CH 637 275 A5

(19) SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(51) Int. Cl.³: A 24 B 15/00

ETH-BIBLIOTHEK ZÜRICH

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

(12) **PATENTSCHRIFT** A5

(11) **637 275**

(21) Gesuchsnummer: 13802/77

(22) Anmeldungsdatum: 11.11.1977

(30) Priorität(en): 12.11.1976 US 741448
21.12.1976 US 753066

(24) Patent erteilt: 29.07.1983

(45) Patentschrift veröffentlicht: 29.07.1983

(73) Inhaber:
Philip Morris Incorporated, New York/NY (US)

(72) Erfinder:
Grant Gellatly, Chester/VA (US)
Richard Gustave Uhl, Highland Springs/VA (US)
George Fredrick Kite, Richmond/VA (US)

(74) Vertreter:
Brühwiler & Co., Zürich

(54) Verfahren zur Gewinnung löslicher Nitrate aus Tabak und Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

(57) Kaliumnitrat wird aus Tabak entfernt und in verhältnismässig reiner Form zurückgewonnen. Die Verfahrensstufen sind die folgenden:

Die Tabakpflanzenteilchen werden zur Herstellung eines wässrigen Extraktes und eines faserigen Tabakrückstandes mit Wasser behandelt. Der Extrakt wird konzentriert und gekühlt. Die gebildeten Kaliumnitratkristalle werden daraus abgetrennt. Der blattförmig verformte Tabakrückstand wird mit dem denitrierten Extrakt wieder vereinigt.

Durch die Denitrierung wird der Gehalt an Stickstoffoxiden beim Verbrennen des Tabakproduktes vermindert.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Gewinnung von löslichem Nitrat aus Tabak durch Extraktion mit Wasser und anschliessendem Konzentrieren, dadurch gekennzeichnet, dass man den konzentrierten Extrakt kühlt, um die Kristallisation von Kaliumnitrat, welches anschliessend abgetrennt und gewonnen wird, zu bewirken.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man das gewonnene kristalline Material weiter behandelt, indem man es mit Wasser aufschlämmt und das Material aus dem Wasser, welches gegebenenfalls in die Konzentrationsstufe zurückgeführt wird, abtrennt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der konzentrierte Extrakt einen Gesamtgehalt an gelösten Feststoffen von 30 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise von 40 bis 60 Gew.-%, aufweist, und dass man den konzentrierten Extrakt auf eine Temperatur von −15 bis −4 °C, vorzugsweise von −12 bis −9 °C, abkühlt.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass der wässrige Extrakt lösliches Nitrat enthält, welches von Burley-Tabakpflanzenteilen oder einer Mischung derartiger Pflanzenteile mit anderen Tabakarten stammt.

5. Verfahren zur Herstellung von rekonstituiertem Tabak durch Herstellen eines wässrigen Extraktes von löslichen Bestandteilen von Tabakpflanzen, Abtrennen des unlöslichen faserigen Tabakrückstandes aus dem wässrigen Extrakt und Verformen dieses Rückstandes zu einem papierähnlichen blattförmigen Formkörper, dadurch gekennzeichnet, dass man den wässrigen Extrakt konzentriert und abkühlt, um die Kristallisation von Kaliumnitrat, welches aus dem denitrierten Extrakt abgetrennt wird, zu bewirken, und dass man den denitrierten Extrakt mit dem papierähnlichen blattförmigen Formkörper aus Tabak vereinigt.

6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass der konzentrierte Extrakt einen Gesamtgehalt an Feststoffen von wenigstens 30 Gew.-% aufweist.

7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, dadurch gekennzeichnet, dass man das abgetrennte kristalline Kaliumnitrat mit Wasser aufschlämmt, das Kaliumnitrat vom Wasser abtrennt und das Wasser in die Konzentrationsstufe zurückführt.

8. Verfahren nach Anspruch 5 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass der konzentrierte Extrakt einen Gesamtgehalt an gelösten Feststoffen von 30 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise von 40 bis 60 Gew.-% aufweist, und dass man den konzentrierten Extrakt auf eine Temperatur von −15 bis −4 °C, vorzugsweise von −12 bis −9 °C, abkühlt.

9. Verfahren nach Anspruch 5 oder 8, dadurch gekennzeichnet, dass der wässrige Extrakt lösliches Nitrat enthält, welches von Burley-Tabakpflanzenteilen oder einer Mischung derartiger Pflanzenteile mit anderen Tabakarten stammt.

10. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, dass sie folgende Bestandteile aufweist:

mindestens einen Behälter (10) zum Abkühlen des wässrigen Extraktes, um die Kristallisation von Kaliumnitrat zu bewirken;

mindestens eine Vorrichtung (12) zum Abtrennen und Gewinnen des kristallinen Materials;

mindestens eine Vorrichtung zum Aufschlämmen des kristallinen Materials mit Wasser, um restliche lösliche Tabakbestandteile zu entfernen; und

mindestens eine Vorrichtung (14) zum Abtrennen der restlichen löslichen Tabakbestandteile vom kristallinen Material.

11. Vorrichtung nach Anspruch 10, gekennzeichnet durch Mittel zur Zurückführung der abgetrennten löslichen Tabakbestandteile in die zum Aufschlämmen dienende Vorrichtung (13), in die Konzentrationsstufe oder in die Kühlvorrichtungen (10).

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Entfernen von Kaliumnitrat aus Tabak und zu seiner Rückgewinnung in verhältnismässig reiner Form, insbesondere aus Tabakrippen von Burley-Tabak. Dieses Verfahren weist die folgenden Verfahrensstufen auf:

(1) Behandeln von Tabakpflanzenteilen mit Wasser zur Herstellung eines wässrigen Extraktes und eines faserigen Tabakrückstandes;
(2) Konzentrieren des Extraktes;
(3) Kühlen des Extraktes; und
(4) Abtrennen und Gewinnen der in dem gekühlten Extrakt gebildeten Kaliumnitratkristalle.

Der denitrierte wässrige Extrakt wird mit dem papierähnlichen blattförmigen Formkörper aus Tabak wieder vereinigt, beispielsweise zur Herstellung von rekonstituiertem Tabak und dergleichen. Das gereinigte Kaliumnitrat ist geeignet, ohne weitere Reinigung als Düngemittel verwendet zu werden, wodurch kostspielige Abfallprobleme eliminiert werden.

In der einschlägigen Technik sind zahlreiche Verfahren zur Herstellung von rekonstituiertem Tabak bekannt. Viele dieser Verfahren schliessen eine Extraktion der Tabakpflanzenteile mit Wasser, an die sich eine Behandlung des Extraktes und die nachfolgende Wiedervereinigung des so behandelten Extraktes mit der Tabakpülpe anschliessen, ein. Dabei ist es besonders bevorzugt, den Tabakextrakt vor der Wiedervereinigung mit der faserigen Tabakpülpe in der Weise zu behandeln, dass einige der anorganischen Bestandteile aus dem Extrakt entfernt werden. Aus verschiedenen Gründen ist die Entfernung von Kaliumnitrat besonders erwünscht, und zwar

1. weil auf diese Weise die Verbrennungsgeschwindigkeit des Tabakproduktes herabgesetzt wird und
2. weil der Gehalt an einigen Verbrennungsprodukten, wie beispielsweise Stickstoffoxyden, vermindert wird.

Darüber hinaus besitzt auf diese Weise hergestellter rekonstituierter Tabak eine verminderte Schüttdichte je Gewichtseinheit und eine verbesserte Füllkapazität.

Die Entfernung von in wässrigen Tabakextrakten enthaltenen Bestandteilen war während vieler Jahre Gegenstand eingehender Untersuchungen, wobei zahlreiche Methoden entwickelt und vorgeschlagen wurden. So wird beispielsweise in der US-PS 720 830 ein Verfahren zur Behandlung eines wässrigen Tabakextraktes beschrieben, bei dem der Extrakt unter Druck erhitzt wird, um die flüssigen Bestandteile, wie beispielsweise «Fuselöle», zu verdampfen. Der verbleibende feste Rückstand wird in Wasser gelöst und das erhaltene Gemisch zum Sieden erhitzt, bis die mineralischen Bestandteile, welche aus Natriumnitrat, etwas Kaliumnitrat und anderen mineralischen Substanzen bestehen, auskristallisieren und sich aus der Lauge abscheiden. Diese Patentschrift enthält jedoch keinen Hinweis auf ein wichtiges Merkmal der vorliegenden Erfindung, welches darin besteht, Kaliumnitrat in verhältnismässig reiner und nützlicher Form zu gewinnen. Darüberhinaus hat die Anwendung von Hitze in Bereichen oberhalb 120 °C zur Folge, dass viele der erwünschten flüchtigen Tabakflavorants während der Kurzwegdestillation und dem nachfolgenden Sieden des Extraktes verloren gehen.

Die US-PS 3 428 053 beschreibt ein Verfahren, bei dem der wässrige Extrakt vor der Konzentrierung und dem erneuten Aufbringen auf die Tabakfolie zentrifugiert wird, um einen beachtlichen Teil der unlöslichen festen Bestandteile aus dem Extrakt zu entfernen. Die Identität der so abgetrennten Feststoffe wird dabei nicht erläutert; es ist jedoch anzunehmen, dass nur wenig, wenn überhaupt, wasserlösliches Kaliumnitrat bei Anwendung dieser Methode entfernt oder wiedergewonnen werden kann.

In den US-PS 3 616 801 und 3 847 164 werden Verfahren beschrieben, bei denen durch Ionenaustausch oder Ionenverzögerung unter Verwendung geeigneter Harze selektiv anorganische Bestandteile aus wässrigen Tabakextrakten entfernt werden, wobei diese Verfahren insbesondere auf die Entfernung von Kaliumnitrat aus diesen Extrakten gerichtet sind. Es wurde jedoch kein Versuch unternommen, das Kaliumnitrat in nützlicher Form zurückzugewinnen. Diese besonderen Verfahren mögen in kleinem Massstab durchführbar sein; sie dürften jedoch bei der Durchführung in technischem Massstab sowohl teuer als auch schwierig sein. Darüberhinaus verursacht die Regenerierung des Ionenaustascherharzes oder die Beseitigung von Harz, welches rohes Kaliumnitrat und andere unerwünschte Elemente enthält, zusätzliche Kosten und ist darüberhinaus vom ökologischen Standpunkt aus problematisch.

Der Erfindung zugrunde liegende Untersuchungen haben gezeigt, dass Kaliumnitrat beim Abkühlen eines konzentrierten wässrigen Tabakextraktes schnell auskristallisiert und nach üblichen Methoden, wie beispielsweise Zentrifugieren, Filtrieren und dergleichen, zurückgewonnen werden kann. Der denitrierte Extrakt wird dann nach Methoden, wie sie für die Herstellung von rekonstituiertem Tabak bekannt sind, der faserhaltige Tabakpülpe bzw. den Tabakbahnen erneut zugesetzt. Das gewonnene rohe Kaliumnitrat kann, um einen Verlust an löslichen Tabakbestandteilen zu vermeiden, mit Wasser behandelt werden, welches anschliessend bei der Rekonstitution verwendet wird. Das gereinigte Kaliumnitrat wird vom Waschwasser durch Filtrieren oder Zentrifugieren abgetrennt und kann als Düngemittel verwendet werden. Dieses Vorgehen beugt Problemen vor, die im Zusammenhang mit einer möglichen Umweltverschmutzung oder aufwendiger Beseitigung grosser Mengen von Tabakabfällen und deren Nebenprodukten stehen. Darüberhinaus wird durch die Erfindung ein wirksames und kontinuierliches Verfahren zur Denitrierung wässriger Tabakextrakte vorgesehen.

Gegenstand der Erfindung ist daher das im Anspruch 1 angegebene Verfahren zur Gewinnung von Nitrat. Bevorzugte Ausführungsformen dieses Verfahrens sind in den Ansprüchen 2 bis 4 angegeben.

Im Verfahren zur Behandlung von Tabak und Tabakabfällen, extrahiert man wasserlösliche Bestandteile des Tabaks und gewinnt aus dem Extrakt Kaliumnitrat, in der Regel mit einer Reinheit von annähernd 91 ± 6%, basierend auf dem Trockengewicht. Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur selektiven Entfernung von Kaliumnitrat aus wässrigen Tabakextrakten, insbesondere Extrakten aus Tabakrippen von Bruley-Tabak, durch Kristallisation des Kaliumnitrats. Das so isolierte Kaliumnitratabfallprodukt kann getrocknet und, sofern erwünscht, tablettiert und als Düngemittel verwendet werden.

Gegenstand der Erfindung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung von rekonstituiertem Tabak, wie es im Anspruch 5 angegeben ist. Bevorzugte Ausführungsformen sind in den Ansprüchen 6 bis 9 angegeben.

Weitere Gegenstände, Vorteile und Einzelheiten sind der nun folgenden detaillierten Beschreibung der Erfindung zu entnehmen. Für die Durchführung des Denitrierungsverfahrens eignen sich beliebige Tabakarten, Tabakmischungen oder Teile von Tabakpflanzen, wie gemahlene oder pulverisierte Rippen, Stiele, Mittelrippen, Blatteile, wie die Blattspreite, und andere Tabakbestandteile. Von allen Tabakkomponenten weisen die Rippen von Burley-Tabak den höchsten (1 bis 3%) Nitrat/Stickstoff-Gehalt auf, während die Blattspreite von Burley-Tabak einen mittleren Nitrat/Stickstoff-Gehalt (0,5 bis 1,5%) aufweist. Eine Herabsetzung des Nitrat/Stickstoff-Gehaltes von Tabakextrakten, welche aus den zuvor erwähnten Komponenten gewonnen werden, in der Regel auf etwa 0,3%, kann durch Anwendung des erfindungsgemässen Verfahrens realisiert werden.

Das Niveau, bis zu dem der Nitrat/Stickstoff-Gehalt reduziert werden kann, wird im allgemeinen durch die Löslichkeit des Kaliumnitrats in den löslichen Tabakbestandteilen bestimmt. Die Löslichkeit des Kaliumnitrats wird a) durch die Temperatur, b) durch allgemeine Ionenwirkungen und c) durch die Konzentration der löslichen Tabakbestandteile im Extrakt beeinflusst. Eine maximale Reduktion des Nitrat/Stickstoff-Gehaltes einer Tabakmischung kann vorteilhaft erreicht werden, wenn man nur die Burley-Tabakfraktion behandelt. Darüberhinaus sind Rippen und Mittelrippen von Burley-Tabak besonders bevorzugt, so dass eine gesteigerte Kaliumnitratgewinnung realisiert werden kann. Alternativ kann jedoch jede Art von Tabak oder Tabakmischungen mit Hilfe des erfindungsgemässen Verfahrens verarbeitet werden.

Zum besseren Verständnis der Erfindung wird auf die beiliegende Fig. verwiesen, in welcher ein schematisches Fliessschema, welches eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemässen Verfahrens erläutert, dargestellt ist. Ein nach üblichen Methoden hergestellter konzentrierter wässriger Tabakextrakt mit einem näherungsweise bestimmten Gesamtfeststoffgehalt von etwa 30 bis 70% und einem Nitrat/Stickstoff-Gehalt von etwa 1 bis 3%, wird in ein gekühltes Kristallisationsgefäss 10 eingebracht. Ein bevorzugtes Kristallisationsgefäss besteht aus einem ummantelten Rohr, welches mit rotierenden Schaberblättern, die zur Reinigung der Wände und zur Gewährleistung eines wirksamen Wärmeaustausches dienen, ausgerüstet ist. Das Kühlmittel zirkuliert durch die Ummantelung und kühlt so wirksam den konzentrierten Extrakt.

Eine maximale Kristallisation des Kaliumnitrats wird erreicht, wenn man den Extrakt auf −15 bis −4 °C, vorzugsweise auf −12 bis −9 °C, abkühlt. Bei Temperaturen unterhalb −18 bis −15 °C neigt der konzentrierte Extrakt dazu, zu gefrieren. Extrakte, welche überwiegend Burley-Tabakkomponenten enthalten, können auf −16 bis −14 °C abgekühlt werden, ohne zu gefrieren, während Extrakte, welche lösliche Bestandteile verschiedener anderer Tabakmischungen enthalten, bei Temperaturen oberhalb −13 °C gehalten werden sollten.

Das resultierende kristalline Material wird im Gemisch mit der Mutterlauge in einen ersten Abscheider 12 übergeführt, welcher entweder eine Filtereinrichtung oder vorzugsweise eine kontinuierliche Zentrifuge sein kann, wobei eine Aufschlämmung von rohem Kaliumnitrat und löslichen Tabakbestandteilen gewonnen wird. Der Abscheider kann, sofern dies erwünscht ist, gekühlt werden. Der Kaliumnitratgehalt der Aufschlämmung beträgt im allgemeinen etwa 70 ± 20%, basierend auf dem Nassgewicht. Die denitrierte flüssige Phase, welche einen Nitrat/Stickstoff-Gehalt von 0,3 bis 0,5% aufweist und die erwünschten Tabakkomponenten enthält, kann für die Herstellung von rekonstituiertem Tabak verwendet werden.

Die Kaliumnitrataufschlämmung, welche restlichen Extrakt enthält, wird unter dosierter Zugabe von Wasser aufgeschlämmt, um die Viskosität des Gemisches zu reduzieren.

Das Aufschlämmen kann in einem gekühlten Mischtank 13, welcher mit einer Mischvorrichtung mit niedrigen Schwerkräften ausgestattet ist, durchgeführt werden, um das Lösen und Entfernen restlicher Mutterlauge von der Oberfläche der Kaliumnitratkristalle zu erleichtern. Die Mutterlauge wird vorzugsweise mit gekühltem Wasser verdünnt. Die Wassermenge, die zum Lösen der restlichen Mutterlauge verwendet wird, hängt vom gewünschten Reinheitsgrad des Kaliumnitrats ab. Im allgemeinen wird die Mischung mit Wasser auf einen Gehalt von 40 bis 60% verdünnt. Im Mischtank wird zweckmässigerweise eine Temperatur von etwa −4 bis +2 °C, vorzugsweise von etwa −1 °C, aufrechterhalten, um die Auflösung der Kaliumnitratkristalle auf einen Minimalwert herabzusetzen.

Die verdünnte durchmischte Aufschlämmung wird dann einem zweiten Abscheider 14, beispielsweise einer kontinuierlichen Zentrifuge, zugeführt, wo das gewaschene Kaliumnitrat gewonnen wird. Die überstehende wässrige Phase wird in den Prozess zurückgeführt, vorzugsweise in die Konzentrationsstufe. Es ist jedoch möglich, einen Teil der überstehenden wässrigen Phase entweder dem Kristallisator 10 oder dem Mischtank 13 zuzuführen, sofern dies erwünscht ist. Das so gewonnene Kaliumnitrat kann getrocknet, vorzugsweise in einem Rotationstrockner, oder anderweitig zur Verwendung als Düngemittel behandelt werden. Das Endprodukt enthält allgemein 91 ± 6% Kaliumnitrat, basierend auf dem Trockengewicht, im Gemisch mit einer kleinen Menge des Doppelsalzes von Calciumkaliumsulfatmonohydrat im Gemisch mit restlichen organischen Bestandteilen.

Die nachfolgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung.

Beispiel 1

Rippen von Burley-Tabak wurden mit Wasser extrahiert, die wässrige Fraktion vom faserigen Tabakrückstand abgetrennt und im Vakuum unter Erwärmen auf niedrige Temperatur auf einen Gesamtfeststoffgehalt von 42% konzentriert. Der konzentrierte Extrakt, der einen Nitrat/Stickstoffgehalt von 1,8% aufwies, wurde in ein gekühltes Kristallisationsgefäss eingebracht und auf −14 °C gekühlt. Nach der Kristallisation wurde das Gemisch in eine erste Zentrifuge gepumpt, wo der denitrierte Extrakt von der rohen Kaliumnitrataufschlämmung abgetrennt wurde. Der denitrierte Extrakt wurde analysiert. Es zeigte sich, dass er einen Nitrat/Stickstoff-Gehalt von 0,4% besass, was eine 77%ige Reduktion bedeutet.

Die rohe Aufschlämmung wurde in einen gekühlten Mischbehälter eingesetzt, wo sie mit kaltem Wasser gemischt wurde, um den zurückbleibenden Tabakextrakt, der die gewünschten löslichen Tabakbestandteile enthielt, zu verdünnen. Das Gemisch wurde dann in eine zweite Zentrifuge gepumpt, wo das gewaschene Kaliumnitrat gewonnen und getrocknet wurde. Der überstehende Tabakextrakt wurde in den Konzentrationsprozess zurückgeführt.

Das getrocknete Kaliumnitratprodukt wurde analysiert. Es zeigte sich, dass es etwa 92% Kaliumnitrat, basierend auf das Trockengewicht, im Gemisch mit dem Doppelsalz von Calciumkaliumsulfatmonohydrat enthielt.

Beispiel 2

In ähnlicher Weise wie im Beispiel 1 wurde ein konzentrierter Tabakextrakt aus 90% Rippen von Burley-Tabak und 10% Blattspreite von Burley-Tabak hergestellt. Der Nitrat/Stickstoff-Gehalt des Extrakts betrug 1,6% und der Gesamtgehalt an Feststoffen 48%. Nach dem Denitrieren und dem Abtrennen aus der Kaliumnitrataufschlämmung hatte der konzentrierte Extrakt einen Nitrat/Stickstoff-Gehalt von 0,4%, was eine 75%ige Reduktion und einen Gesamtgehalt an Feststoffen von 43% bedeutet.

Die oben erhaltene rohe Kaliumnitrataufschlämmung wurde wie im Beispiel 1 weiterverarbeitet, analysiert und zeigte eine Reinheit von etwa 90%.

Beispiel 3

Unter Anwendung der in Beispiel 1 beschriebenen Arbeitsweise wurde ein konzentrierter Tabakextrakt aus 50% Rippen von Burley-Tabak und 50% eines anderen Tabaks hergestellt. Der ursprüngliche Nitrat/Stickstoff-Gehalt betrug 1,2%. Der Gesamtgehalt an Feststoffen 52%. Nach dem Denitrieren und dem Abtrennen aus der Kaliumnitrataufschlämmung hatte der Extrakt einen Nitrat-Stickstoff-Gehalt von 0,4%, was einer 66%igen Reduktion entspricht, und der Gesamtgehalt an Feststoffen betrug 50%. Die Aufschlämmung wurde wie im Beispiel 1 weiterverarbeitet und hatte eine Reinheit von etwa 90%.

Beispiel 4

Die in den Beispielen 1 bis 3 erhaltenen denitrierten Extrakte wurden mit ihren faserigen Tabakrückständen, die nach üblichen Papierherstellungsverfahren zu papierähnlichen Blättern geformt worden waren, wieder vereinigt. Zum Vergleich wurden rekonstituierte Tabakblätter in ähnlicher Weise hergestellt mit dem Unterschied, dass die Tabakextrakte nicht behandelt worden waren, um Kaliumnitrat zu entfernen.

Der Nitrat/Stickstoff-Gehalt der rekonstituierten Tabakblätter wurde unter Anwendung eines Technicon Autoanalyzer II Systems mit einer Modifikation der Arbeitsweise, wie sie von L. F. Kamphake et al., International Journal of Air and Water Pollution, 1, 1976, S. 205–216, veröffentlicht worden ist, bestimmt. Die Ergebnisse waren die folgenden:

Tabelle I
Nitrat/Stickstoff (NO_3–N) von rekonstituierten Blättern

Beispiel 1 100% Rippen von Burley-Tabak		Beispiel 2 90% Rippen von Burley-Tabak		Beispiel 3 50% Rippen von Burley-Tabak	
Vergleich	denitriert	Vergleich	denitriert	Vergleich	denitriert
1,52	0,46	1,4	0,3	0,9	0,3

Beispiel 5

Das Tabakblatt von Beispiel 2 wurde zerschnitten und zu Zigaretten verarbeitet. Gruppe A der Zigaretten enthielt 100% rekonstituierten Tabak und Gruppe B der Zigaretten enthielt etwa 18,0% rekonstituierten Tabak zusammen mit einem Tabakgemisch.

Die Zigaretten wurden unter kontrollierten Laboratoriumsbedingungen geraucht und das in der Gasphase des Rauches entwickelte Stickstoffoxyd unter Anwendung eines Aero Chem AA-2 Chemiluminescence Analyzers gemessen. Die Ergebnisse dieses Versuchs sind die folgenden:

Tabelle II

	Vergleich	denitriert	Reduktion %
Zigaretten mit 100% rek. Tabak NO_3–N	1,25	0,32	74
µg NO/Zigarette	570	200	65
Zigaretten mit 18% rek. Tabak NO_3–N	0,34	0,24	30
µg NO/Zigarette	380	220	43

Beispiel 6

Eine denitrierte Mutterlauge wurde aus einem Gemisch von Tabakabfall hergestellt, der etwa 60% Rippen von Burley-Tabak enthielt, wie in Beispiel 1 beschrieben. Die denitrierte Mutterlauge wurde wieder mit dem Tabakrückstand vereinigt, um ein rekonstituiertes Blatt zu bilden. In ähnlicher Weise wurde ein Vergleichsblatt unter Verwendung von unbehandeltem Extrakt hergestellt. Die Blätter wurden zerschnitten, zu Zigaretten verarbeitet und entsprechend Beispiel 5 geraucht. Die Ergebnisse dieser Tests sind die folgenden:

Tabelle III

	Vergleich	denitriert	Reduktion %
Zigaretten mit 100% rek. Tabak NO_3–N	1,19	0,39	67
µg NO/Zigarette	790	260	67
Zigarren mit 18% rek. Tabak NO_3–N	0,36	0,23	36
µg NO/Zigarette	350	230	34

Die Testergebnisse der obengenannten Beispiele zeigen, dass rekonstituierte Tabakblätter, die während der Verarbeitung von Kaliumnitrat befreit worden waren, weniger Nitrat/Stickstoff enthalten als unbehandelte Blätter und beim Rauchen eine geringere Menge Stickstoffoxyd freisetzen.

Beispiel 7

Eine typische Tabakmischung, die Anteile von Burley-Tabak enthielt, wurde kontinuierlich 48 Stunden verarbeitet, um die Möglichkeit der Durchführung der erfindungsgemässen Arbeitsweise im Grossbetrieb zu zeigen. In Tabelle IV ist im einzelnen die Materialzusammensetzung eines jeden Verfahrensabschnitts innerhalb des Gesamtverfahrens dargestellt. Abschnitt 1 stellt den Tabakextrakt nach der Konzentration, Abschnitt 2 den denitrierten Extrakt, der aus der ersten Zentrifuge austritt, Abschnitt 3 die rohe Kaliumnitrataufschlämmung der ersten Zentrifuge, Abschnitt 4 die Kaliumnitrataufschlämmung, die aus dem Mischbehälter austritt, Abschnitt 5 das gewaschene Kaliumnitrat aus der zweiten Zentrifuge und Abschnitt 6 den überstehenden Extrakt aus der zweiten Zentrifuge, der wieder in den Konzentrationsprozess zurückgeführt wird, dar. Der Kaliumnitratgehalt wird auf Basis des Nassgewichts bestimmt.

Tabelle IV

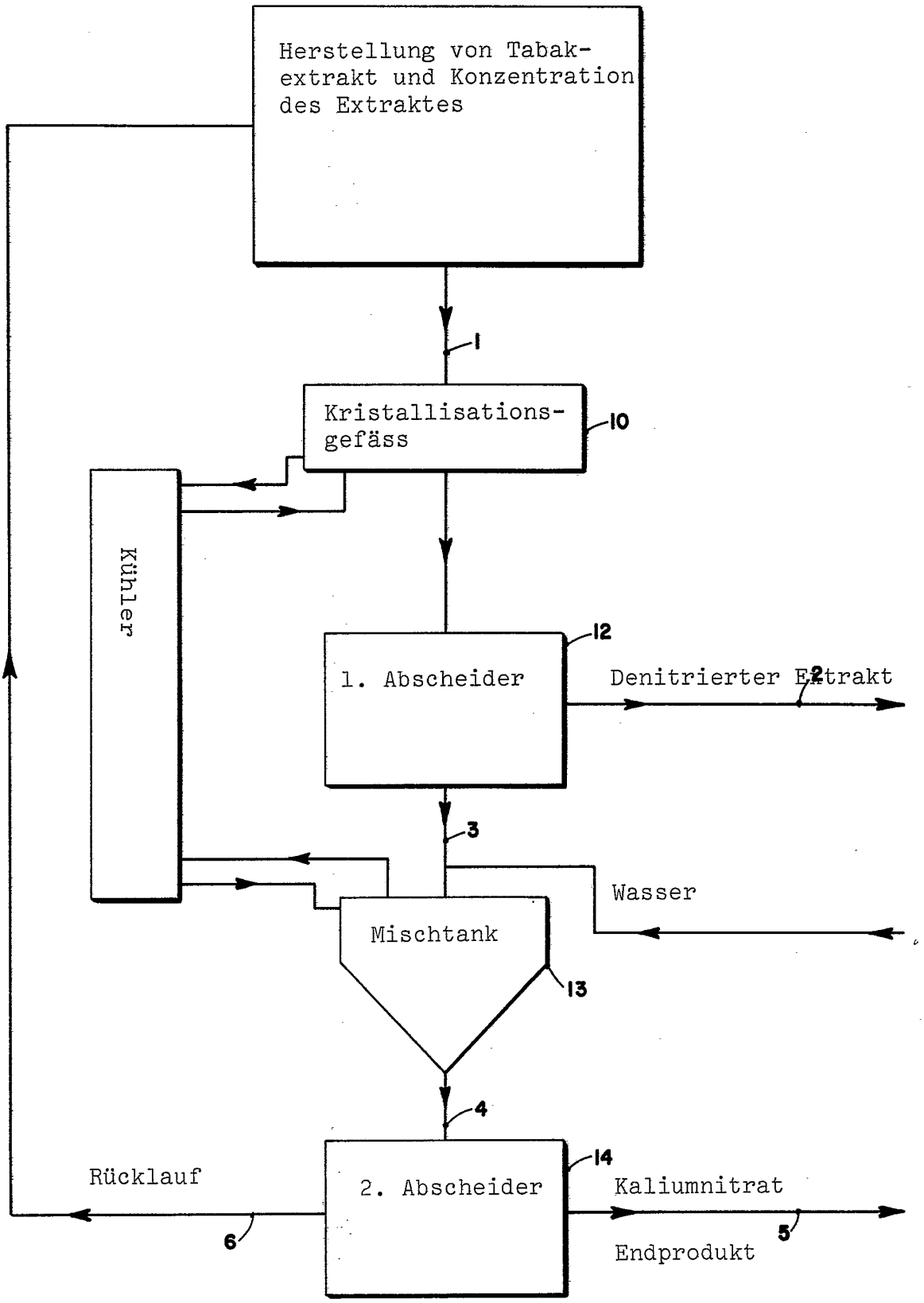
Abschnitt	1	2	3	4	5	6
Gesamtfeststoffe 0,454 kg/h	163,0	140,0	23,0	23,0	15,0	8,0
Kaliumnitrat 0,454 kg/ha	29,0	11,0	18,0	18,0	14,0	4,0
Wasser 0,454 kg/h	155,0	152,0	4,0	21,0	2,0	20,0
insgesamt 0,454 kg/h	319,0	292,0	27,0	44,0	17,0	29,0
insgesamt 4,546 Liter/h	30,0	30,0	—	4,0	—	4,0
Kaliumnitrat %	9,2	4,0	69,3	40,9	83,7	14,4
Gesamtfeststoffe %	51,2	47,7	87,1	52,2	91,3	29,2
Temperatur °C	42	4	—	6	—	8

Repräsentative Proben des kristallinen Kaliumnitratprodukts, die während des Arbeitsganges von 48 Stunden erhalten worden waren, wurden getrocknet und analysiert. Die statistische Analyse der Zusammensetzung des Kaliumnitratprodukts stellt einen aus einer Serie von Bestimmungen abgeleiteten Durchschnitt dar.

Kaliumnitrat*	91,60%
Sulfat	4,50%
Überschüssiges Kalium	0,44%
Phosphat	0,30%
Calcium	1,10%
Natrium	0,06%
Chlorid	0,20%
Kieselerde	0,30%
Organische Stoffe	1,50%

* Bestimmt auf Basis des Nitrat-Stickstoffgehalts.

1 Blatt Zeichnungen


Herstellung von Tabak-
extrakt und Konzentration
des Extraktes
1
Kristallisations-
gefäss
10
Kühler
12
1. Abscheider
Denitrierter Extrakt
2
3
Wasser
Mischtank
13
4
14
Rücklauf
2. Abscheider
Kaliumnitrat
6
5
Endprodukt