

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
16. August 2001 (16.08.2001)

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
PCT WO 01/58295 A1

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: **A42B 3/18** (74) Anwälte: **HUBER, Arnulf** usw.; Uexküll & Stolberg, Beselerstr. 4, 22607 Hamburg (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: **PCT/EP01/01227**
- (22) Internationales Anmeldedatum:
5. Februar 2001 (05.02.2001)
- (25) Einreichungssprache: **Deutsch**
- (26) Veröffentlichungssprache: **Deutsch**
- (30) Angaben zur Priorität:
100 06 424.8 14. Februar 2000 (14.02.2000) **DE**
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **H.F. & PH. F. REEMTSMA GMBH** [DE/DE]; Parkstrasse 51, 22605 Hamburg (DE).
- (72) Erfinder; und
- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): **BURMESTER, Ulrich** [DE/DE]; Lampéstrasse 21 K, 22523 Hamburg (DE). **FLEISCHHAUER, Holger** [DE/DE]; Ellerbeker Weg 4n, 22457 Hamburg (DE). **ZIEHN, Klaus-Dieter** [DE/DE]; Hunnenbarg 19, 25421 Pinneberg (DE).
- (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Veröffentlicht:**
— mit internationalem Recherchenbericht
- Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR IMPROVING THE FILLING ABILITY OF TOBACCO

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR VERBESSERUNG DER FÜLLFÄHIGKEIT VON TABAK

(57) Abstract: The invention relates to a method for improving the filling ability of tobacco, such as cut tobacco leaves, or ribs, or plant tobacco additives with a cell structure, whereby the tobacco material, with an initial water content of 8 to 16 wt %, is treated with a gas, comprising nitrogen and/or argon at pressures from 50 to 1000 bar, either in an autoclave, or in a cascade-like series of several autoclaves and, finally, after completion of a decompression, a thermal after-treatment. The invention is characterised in that the decompression is carried out with at least one holding stage, the pressure of which corresponds to 3 to 60 %, preferably, 3 to 30 % of the original maximum pressure and that the heating of the system under residual pressure is carried out, such that the temperature of the tobacco on withdrawal after the complete release of pressure is in the range 10 to 80 °C. The elevation of temperature of the system under residual pressure is effected by a holding stage, a circulation over a heat exchanger and/or passing hot gas over the system, whereby the release of pressure from the maximum pressure to the pressure of the holding stage occurs over a period of 20 seconds to 5 minutes and the release of the residual pressure occurs over a period of 3 seconds to 3 minutes.

WO 01/58295 A1

(57) Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak, wie geschnittenen Tabakblättern oder -rippen bzw. pflanzlichen Tabakzusatzstoffen mit Zellstruktur, durch Behandlung des 8 bis 16 Gew.-% Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 50 bis 1.000 bar in entweder einem Autoklaven oder bei kaskadenartiger Schaltung in mehreren Autoklaven und anschließender thermischer Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials nach erfolgter Dekompression, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass die Dekompression mit mindestens einer Haltestufe durchgeführt wird, deren Druck 3 bis 60 %, vorzugsweise 3 bis 30 % des ursprünglichen Maximaldruckes entspricht und dass die Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems derart durchgeführt wird, dass die Tabakaustragstemperatur nach dem vollständigen Druckabbau in einem Bereich von 10 bis 80 °C liegt. Die Temperaturerhöhung des unter Restdruck stehenden Systems wird durch eine Haltezeit, ein Umwälzen über einen Wärmetauscher und/oder durch Überströmen von erwärmtem Gas bewirkt, wobei der Druckabbau vom jeweiligen Maximaldruck bis zum Druck der Haltestufe in einem Intervall von 20 Sekunden bis 5 Minuten und der Abbau des Restdruckes in einem Intervall von 3 Sekunden bis 3 Minuten durchgeführt wird.

- 1 -

VERFAHREN ZUR VERBESSERUNG DER FÜLLFÄHIGKEIT VON TABAK

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erhöhung der Füllfähigkeit von Tabakmaterialien, wie z.B. geschnittenen
5 Tabakblättern, -rippen oder pflanzlichen Tabakzusatzstoffen mit Zellstruktur durch Behandlung des 8 bis 16 Gew.-% Ausgangsfeuchte aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken von 50 bis 1.000 bar in entweder einem Autoklaven
10 oder bei kaskadenartiger Schaltung in mehreren Autoklaven und anschließender thermischer Nachbehandlung des ausgetragenen Tabakmaterials nach erfolgter Dekompression.

Die Tabakexpansion mit inerten Gasen unter hohen Drücken,
15 die auch als INCOM-Blähverfahren bekannt ist, hat ihre Vorteile gegenüber der Druckbehandlung von Tabak mit Kohlendioxid, Ammoniak oder flüchtigen organischen Gasen gezeigt und ist beispielsweise aus der US 4 289 148 bekannt, wonach Tabakmaterial mit einer Feuchte von über 20
20 Gew.-% bei Arbeitstemperaturen im Autoklaven zwischen 0 und 50°C behandelt wird. Der Druckabbau erfolgt innerhalb von 0,5 bis 10 Minuten und bei den angeführten Beispielen bei 1,3 Minuten, wonach der ausgetragene Tabak einer thermischen Nachbehandlung z.B. mit Sattdampf unterworfen
25 wird und sich hierbei aufbläht.

Nach DE 31 19 330 A1 wird zusätzlich zu unter 50°C liegenden Arbeitstemperatur ein Tabakmaterial mit einer verringerten Feuchte von 10 bis 15 Gew.-% eingesetzt, um
30 eine stärkere Abkühlung des auszutragenden Tabakmaterials beim Entspannen zu erzielen. Die Druckabbauzeiten liegen hier bei 1,3 bis 2 Minuten.

- 2 -

- Die DE 34 14 625 C2 offenbart ein Kaskadenverfahren, wonach durch Kühlung des Behandlungsgases vor der Beaufschlagung des Reaktors, Kühlung des Autoklaven oder Einsatz eines unterkühlten und verflüssigten Behandlungsgases eine
- 5 niedrige Imprägnierungstemperatur des Tabaks wird. Die Druckabbauzeiten betragen 0,5 bis 10 insbesondere 1 bis 2 Minuten. Die Mindesttemperatur des ausgetragenen Tabaks soll unter 0 °C liegen.
- 10 Analog werden auch gemäß DE 39 35 774 C2 bei einem kaskadenartigen Blähverfahren durch Umwälzung des Behandlungsgases über einen Kühler die erforderlichen tiefen Imprägniertemperaturen von 25 bzw. 45 °C erzielt.
- 15 Wenngleich bei diesen bekannten Blähverfahren gute Werte hinsichtlich der Erhöhung der Füllfähigkeit von Tabak bzw. des Blähgrades erzielt werden, sind sie wegen der erforderlichen Kühlung des oder der Autoklaven und wegen der zusätzlichen Kühlung des Behandlungsgases
- 20 verhältnismäßig aufwendig.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, die bisherigen INCOM-Verfahren zu verbessern und unabhängig von aufwendigen Kühlmaßnahmen gleich gute oder bessere

25 Blähgrade zu erreichen.

Erfindungsgemäß wird daher ein Verfahren der eingangs erwähnten Art gemäß Oberbegriff Patentanspruch vorgeschlagen, das dadurch gekennzeichnet ist, dass die

30 Dekompression mit mindestens einer Haltestufe durchgeführt wird, deren Druck 3 bis 60%, vorzugsweise 3 bis 30% des ursprünglichen Maximaldruckes entspricht und dass die

- 3 -

Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems derart durchgeführt wird, dass die Tabakaustragstemperatur nach dem vollständigen Druckabbau in einem Bereich von 10 bis 80 °C liegt.

5

Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass bei niedrigen Tabakfeuchten im Bereich von 8 bis 16 Gew.-% die bisherige Lehre, eine tiefe Behandlungstemperatur bzw. niedrige Austragstemperatur vorzusehen, nicht zu optimalen

10 Blähergebnissen führt. Vielmehr konnten erst durch die Erwärmung des unter Restdruck stehenden Systems erstaunlich gute Werte hinsichtlich des Bläheeffektes bzw. der Füllfähigkeit erzielt werden, wobei verfahrensmäßig die Kompressionswärme vorteilhaft genutzt wird bzw. nicht
15 abgeführt werden muß und eine zusätzliche Kühlung des oder der Autoklaven entfällt.

Vorzugsweise wird der Druckabbau vom jeweiligen

Maximaldruck bis zum Druck der Haltestufe in einem

20 Intervall von 20 Sekunden bis 5 Minuten durchgeführt, während der Abbau des Restdruckes in einem Intervall von 3 Sekunden bis 3 Minuten durchgeführt wird.

Ferner ist es zur Erzielung der erfindungsgemäßen

Tabakaustragstemperatur zweckmäßig, dass die

25 Temperaturerhöhung durch eine Haltezeit, durch ein Umwälzen des unter Restdruck stehenden Gases über einen Wärmetauscher und/oder durch Überströmen von erwärmten Gas aus einem weiteren Autoklaven bewirkt wird.

30 Bei einer weiteren bevorzugten Verfahrensvariante wird die Hochdruckbehandlung oder die Sequenz aus

- 4 -

Hochdruckbehandlung und thermischer Behandlung mehrfach mit demselben Tabakmaterial durchgeführt.

Besonders gute Ergebnisse werden erzielt, wenn die
5 Ausgangsfeuchte des Tabakmaterials im Bereich von 10 bis 14 Gew.-% liegt und ferner, wenn die thermische Nachbehandlung des Tabakmaterials mit Sattdampf erfolgt.

Im folgenden wird das erfindungsgemäße Verfahren an Hand
10 von Beispielen erläutert.

Beispiel 1

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens als auch
15 für die Vergleichsversuche wurde die Hochdruckbehandlung mit einem aus Stickstoff bestehenden Behandlungsgas in einem Laborautoklaven mit einem genutzten Inhalt von 2 l durchgeführt, wobei zur Einstellung der gewünschten Arbeitstemperaturen eine Ummantelung zur Zirkulation
20 flüssiger Medien diente. Der Druckaufbau bzw. die Gaszuleitung zum Autoklaven erfolgte von unten, der Druckabbau bzw. die Gasableitung vom Autoklaven nach oben. Zur Einstellung des Enddruckes wurde ein Kompressor verwendet, während die Tabaktemperatur im oberen Segment
25 bzw. in der oberen Hälfte der Tabakschüttung mit einem Thermoelement gemessen wurde.

Die Laborvorrichtung zur thermischen Nachbehandlung des Tabaks bestand aus einem durchlässigen Transportband bzw.
30 Drahtgewebe, das mit einer Geschwindigkeit von etwa 5 cm/s betrieben wurde. Das zwischen Leitblechen geführte Tabakvlies wurde unter einer etwa 160 mm breiten Dampfdüse

- 5 -

mit schlitzzartiger Austrittsöffnung von etwa 8 mm mit etwa 10 kg/h Sattedampf nachbehandelt. Unterhalb des Transportbandes gegenüber der Dampfduüse befand sich eine Dampfabsaugvorrichtung.

5

Die derart behandelten Tabakproben wurden in flachen Schalen ausgebreitet und bei 21 °C und 60 % relativer Feuchte konditioniert. Die Füllfähigkeiten wurden mit einem Borgwaldt-Densimeter bestimmt und das spezifische Volumen in ml/g bei einer Sollfeuchte von 12 Gew.-% und einer Solltemperatur von 22 °C umgerechnet. Aus den Daten des unbehandelten Vergleichs und der expandierten Muster errechnet sich die relative Füllfähigkeitsverbesserung bzw. der Blähgrad nach:

15

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

(F_B = Füllfähigkeit unbehandelt, F_E = Füllfähigkeit expandiert)

20 Zur Aufnahme des Tabaks im Autoklaven diente ein PVC-Rohr mit eingesetztem Siebboden. Die Gaszuleitung während des Druckaufbaus erfolgte bis zu einem Enddruck von 700 bar. Als Tabak wurden 300 g Virginia-Blend mit einer Einsatzfeuchte von 12 % eingesetzt. Die Versuchsergebnisse sind in den folgenden Tabellen aufgeführt, wobei T_A die Austragstemperatur des hochdruckbehandelten Tabaks bedeutet. Im Versuch 1 wurden beim Druckabbau zwei Haltestufen von je 2 min bei 400 und 100 bar und in den Versuchen 2 und 3 nur eine Haltestufe von 2 min bzw. 4 min bei 50 bar angewandt. Bei dem Vergleichsversuch Nr. 4

30

- 6 -

erfolgte der Druckabbau unmittelbar, also ohne Haltestufe in einer Druckabbauzeit von < 1 min.

Tabelle 1: Versuchsergebnisse

| Nr. | Operation bei Druckabbau | Arbeitstemperatur °C | | | |
|-----|---|----------------------|----|-------------------|----|
| | | 60 | | 80 | |
| | | T _A °C | Δ% | T _A °C | Δ% |
| 1 | Haltestufe je 2 min bei 400 und 100 bar | 16 | 83 | - | - |
| 2 | Haltestufe 2 min bei 50 bar | 15 | 93 | 20 | 90 |
| 3 | Haltestufe 4 min bei 50 bar | 33 | 93 | 41 | 90 |
| 4 | Keine (Vergleich) | -25 | 80 | -3 | 81 |

5

Die obigen Versuche Nr. 1 bis 3 bei verschiedenen Druck- und Zeitwerten der Haltestufe und zwei Arbeitstemperaturen des Autoklaven zeigen im Vergleich zu dem Versuch Nr. 4 mit direktem Druckabbau, dass die Haltezeiten bei vorgewählter Haltestufe (Druck) eine deutliche Erhöhung der Austragstemperatur von -25 °C bzw. -3 °C auf bis zu +33 °C bzw. +41 °C und im Gegensatz zur bisherigen technischen Lehre eine erhöhte Füllfähigkeitsverbesserung trotz hoher Austragstemperaturen ergaben.

15

Beispiel 2

Analog Beispiel 1 wurde die Hochdruckbehandlung mit 150 g Tabak bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 40 °C durchgeführt. Während des Druckabbaus wurde beim Versuch Nr. 5 eine Haltestufe von 2 min bei 50 bar angewandt und bei der Haltezeit das Gas mit Hilfe einer Umwälzpumpe über einen Wärmetauscher mit einer Temperatur von 80 °C zirkuliert. Die Gaszuleitung beim Druckaufbau und beim Umwälzen erfolgte dieses mal von oben, die Gasableitung bei

25

- 7 -

Haltestufe und Druckabbau nach unten. Ein Dichtungsring zwischen der oberen Begrenzung des Tabakeinsatzgefäßes und dem Autoklavendeckel gewährleistete den unmittelbaren Eintritt des Gases in das Tabakeinsatzgefäß.

5

Tabelle 2: Versuchsergebnisse

| Nr. | Operation bei Druckabbau | Arbeitstemperatur 40 °C | |
|-----|--|-------------------------|----|
| | | T _A °C | Δ% |
| 5 | Haltestufe 2 min bei 50 bar, umwälzen über Wärmetauscher (80 °C) | 10 | 79 |
| 6 | Keine (Vergleich) | -105 | 69 |

Beispiel 3

10

Es wurde analog Beispiel 2 gearbeitet, wobei während des Druckabbaus eine Haltestufe von 1 min bei 50 bar konstant eingeregelt und erwärmtes Gas aus einem zweiten, als Donator bezeichneten Autoklaven in das Behandlungsgefäß

15 eingeleitet wurde. Der Donator hatte vor dem Überströmen einen Druck von 100 bar und eine Arbeitstemperatur von 80 °C bei einem Inhalt von 4 l. Die Gaszuleitung beim Druckaufbau und beim Überströmen erfolgte jetzt von unten, die Gasableitung bei Haltestufe und Druckabbau nach oben.

20

Tabelle 3: Versuchsergebnisse

| Nr. | Operation bei Druckabbau | Arbeitstemperatur 40 °C | |
|-----|--|-------------------------|----|
| | | T _A °C | Δ% |
| 7 | Haltestufe 1 min bei 50 bar, überströmen aus Donator, Druck 100 bar, Arbeitstemperatur 60 °C | 16 | 89 |

- 8 -

Die obigen Beispiele 2 und 3 zeigen, im Gegensatz zu Beispiel 1, bei welchem die Erwärmung durch Haltezeit bei vorgewählter Haltestufe bzw. vorgewähltem Druck eine erhöhte Arbeitstemperatur voraussetzt, dass das Umwälzen
5 gemäß Beispiel 2 über Wärmetauscher oder der Gastransfer aus dem Donator gemäß Beispiel 3 bei konstanter Haltestufe bzw. konstantem Druck auch bei einer Arbeitstemperatur des gasaufnehmenden, als Akzeptor bezeichneten Behandlungsgefäßes von 40 °C zu einer erhöhten
10 Austragstemperatur führen. Insbesondere die Variante des Überströmens aus dem Donatorbehälter nach Beispiel 3 führt zu einer deutlichen Steigerung der Füllfähigkeitsverbesserung gegenüber dem Vergleichsversuch Nr. 6 des Beispiels 2.

15 Zur Deutung der überraschenden Ergebnisse kann vermutet werden, dass die Erwärmung des hochdruckbehandelten Tabaks unter Restdruck zu einer Vorexpanansion im Autoklaven führt, wodurch sich zusätzliche Füllfähigkeitsverbesserungen
20 ergeben, die sich nicht mit der bekannten Verfahrensweise erreichen lassen. Zur Bestätigung dieser Annahme wurde in dem folgenden Beispiel 4 die Druckbehandlung jetzt ohne thermische Nachbehandlung mit Sattdampf durchgeführt, um einen möglichen Effekt einer Vorexpanansion zu prüfen, wobei
25 die behandelten Proben direkt klimatisiert wurden. Zwar sind die Füllfähigkeitsverbesserungen ohne thermische Nachbehandlung gering, jedoch zeigt sich im folgenden Beispiel 4 ein zusätzlicher Füllfähigkeitseffekt beim Erwärmen unter Restdruck.

30

Beispiel 4

150 g Tabak wurden einer Hochdruckbehandlung bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 60 °C unterworfen, wobei der Tabak nach dem völligen Druckabbau nicht thermisch nachbehandelt wurde. Beim Druckabbau erfolgte eine Haltestufe von 1 min bei 50 bar mit Überströmen von erwärmten Gas aus einem zweiten Autoklaven analog Beispiel 3, wobei der Donator vor dem Überströmen einen Druck von 200 bar und eine Arbeitstemperatur von 80 °C hatte. Bei dem Vergleichsversuch Nr. 9 erfolgte der Druckabbau unmittelbar und ohne Haltestufe.

Tabelle 4: Versuchsergebnisse

| Nr. | Operation bei Druckabbau | Arbeitstemperatur 60 °C | |
|-----|---|-------------------------|----|
| | | T _A °C | Δ% |
| 8 | Haltestufe 1 min bei 50 bar, überströmen aus Donator, Druck 200 bar, Arbeitstemperatur 80 °C | 19 | 21 |
| 9 | Keine (Vergleich) | -69 | 8 |

Die obigen Ergebnisse bestätigen die Annahme einer wenn auch geringen VorexpanSION vor der thermischen Nachbehandlung mit Sattedampf bei Erwärmung des unter Restdruck stehenden hochdruckbehandelten Tabaks.

Die folgenden Beispiele 5 und 6 zeigen eine weitere Ausführungsform der erfindungsgemäßen Verfahren, bei dem die Hochdruckbehandlung bzw. die Hochdruckbehandlung und die thermische Nachbehandlung mehrfach mit demselben Tabakmaterial durchgeführt wird.

- 10 -

Beispiel 5

150 g Tabak wurden in einer ersten Stufe bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 60 °C analog Beispiel 3 durch Überströmen von erwärmten Behandlungsgas aus dem Donator bei einer Haltestufe mit konstantem Druck einer Hochdruckbehandlung unterzogen. Der Donator hatte vor dem Überströmen einen Druck von 300 bar und eine Arbeitstemperatur von 80 °C; die Haltestufe wurde mit 1 min bei 200 bar eingestellt.

Das nach Versuch Nr. 10 expandierte und konditionierte Tabakmaterial aus der ersten Stufe wurde als Ausgangsmaterial für einen weiteren Behandlungszyklus aus Hochdruckbehandlung und thermischer Nachbehandlung eingesetzt. Die Hochdruckbehandlung wurde 100 g Tabak und bei einer Arbeitstemperatur des Autoklaven von 60 °C durchgeführt und beim Druckabbau wurde eine Haltestufe von 1 min bei 100 bar vorgesehen. Der Donatorbehälter besaß vor dem Überströmen einen Druck von 200 bar bei einer Arbeitstemperatur von 80 °C. Die Ergebnisse dieses Versuches und des Versuches Nr. 10 zeigt die Tabelle 5.

- 11 -

Tabelle 5: Versuchsergebnisse

| Nr. | Operation bei Druckabbau | Arbeitstemperatur 60 °C | |
|-----|--|-------------------------|--|
| | | T _A °C | Δ% |
| 10 | Haltestufe 1 min bei 200 bar, überströmen aus Donator, Druck 300 bar, Arbeitstemperatur 80 °C | 26 | 86 |
| 11 | Haltestufe 1 min bei 100 bar, überströmen aus Donator, Druck 200 bar, Arbeitstemperatur 80 °C | 24 | 116 (Behandlung expandierter Tabak aus Versuch 10) |

Beispiel 6

- 5 Es wurde analog Beispiel 5 vorgegangen, wobei jedoch jetzt zwei identische Druckbehandlungszyklen hintereinander und danach eine abschließende thermische Nachbehandlung durchgeführt wurden. Die Ergebnisse sind wie folgt.

10 Tabelle 6: Versuchsergebnisse

| Nr. | Operation bei Druckabbau | Arbeitstemperatur 60 °C | |
|-----|--|-------------------------|---|
| | | T _A °C | Δ% |
| 12 | Haltestufe 1 min bei 100 bar, überströmen aus Donator, Druck 200 bar, Arbeitstemperatur 80 °C | 30 | 103 (doppelte Druckbeh. gefolgt von therm. Behandlung) |

- Während das expandierte Tabakmaterial der Stufe 1 aus Beispiel 5 zur erneuten Behandlung in Stufe 2 verwendet wurde, ist in diesem Beispiel 6 der Druckbehandlungszyklus
- 15 zweimal hintereinander durchgeführt und erst dann das druckbehandelte Tabakmaterial der thermischen Nachbehandlung zugeführt worden. Beide Verfahrensweisen beruhen auf dem Prinzip einer Mehrfachexpansion durch

- 12 -

Wiederholung der Sequenz aus Hochdruck- und thermischer Nachbehandlung bzw. nur einer wiederholter Hochdruckbehandlung und abschließender thermischer Nachbehandlung.

5

Beispiel 5 zeigt, dass sich die Wirkung der ersten Expansionsstufe durch die erneute Behandlung in Stufe 2 weiter steigern läßt und ein Tabakmaterial extrem hoher Füllfähigkeit erhalten wird. Beispiel 6 ist durch den

10

Verzicht auf einen Nachbehandlungsschritt einfacher, erreicht jedoch nicht den Maximalwert des Beispiels 5.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Verbesserung der Füllfähigkeit von Tabak,
wie geschnittenen Tabakblättern oder -rippen bzw.
5 pflanzlichen Tabakzusatzstoffen mit Zellstruktur, durch
Behandlung des 8 bis 16 Gew.-% Ausgangsfeuchte
aufweisenden Tabakmaterials mit einem aus Stickstoff
und/oder Argon bestehenden Behandlungsgas bei Drücken
von 50 bis 1.000 bar in entweder einem Autoklaven oder
10 bei kaskadenartiger Schaltung in mehreren Autoklaven und
anschließender thermischer Nachbehandlung des
ausgetragenen Tabakmaterials nach erfolgter
Dekompression, dadurch gekennzeichnet, dass die
Dekompression mit mindestens einer Haltestufe
15 durchgeführt wird, deren Druck 3 bis 60%, vorzugsweise 3
bis 30% des ursprünglichen Maximaldruckes entspricht und
dass die Erwärmung des unter Restdruck stehende System
derart durchgeführt wird, dass die
Tabakaustragstemperatur nach dem vollständigen
20 Druckabbau in einem Bereich von 10 bis 80 °C liegt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass
die Ausgangsfeuchte des Tabakmaterials im Bereich von 10
bis 14 Gew.-% liegt.
25
3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet,
dass die Temperaturerhöhung des unter Restdruck
stehenden Systems durch eine Haltezeit bewirkt wird.
- 30 4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet,
dass die Temperaturerhöhung durch ein Umwälzen des unter

- 14 -

Restdruck stehenden Gases über einen Wärmetauscher bewirkt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet,
5 dass die Temperaturerhöhung des unter Restdruck stehenden Systems durch Überströmen von erwärmten Gas bewirkt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet,
10 dass der Druckabbau vom jeweiligen Maximaldruck bis zum Druck der Haltestufe in einem Intervall von 20 Sekunden bis 5 Minuten durchgeführt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet,
15 dass der Abbau des Restdruckes in einem Intervall von 3 Sekunden bis 3 Minuten durchgeführt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet,
20 dass die Hochdruckbehandlung oder die Sequenz aus Hochdruckbehandlung und thermischer Behandlung mehrfach mit demselben Tabakmaterial durchgeführt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet,
25 dass die thermische Nachbehandlung des Tabakmaterials mit Sattdampf erfolgt.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/01227

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 A24B3/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 A24B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

PAJ, EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category ° | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|------------|--|-----------------------|
| A | DE 31 19 330 A (H.F. & PH. F. REEMTSMA) 2 December 1982 (1982-12-02) cited in the application the whole document --- | 1,2,9 |
| A | DE 34 14 625 A (H.F. & PH. F. REEMTSMA) 25 October 1984 (1984-10-25) cited in the application the whole document --- | 1,2,9 |
| A | US 5 682 907 A (CONRAD) 4 November 1997 (1997-11-04) --- | |
| A | DE 39 35 774 C (THEISSING) 6 June 1991 (1991-06-06) cited in the application ----- | |

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *G* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 April 2001

Date of mailing of the international search report

03/05/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Riegel, R

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Intern: .al Application No

PCT/EP 01/01227

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| DE 3119330 A | 02-12-1982 | AR 226657 A | 30-07-1982 |
| | | AT 14827 T | 15-08-1985 |
| | | AU 544763 B | 13-06-1985 |
| | | AU 8370082 A | 18-11-1982 |
| | | BE 893190 A | 16-11-1982 |
| | | BG 38484 A | 16-12-1985 |
| | | BR 8202499 A | 12-04-1983 |
| | | CH 654724 A | 14-03-1986 |
| | | DD 202387 A | 14-09-1983 |
| | | DK 218682 A,B, | 16-11-1982 |
| | | EG 15731 A | 30-10-1990 |
| | | EP 0065228 A | 24-11-1982 |
| | | EP 0065290 A | 24-11-1982 |
| | | ES 512193 D | 01-03-1983 |
| | | ES 8303055 A | 01-05-1983 |
| | | FR 2505618 A | 19-11-1982 |
| | | GB 2098452 A,B | 24-11-1982 |
| | | GR 76395 A | 10-08-1984 |
| | | HR 920337 B | 29-02-1996 |
| | | IT 1152173 B | 31-12-1986 |
| | | JP 1257269 C | 29-03-1985 |
| | | JP 58005179 A | 12-01-1983 |
| | | JP 59033346 B | 15-08-1984 |
| | | MX 155918 A | 23-05-1988 |
| | | NL 8202006 A,B, | 01-12-1982 |
| | | PH 19043 A | 11-12-1985 |
| | | PT 74887 A,B | 01-06-1982 |
| | | SU 1120917 A | 23-10-1984 |
| | | TR 21396 A | 22-05-1984 |
| | | US 4461310 A | 24-07-1984 |
| | | YU 99382 A | 30-04-1985 |
| | | ZA 8202820 A | 23-02-1983 |
| DE 3414625 A | 25-10-1984 | AT 34284 T | 15-06-1988 |
| | | AU 558305 B | 22-01-1987 |
| | | AU 2717984 A | 25-10-1984 |
| | | CA 1219508 A | 24-03-1987 |
| | | EP 0123116 A | 31-10-1984 |
| | | JP 1764524 C | 28-05-1993 |
| | | JP 4058309 B | 17-09-1992 |
| | | JP 59205971 A | 21-11-1984 |
| | | US 4577646 A | 25-03-1986 |
| | | ZA 8402969 A | 24-12-1984 |
| US 5682907 A | 04-11-1997 | US 5483977 A | 16-01-1996 |
| | | AT 196828 T | 15-10-2000 |
| | | AU 670869 B | 01-08-1996 |
| | | AU 6349194 A | 15-12-1994 |
| | | AU 669797 B | 20-06-1996 |
| | | AU 6349294 A | 15-12-1994 |
| | | BG 98820 A | 31-03-1995 |
| | | BG 61635 B | 27-02-1998 |
| | | BG 98821 A | 31-03-1995 |
| | | BR 9402385 A | 17-01-1995 |
| | | BR 9402386 A | 17-01-1995 |
| | | CA 2125627 A | 15-12-1994 |
| | | CA 2125628 A | 15-12-1994 |
| | | CN 1099587 A,B | 08-03-1995 |

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/01227

| Patent document cited in search report | Publication date | Patent family member(s) | Publication date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| US 5682907 A | | CN 1100908 A,B | 05-04-1995 |
| | | CZ 9401348 A | 16-08-1995 |
| | | CZ 9401349 A | 18-01-1995 |
| | | DE 69426092 D | 16-11-2000 |
| | | DK 629353 T | 18-12-2000 |
| | | EP 0629352 A | 21-12-1994 |
| | | EP 0629353 A | 21-12-1994 |
| | | ES 2150456 T | 01-12-2000 |
| | | FI 942809 A | 15-12-1994 |
| | | FI 942810 A | 15-12-1994 |
| | | HR 940352 A | 31-08-1996 |
| | | HR 940353 A | 31-08-1996 |
| | | HU 70811 A,B | 28-11-1995 |
| | | HU 70803 A,B | 28-11-1995 |
| | | JP 7067610 A | 14-03-1995 |
| | | JP 7067611 A | 14-03-1995 |
| | | NO 942209 A,B, | 15-12-1994 |
| | | NO 942210 A,B, | 15-12-1994 |
| | | PL 303823 A | 09-01-1995 |
| | | PL 303824 A | 09-01-1995 |
| | | RO 112155 B | 30-06-1997 |
| | | RU 2126219 C | 20-02-1999 |
| | | SK 69394 A | 13-09-1995 |
| | | SK 69494 A | 08-02-1995 |
| | | ZA 9403922 A | 01-02-1995 |
| | | ZA 9403923 A | 01-02-1995 |
| DE 3935774 C | 06-06-1991 | EP 0424778 A | 02-05-1991 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01227

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 A24B3/18

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 A24B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

PAJ, EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

| Kategorie ^o | Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile | Betr. Anspruch Nr. |
|------------------------|--|--------------------|
| A | DE 31 19 330 A (H.F. & PH. F. REEMTSMA) 2. Dezember 1982 (1982-12-02) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument ---- | 1, 2, 9 |
| A | DE 34 14 625 A (H.F. & PH. F. REEMTSMA) 25. Oktober 1984 (1984-10-25) in der Anmeldung erwähnt das ganze Dokument ---- | 1, 2, 9 |
| A | US 5 682 907 A (CONRAD) 4. November 1997 (1997-11-04) ---- | |
| A | DE 39 35 774 C (THEISSING) 6. Juni 1991 (1991-06-06) in der Anmeldung erwähnt ----- | |



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

^o Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

24. April 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

03/05/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Riegel, R

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01227

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| DE 3119330 A | 02-12-1982 | AR 226657 A | 30-07-1982 |
| | | AT 14827 T | 15-08-1985 |
| | | AU 544763 B | 13-06-1985 |
| | | AU 8370082 A | 18-11-1982 |
| | | BE 893190 A | 16-11-1982 |
| | | BG 38484 A | 16-12-1985 |
| | | BR 8202499 A | 12-04-1983 |
| | | CH 654724 A | 14-03-1986 |
| | | DD 202387 A | 14-09-1983 |
| | | DK 218682 A, B, | 16-11-1982 |
| | | EG 15731 A | 30-10-1990 |
| | | EP 0065228 A | 24-11-1982 |
| | | EP 0065290 A | 24-11-1982 |
| | | ES 512193 D | 01-03-1983 |
| | | ES 8303055 A | 01-05-1983 |
| | | FR 2505618 A | 19-11-1982 |
| | | GB 2098452 A, B | 24-11-1982 |
| | | GR 76395 A | 10-08-1984 |
| | | HR 920337 B | 29-02-1996 |
| | | IT 1152173 B | 31-12-1986 |
| | | JP 1257269 C | 29-03-1985 |
| | | JP 58005179 A | 12-01-1983 |
| | | JP 59033346 B | 15-08-1984 |
| | | MX 155918 A | 23-05-1988 |
| | | NL 8202006 A, B, | 01-12-1982 |
| | | PH 19043 A | 11-12-1985 |
| | | PT 74887 A, B | 01-06-1982 |
| | | SU 1120917 A | 23-10-1984 |
| | | TR 21396 A | 22-05-1984 |
| | | US 4461310 A | 24-07-1984 |
| | | YU 99382 A | 30-04-1985 |
| | | ZA 8202820 A | 23-02-1983 |
| DE 3414625 A | 25-10-1984 | AT 34284 T | 15-06-1988 |
| | | AU 558305 B | 22-01-1987 |
| | | AU 2717984 A | 25-10-1984 |
| | | CA 1219508 A | 24-03-1987 |
| | | EP 0123116 A | 31-10-1984 |
| | | JP 1764524 C | 28-05-1993 |
| | | JP 4058309 B | 17-09-1992 |
| | | JP 59205971 A | 21-11-1984 |
| | | US 4577646 A | 25-03-1986 |
| | | ZA 8402969 A | 24-12-1984 |
| US 5682907 A | 04-11-1997 | US 5483977 A | 16-01-1996 |
| | | AT 196828 T | 15-10-2000 |
| | | AU 670869 B | 01-08-1996 |
| | | AU 6349194 A | 15-12-1994 |
| | | AU 669797 B | 20-06-1996 |
| | | AU 6349294 A | 15-12-1994 |
| | | BG 98820 A | 31-03-1995 |
| | | BG 61635 B | 27-02-1998 |
| | | BG 98821 A | 31-03-1995 |
| | | BR 9402385 A | 17-01-1995 |
| | | BR 9402386 A | 17-01-1995 |
| | | CA 2125627 A | 15-12-1994 |
| | | CA 2125628 A | 15-12-1994 |
| | | CN 1099587 A, B | 08-03-1995 |

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01227

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der Veröffentlichung | Mitglied(er) der Patentfamilie | Datum der Veröffentlichung |
|--|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|
| US 5682907 A | | CN 1100908 A, B | 05-04-1995 |
| | | CZ 9401348 A | 16-08-1995 |
| | | CZ 9401349 A | 18-01-1995 |
| | | DE 69426092 D | 16-11-2000 |
| | | DK 629353 T | 18-12-2000 |
| | | EP 0629352 A | 21-12-1994 |
| | | EP 0629353 A | 21-12-1994 |
| | | ES 2150456 T | 01-12-2000 |
| | | FI 942809 A | 15-12-1994 |
| | | FI 942810 A | 15-12-1994 |
| | | HR 940352 A | 31-08-1996 |
| | | HR 940353 A | 31-08-1996 |
| | | HU 70811 A, B | 28-11-1995 |
| | | HU 70803 A, B | 28-11-1995 |
| | | JP 7067610 A | 14-03-1995 |
| | | JP 7067611 A | 14-03-1995 |
| | | NO 942209 A, B, | 15-12-1994 |
| | | NO 942210 A, B, | 15-12-1994 |
| | | PL 303823 A | 09-01-1995 |
| | | PL 303824 A | 09-01-1995 |
| | | RO 112155 B | 30-06-1997 |
| | | RU 2126219 C | 20-02-1999 |
| | | SK 69394 A | 13-09-1995 |
| | | SK 69494 A | 08-02-1995 |
| | | ZA 9403922 A | 01-02-1995 |
| | | ZA 9403923 A | 01-02-1995 |
| DE 3935774 C | 06-06-1991 | EP 0424778 A | 02-05-1991 |