

2.5 再造烟叶感官评价

将不同填料的再造烟叶进行感官评价,结果见表 2。
由表 2 可知,使用 3 种填料的再造烟叶经评吸后感官质量变化规律相似,随着 3 种填料用量的增大,再造烟叶的感官质量差异基本不大,但是整体评吸结果表明加填硅藻土和二氧化钛要优于加填碳酸钙。燃烧性整体指标显示 2# 和

3# 都要优于 1#,这与填料留着率和松厚度数据较一致。与碳酸钙相比,硅藻土和二氧化钛能有效提高基片留着率,并且提高基片松厚度,松厚度高表明再造烟叶结构疏松,并且能提高燃烧性。此外,香气特征中香气量也显示,具有高松厚度的基片吸收涂布液性能更好,同时在燃烧过程中能加快涂布液从基片结构中释放出来,提升再造烟叶的抽吸品质。

表 2 感官评价打分统计

Table 2 Statistics of sensory evaluation scoring

样品	添加 量/%	香气特征(35)				烟气特征(25)			口感特性(25)		外观特性(15)			综合 得分
		香气量 (15)	香气质 (10)	愉悦感 (5)	协调性 (5)	烟气浓 度(5)	杂气 (20)	劲头 (V)	刺激性 (10)	余味 (15)	色泽 (5)	燃烧性 (5)	灰色 (5)	
进口 碳酸 钙	4.5	11.5	7.0	4.5	4.5	4.0	15.0	Ⅲ	7.0	11.0	4.5	4.0	4.0	77.0
	6.0	12.0	7.5	4.5	4.0	3.5	15.0	Ⅲ	7.5	12.0	4.0	4.5	4.0	78.5
	10.0	11.5	7.5	4.5	4.0	4.0	15.5	Ⅲ	8.0	12.0	4.0	4.0	4.5	79.5
	15.0	11.0	7.0	4.5	4.5	4.0	14.5	Ⅳ	7.5	12.5	4.5	4.5	4.5	79.0
硅藻 土	4.5	12.5	7.0	4.5	4.5	3.5	14.5	Ⅲ	8.0	12.0	4.0	4.0	4.0	78.5
	6.0	12.0	7.5	4.5	4.5	4.0	15.5	Ⅳ	7.5	11.0	4.5	5.0	4.0	80.0
	10.0	12.0	7.5	4.5	4.5	4.0	16.0	Ⅳ	7.0	11.5	4.5	5.0	4.5	81.0
	15.0	11.5	7.0	4.5	4.5	3.5	15.5	Ⅳ	7.5	12.0	4.5	5.0	4.0	79.5
二氧 化钛	4.5	12.5	7.0	4.5	4.5	3.5	15.0	Ⅲ	7.0	11.5	4.5	4.0	4.5	78.5
	6.0	12.0	7.5	4.5	4.5	4.0	15.0	Ⅳ	7.5	11.5	4.0	5.0	4.5	80.5
	10.0	12.5	7.5	4.5	4.5	4.0	15.5	Ⅳ	7.5	12.5	4.5	5.0	4.5	81.5
	15.0	12.0	7.0	4.5	4.5	4.0	15.0	Ⅳ	7.5	12.5	4.5	4.5	4.5	80.5

3 结论

试验所选 3 种填料具有不同形态,且硅藻土本身具有不同孔隙孔径,粒径分布也不同,相应地在生产过程中对基片留着率、物理指标及感官质量都有不同程度的影响,具体为:

(1) 碳酸钙和二氧化钛的留着率随着添加比例的增加先增大再减小,在 10%添加比例达到最大值;硅藻土的留着率随着添加比例的增加而增加。碳酸钙和硅藻土在 10%的添加比例时抗张强度最高,二氧化钛整体对基片的抗张强度影响不明显。与添加碳酸钙相比,添加硅藻土和二氧化钛都能提高再造烟叶基片的厚度和松厚度。

(2) SEM 图显示随着硅藻土和二氧化钛添加量的提高,基片表面留着了非常明显的填料,而碳酸钙留着率不高,填料分布的比较分散。

(3) 热重分析结果显示重量残留与留着率结果基本一致。

(4) 加填硅藻土和二氧化钛再造烟叶的感官品质优于加填碳酸钙。

参考文献

[1] 于建军. 卷烟工艺学[M]. 北京: 中国农业出版社, 2003: 347.

[2] 姚元军, 王凤兰, 王磊, 等. 烟草色卷烟纸的研制[J]. 纸和造纸, 2012, 31(1): 10-12.

[3] 陈祖刚, 蔡冰, 王建新, 等. 国内外造纸法薄片工艺与品质比较[J]. 烟草科技, 2002(2): 4-10.

[4] 邱晔, 王建, 卢伟. 国内外造纸法烟草薄片的烟气主要有害物释放量研究及其烟气危害性评估[J]. 现代科学仪器, 2010(3): 85-88.

[5] 黎新钦, 张静, 田兆福. 液相美拉德反应优化烟梗烟末提取液的应用研究[J]. 食品与机械, 2015, 31(5): 21-27.

[6] 黄明, 姚建武, 姚元军, 等. 造纸法再造烟叶烟草提取液醇沉净化处理研究[J]. 食品与机械, 2016, 32(11): 198-201.

[7] 孙德平, 王亮, 王凤兰, 等. 重质碳酸钙在造纸法烟草薄片基片生产中的应用[J]. 中华纸业, 2010, 31(24): 54-58.

[8] 张艳林, 胡劲, 李军, 等. 应用于造纸法再造烟叶的碳酸钙改性研究[J]. 材料导报, 2016, 30(3): 60-64.

[9] 贺磊, 吴立群, 刘攀, 等. 造纸法再造烟叶表面涂布碳酸钙工艺[J]. 烟草科技, 2013(12): 5-8.

[10] 王颖. 碳酸钙在卷烟纸生产中的应用[J]. 造纸化学品, 2007, 19(3): 40-45.

[11] 王其良, 沈凤池, 李厚功. 高档卷烟纸用沉淀碳酸钙的应用实验[J]. 中国造纸, 2003, 22(8): 28-29.

[12] 梁德权. 国产及进口碳酸钙对卷烟纸质量的影响[J]. 造纸化学品, 2009, 21(4): 34-35, 45.

[13] 隆言泉. 造纸原理与工程[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1994: 18.

[14] 张克娟, 张大坤, 李新生. 硅藻土在造纸法烟草薄片生产中的应用研究[J]. 中国造纸, 2015, 34(4): 26-32.

[15] 唐向兵, 王凤兰, 吴志强, 等. 一种造纸法烟草薄片生产废水的处理方法: 中国, 201110202056.1[P]. 2011-12-14.

[16] 贺磊, 欧阳春, 刘攀, 等. 国产与进口烟草薄片的对比分析[J]. 中国造纸, 2012, 31(2): 28-30.

[17] 戴路, 吴志宏, 沈凯, 等. 不同类型碳酸钙填料在造纸法再造烟叶基片生产中的应用[J]. 中华纸业, 2014, 35(18): 34-37.

[18] 邱晔, 王建, 马迅, 等. 造纸法再造烟叶感官评价方法的研究[J]. 湖北农业科学, 2014, 53(18): 4 351-4 354.

[19] 李洪艳. 碳酸钙在卷烟纸生产中的应用[J]. 造纸化学品, 2008, 20(4): 42-44.

[20] BURDICK D, BENNER J F, BURTON H R. Thermal decomposition of tobacco: IV. Apparent correlations between thermogravimetric date and certain constituents in smoke from chemically treated tobaccos[J]. Tobacco New York, 1969(13): 138-141.

[21] WANG Wei-sheng, WANG Ye, YANG Liang-ju, et al. Studies on thermal behavior of reconstituted tobacco sheet[J]. Thermo-chimica Acta, 2005, 437(1): 7-11.