

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

2002 - 3080

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **05.02.2001**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **14.02.2000**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **2000/10006424**

(33) Země priority: **DE**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **14.05.2003**

(Věstník č. 5/2003)

(86) PCT číslo: **PCT/EP01/01227**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO01/058295**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

A 24 B 3/18

(71) Přihlašovatel:

**REEMTSMA CIGARETTENFABRIKEN GMBH,
Hamburg, DE;**

(72) Původce:

**Burmester Ulrich, Hamburg, DE;
Fleischhauer Holger, Hamburg, DE;
Ziehn Klaus-Dieter, Pinneberg, DE;**

(74) Zástupce:

**Guttmann Michal JUDr. Ing., Nad Štolou 12, Praha 7,
17000;**

(54) Název přihlášky vynálezu:

Způsob zlepšení plnitelnosti tabáku

(57) Anotace:

Způsob zlepšení plnitelnosti tabáku, v podobě nařezaných tabákových listů nebo žeber, popřípadě rostlinných tabákových přísad s buněčnou strukturou se provádí zpracováním tabákového materiálu o 8 až 16 % hmotn. výchozí vlhkosti, procesním plynem, sestávajícím z dusíku a/nebo argonu, při tlacích 5 až 100 MPa bar. Provádí se buď v jednom autoklávu nebo při kaskádovém řazení ve více autoklávech, a konečně se provádí návazná tepelná úprava vynášeného tabákového materiálu po provedené dekompresi. Dekomprese se provede s alespoň jedním udržovacím stupněm, jehož tlak odpovídá 3 až 60 %, výhodně 3 až 30 % původního maximálního tlaku. Ohřívání systému, nacházejícího se pod zbytkovým tlakem se provede tak, že teplota při vynášení tabáku po úplné redukci tlaku leží v rozsahu 10 °C až 80 °C.

CZ 2002 - 3080 A3

Způsob zlepšení plnitelnosti tabáku

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu zvýšení plnitelnosti tabáku, jako jsou kupříkladu nařezané tabákové listy, žebra nebo rostlinné tabákové přísady s buněčnou strukturou, úpravou tabákového materiálu, který původně obsahuje 8 až 16 hmotnostních % vlhkosti, pomocí procesního plynu, sestávajícího z dusíku a/nebo argonu, při tlacích 50 až 1000 barů, a to buď v autoklávu nebo u kaskádového řazení ve více autoklávech s následnou tepelnou úpravou vynášeného tabáku po realizované dekompresi.

Dosavadní stav techniky

Expanze tabáku inertními plyny a za vysokých tlaků, která je také známa jako způsob expanze INCOM, ukázala své přednosti oproti tlakovému zpracovávání tabáku kyslíčnickem uhličitým, amoniakem nebo těkavými organickými plyny, a je kupříkladu známa z patentu US 4 289 148, přičemž se zpracovává tabákový materiál o vlhkosti přes 20 hmotnostních % při pracovních teplotách v autoklávu mezi 0 °C a 50 °C. Redukce tlaku probíhá během 0,5 až 10 minut a u uvedených příkladů kolem 1,3 minuty, přičemž vynášený tabák se podrobuje tepelné další úpravě, kupříkladu sytou párou, a přitom expanduje.

Podle spisu DE 31 19 330 A1 se u tabákového materiálu s sníženou vlhkostí 10 až 15 hmotnostních % dodatečně použije úprava provozní teplotou nižší jak 50 °C, aby se při snížení tlaku dosáhlo silnějšího ochlazování vynášeného tabákového materiálu. Doba redukce tlaku leží kolem 1,3 až 2 minut.

Patent DE 34 14 625 C2 popisuje kaskádový způsob, při kterém se chlazením procesního plynu před jeho plněním do reaktoru, chlazením autoklávu nebo použitím podchlazeného a zkapalněného pracovního plynu, sníží impregnační teplota tabáku. Doba

redukce tlaku činí 0,5 až 10, zejména 1 až 2 minuty. Nejnižší teplota vynášeného tabáku má ležet pod 0 °C.

Analogicky se také podle patentu DE 39 35 774 C2 dosahuje u kaskádového expanzního způsobu cirkulací procesního plynu přes chladič požadovaných nízkých impregnačních teplot 25 °C, popřípadě 45 °C.

I když se u těchto známých expanzních způsobů dosahuje dobrých hodnot, co se týká zvětšení plnitelnosti tabáku, popřípadě stupně expanze, jsou vzhledem k požadovanému chlazení autoklávu nebo autoklávů a vzhledem na doplňkové chlazení procesního plynu poměrně nákladné.

Úkolem vynálezu je vylepšení obvyklého způsobu INCOM a dosažení stejně dobrých nebo lepších stupňů expanze, a to nezávisle na nákladných opatřeních spojených s chlazením.

Podstata vynálezu

Podle vynálezu se proto navrhuje způsob již zmíněného typu podle předvýznamové části patentového nároku, který se vyznačuje tím, že se dekomprese provádí s alespoň jedním udržovacím stupněm, jehož tlak odpovídá 3 až 60 %, výhodně 3 až 30 % původního maximálního tlaku, a že ohřívání systému, který je pod zbytkovým tlakem, se provádí tak, že teplota vynášení tabáku leží po úplné redukci tlaku v rozsahu 10 °C až 80 °C.

Překvapivě se ukázalo, že při nižších vlhkostech tabáku v rozsahu 8 až 16 hmotnostních % nevede dosavadní teorie, použít nižší teplotu zpracování, popřípadě nižší teplotu při vynášení tabáku, k optimálním výsledkům expanze. Naopak teprve ohřátím systému, který je pod zbytkovým tlakem, mohlo být dosaženo překvapivě dobrých hodnot, co se týká efektu expanze, popřípadě schopnosti plnění, přičemž podle způsobu se

výhodně využívá kompresní teplo, popřípadě se nemusí odvádět, a odpadá tak nezbytné doplňkové chlazení autoklávu nebo autoklávů.

Výhodně se redukce tlaku z příslušného maximálního tlaku až na tlak udržovacího stupně provádí v intervalu 20 vteřin až 5 minut, zatímco redukce zbytkového tlaku se provádí v intervalu 3 vteřin až 3 minut. Dále je pro dosažení teploty při vynášení tabáku podle vynálezu účelné, že se zvýšení teploty dosahuje dobou prodlevy, cirkulací plynu, který je pod zbytkovým tlakem, pomocí tepelného výměníku a/nebo přepouštěním ohřátého plynu z dalšího autoklávu.

U další výhodné varianty způsobu se zpracování za vysokého tlaku nebo sled zpracování za vysokého tlaku a tepelné úpravy provádí vícekrát s tímtéž tabákovým materiálem.

Obzvláště dobrých výsledků se dosáhne tehdy, jestliže výstupní vlhkost tabákového materiálu leží v rozsahu 10 až 14 hmotnostních %, a dále, jestliže následná tepelná úprava tabákového materiálu probíhá sytou párou.

Způsob podle vynálezu je následně vysvětlen na příkladech.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1

Pro realizaci způsobu podle vynálezu jakož i pro srovnávací zkoušky byla provedena vysokotlaká úprava procesním plynem, sestávajícím z dusíku, v laboratorním autoklávu s užitečným obsahem 2 l, přičemž pro nastavení požadovaných operačních teplot se používalo opláštění umožňujícího oběh tekutého média. Tlak se zvyšoval, popřípadě přívod plynu k autoklávu probíhal zespoda, snižování tlaku, popřípadě odvod plynu z autoklávu směrem nahoru. Pro nastavení konečného tlaku se použil kompresor, zatímco

teplota tabáku se měřila termočlánkem v horním sekci, popřípadě v horní polovině pro plnění tabáku.

Laboratorní zařízení pro dodatečnou tepelnou úpravu tabáku sestávalo z propustného pásu dopravníku popřípadě drátěného pletiva, které bylo provozováno rychlostí přibližně 5 cm/s. Tabákové rouno, vedené mezi vodicími plechy, bylo pod přibližně 160 mm širokou parní tryskou se štěrbinovitým výstupním otvorem přibližně 8 mm dále zpracováváno přibližně 10 kg/h syté páry. Pod přepravním pásem se proti parní trysce nacházelo zařízení na odsávání páry.

Takto ošetřené zkušební vzorky tabáku byly rozprostřeny v plochých miskách a kondicionovány při teplotě 21 °C a 60 % vlhkosti. Plnitelnost byla stanovena Borgwaldtovým hustoměrem a specifický objem v ml/g se přepočítal na nominální vlhkost 12 hmotnostních % a nominální teplotu 22 °C. Z dat neupraveného srovnávacího vzorku a expandovaného vzorku se vypočítá relativní zlepšení plnitelnosti, popřípadě stupeň expanze, podle vzorce:

$$\Delta \% = (F_E - F_B) * 100 \% / F_B$$

(F_B = plnitelnost neupraveného, F_E - plnitelnost expandovaného)

Pro umístění tabáku v autoklávu sloužila PVC trubka s nasazeným perforovaným dnem. Zvyšování přívodu plynu během nárůstu tlaku probíhalo až na konečný tlak 700 bar. Jako tabáku se použilo 300 g tabáku Virginia - Blend o vlhkosti 12 %. Výsledky zkoušek jsou uvedeny v následujících tabulkách, přičemž T_A znamená teplotu při vynášení tabáku podrobeného vysokému tlaku. U zkoušky 1 byly při redukci tlaku aplikovány dva udržovací stupně trvající 2 min při 400 a 100 bar, a u zkoušek 2 a 3 jen jeden udržovací stupeň trvající 2 min, popřípadě 4 min při 50 bar. U srovnávací zkoušky č. 4 proběhla redukce tlaku bezprostředně, tj. bez udržovacího stupně, s dobou redukce tlaku < 1 min.

Tabulka 1: Výsledky zkoušek

č.	operace při redukci tlaku	pracovní teplota °C			
		60		80	
		T_A (°C)	Δ %	T_A (°C)	Δ %
1	udržovací stupeň po 2 min při 400 a 100 bar	16	83	-	-
2	udržovací stupeň 2 min při 50 bar	15	93	20	90
3	udržovací stupeň 4 min při 50 bar	33	93	41	90
4	bez (srovnání)	-25	80	-3	81

Výše uvedené zkoušky č. 1 až 3 při různých hodnotách tlaku a dob udržovacího stupně a při dvou pracovních teplotách autoklávu ukazují ve srovnání se zkouškou č. 4 s přímou redukcí tlaku, že doba zdržení při předem zvoleném udržovacím stupni (tlaku) poskytla zřetelné zvýšení teploty při vynášení z -25 °C, popřípadě -3 °C, na až +33 °C, popřípadě +41 °C, a v protikladu s dosavadní odbornou teorií, zvýšené zlepšení plnitelnosti navzdory vysokým teplotám při vynášení.

Příklad 2

Analogicky k příkladu 1 se působilo vysokým tlakem na 150 g tabáku při pracovní teplotě autoklávu 40 °C. Během redukce tlaku byl u zkoušky č. 5 aplikován udržovací stupeň 2 min při 50 bar, a při udržovacím stupni cirkuloval plyn pomocí oběhového čerpadla přes tepelný výměník o teplotě 80 °C. Přívod plynu při nárůstu tlaku a při oběhu probíhal tentokrát ze shora, odvod plynu při udržovacím stupni a redukcí tlaku směrem dolů. Těsnicí prstenec mezi horním ohraničením nádoby použité pro tabák a poklopem autoklávu zaručoval bezprostřední vstup plynu do nádoby použité pro tabák.

Tabulka 2: Výsledky zkoušek

		pracovní teplota 40 °C	
č.	operace při redukci tlaku	T_A (°C)	Δ %
5	udržovací stupeň 2 min při 50 bar, oběh přes tepelný výměník (80 °C)	10	79
6	bez (srovnání)	-105	69

Příklad 3

Postupovalo se analogicky jako u příkladu 2, přičemž během redukce tlaku byl tlak udržován konstantně při 50 bar s udržovacím stupněm 1 min, a ohřátý plyn byl zaváděn z druhého, autoklávu označeného jako „donor“ do zpracovatelské nádoby. Donor měl před přepouštěním tlak 100 bar a pracovní teplotu 80 °C při obsahu 4 l. Přívod plynu při nárůstu tlaku a při přepouštění probíhal nyní zespoda, odvod plynu s udržovacím stupněm a redukcí tlaku směrem nahoru.

Tabulka 3: Výsledky zkoušek

		pracovní teplota 40 °C	
č.	operace při redukci tlaku	T_A (°C)	Δ %
7	udržovací stupeň 1 min při 50 bar, přepouštění z donoru, tlak 100 bar, pracovní teplota 60 °C	16	89

Výše uvedené příklady 2 a 3 ukazují, v protikladu k příkladu 1, u kterého ohřátí vlivem doby zdržení u předem zvoleného udržovacího stupně, popřípadě při předem zvoleném tlaku, předpokládá zvýšenou pracovní teplotu, že oběh podle příkladu 2 přes tepelný výměník nebo přepouštění plynu z donoru podle příkladu 3 při konstantním udržovacím stupni, popřípadě konstantním tlaku, i při pracovní teplotě zachycující plyn, jako „akceptor“ označené zpracovatelské nádoby, vedou od 40 °C ke zvýšené teplotě při vynášení. Zejména varianta přepouštění z nádrže donoru podle příkladu 3 vede ke značnému nárůstu zlepšení plnitelnosti oproti srovnávací zkoušce č. 6 příkladu 2.

Pro interpretaci překvapivých výsledků je možné se domnívat, že ohřátí tabáku, zpracovávaného za vysokého tlaku, vede za zbytkového tlaku v autoklávu k předexpanzi, z čehož vyplynou dodatečná zlepšení plnitelnosti, jakých nelze dosáhnout známými postupy. Pro potvrzení této domněnky bylo v následujícím příkladu 4 prováděno tlakové zpracování, nyní bez další tepelné úpravy sytou párou, aby se vyzkoušel možný efekt předexpanze, s přímým kondicionováním zpracovávaných zkušebních vzorků. Je pravdou, že zlepšení plnitelnosti bez tepelné další úpravy je nepatrné, následující příklad 4 však ukazuje doplňkový efekt plnitelnosti při ohřátí za zbytkového tlaku.

Příklad 4

150 g tabáku bylo podrobeno zpracování za vysokého tlaku při pracovní teplotě autoklávu 60 °C, přičemž tabák po úplné redukci tlaku nebyl dále tepelně upravován. Při redukci tlaku byl udržovací stupeň 1 min při 50 bar s přepouštěním ohřátého plynu z druhého autoklávu analogicky jako u příkladu 3, přičemž donor měl před přepouštěním tlak 200 bar a pracovní teplotu 80 °C. Při srovnávací zkoušce č. 9 proběhla redukce tlaku bezprostředně a bez udržovacího stupně.

Tabulka 4: Výsledky zkoušek

č.	operace při redukci tlaku	pracovní teplota 60 °C	
		T _A (°C)	Δ %
8	udržovací stupeň 1 min při 50 bar, přepouštění z donoru, tlak 200 bar, pracovní teplota 80 °C	19	21
9	bez (srovnání)	-69	8

Výše uvedené výsledky potvrzují domněnku byť i malé předexpanze před další tepelnou úpravou sytou párou při ohřívání tabáku, podrobovaného vysokému tlaku, za vyskytujícího se zbytkového tlaku.

Následující příklady 5 a 6 představují další příklad provedení způsobu podle vynálezu, u kterého se zpracování za vysokého tlaku, popřípadě zpracování za vysokého tlaku a následná tepelná úprava, provádějí s tímtéž tabákovým materiálem vícekrát.

Příklad 5

Analogicky k příkladu 3 bylo 150 g tabáku v prvním stupni při pracovní teplotě autoklávu 60 °C, přepouštěním ohřátého pracovního plynu z donoru při udržovacím stupni s konstantním tlakem, podrobena úpravě za vysokého tlaku. Donor měl před přepouštěním tlak 300 bar a pracovní teplotu 80 °C; udržovací stupeň byl nastaven na 1 min při 200 bar.

Tabákový materiál z prvního stupně, expandovaný a kondicionovaný podle zkoušky č. 10, byl použit jako výchozí materiál pro další cyklus zpracování za vysokého tlaku a následnou tepelnou úpravu. Zpracování za vysokého tlaku a při pracovní teplotě autoklávu 60 °C bylo provedeno u 100 g tabáku, a při redukci tlaku byl realizován udržovací stupeň 1 min při 100 bar. Nádrž donoru měla před přepouštěním tlak 200 bar při pracovní teplotě 80 °C. Výsledky této zkoušky a zkoušky č. 10 ukazuje tabulka 5.

Tabulka 5: Výsledky zkoušek

č.	operace při redukci tlaku	pracovní teplota 60 °C	
		T_A (°C)	Δ %
10	udržovací stupeň 1 min při 200 bar, přepouštění z donoru, tlak 300 bar, pracovní teplota 80 °C	26	86
11	udržovací stupeň 1 min při 100 bar, přepouštění z donoru, tlak 200 bar, pracovní teplota 80 °C	24	116
(zpracování expandovaného tabáku ze zkoušky 10)			

Příklad 6

Postupovalo se analogicky jako u příkladu 5, přičemž však v tomto případě byly provedeny za sebou dva identické cykly tlakového zpracování s následnou tepelnou úpravou. Výsledky jsou uvedeny v následující tabulce.

Tabulka 6: Výsledky zkoušek

		pracovní teplota 60 °C	
č.	operace při redukci tlaku	T_A (°C)	Δ %
12	udržovací stupeň 1 min při 100 bar, přepouštění z donoru, tlak 200 bar, pracovní teplota 80 °C	30	103
			(dvojitě tlakové zpracování s následnou tepelnou úpravou)

Zatímco byl expandovaný tabákový materiál ze stupně 1 z příkladu 5 použit pro obnovené zpracování ve stupni 2, byl u tohoto příkladu 6 cyklus tlakového zpracování proveden dvakrát za sebou, a teprve potom byl tlakově podrobený tabákový materiál přiveden k následné tepelné úpravě. Oba postupy spočívají na principu vícenásobné expanze opakováním sledu vysokotlakého zpracování a následné tepelné úpravy, popřípadě jen opakování vysokotlakého zpracování a následné tepelné úpravy.

Příklad 5 ukazuje, že se dá účinek prvního expanzního stupně dále zvyšovat obnoveným zpracováním ve stupni 2, a získá se tak tabákový materiál s extrémně vysokou plnitelností. Příklad 6 je vlivem vypuštění kroku následné tepelné úpravy jednodušší, nedosahuje však maximální hodnoty příkladu 5.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob zlepšení plnitelnosti tabáku, v podobě nařezaných tabákových listů nebo žeber, popřípadě rostlinných tabákových přísad s buněčnou strukturou, zpracováním tabákového materiálu o 8 až 16 hmotnostních % výchozí vlhkosti, procesním plynem, sestávajícím z dusíku a/nebo argonu, při tlacích 50 až 1000 bar, buď v jednom autoklávu nebo při kaskádovém řazení ve více autoklávech, s následnou tepelnou úpravou vynášeného tabákového materiálu po provedené dekompresi, **vyznačující se tím**, že se dekomprese provede s alespoň jedním udržovacím stupněm, jehož tlak odpovídá 3 až 60 %, výhodně 3 až 30 % původního maximálního tlaku, a že se ohřívání systému, nacházejícího se pod zbytkovým tlakem, provede tak, že teplota při vynášení tabáku po úplné redukci tlaku leží v rozsahu 10 °C až 80 °C.
2. Způsob podle nároku 1, **vyznačující se tím**, že výchozí vlhkost tabákového materiálu leží v rozsahu 10 až 14 hmotnostních %.
3. Způsob podle nároku(ů) 1 (až 2), **vyznačující se tím**, že zvýšení teploty systému, nacházejícího se pod zbytkovým tlakem, je způsobeno dobou zdržení.
4. Způsob podle nároku(ů) 1 (až 3), **vyznačující se tím**, že zvýšení teploty je způsobeno oběhem plynu, nacházejícího se pod zbytkovým tlakem, přes tepelný výměník.
5. Způsob podle nároku 3 (nároků 1 až 4), **vyznačující se tím**, že je zvýšení teploty systému, nacházejícího se pod tlakem, způsobeno přepouštěním ohřátého plynu.
6. Způsob podle nároku(ů) 1 (až 5), **vyznačující se tím**, že se redukce tlaku z příslušného maximálního tlaku až ke tlaku udržovacího stupně provede v intervalu 20 vteřin až 5 minut.

7. Způsob podle nároku(ů) 1 (až 6), **vyznačující se tím**, že se redukce zbytkového tlaku provede v intervalu od 3 vteřin do 3 minut.
8. Způsob podle nároku(ů) 1 (až 7), **vyznačující se tím**, že se zpracování za vysokého tlaku nebo sled zpracování za vysokého tlaku a tepelné úpravy provede vícekrát s tímtéž tabákovým materiálem.
9. Způsob podle nároku(ů) 1 (až 8), **vyznačující se tím**, že se následná tepelná úprava tabákového materiálu provede sytou párou.