

Нижеследующее описание ссылается на определенные конструкции и способы, однако, данная ссылка не должна толковаться как признание того, что данные конструкции и способы относятся к уровню техники согласно существующему законодательству. Заявители сохраняют за собой право продемонстрировать, что любой из объектов изобретения не представляет собой уровень техники.

Экстрагирование никотина из табака с использованием органических растворителей раскрыто в патентах США 3096773; 2227863; 2128043; 2048624; 1196184 и 678362. Экстрагирование никотина из табака сверхкритическими растворителями раскрыто в патенте США 4153063 и в патентах США 5497792 и 5018540.

Несмотря на имеющиеся в настоящее время разработки, существует интерес к усовершенствованным способам экстракции никотина, вкусовых соединений и ароматизирующих соединений из табака. Более того, существует интерес к сохранению экстрагированных никотина и вкусовых/ароматизирующих соединений с целью последующих обработки табака и/или производства сигарет.

Способ получения в устройстве жидкости, обогащенной табачными растворимыми веществами, предусматривает: i) экстрагирование табачных растворимых веществ из табака пропусканием экстракционного растворителя через первый резервуар, содержащий табак, для формирования смеси табака и содержащего табачные растворимые вещества экстракционного растворителя и ii) удаление табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя пропусканием содержащего табачные растворимые вещества экстракционного растворителя через второй резервуар, содержащий улавливающий растворитель, причем табачные растворимые вещества включают никотин и по меньшей мере одно табачное вкусовое/ароматическое соединение, а улавливающий растворитель выбран из группы, состоящей из пропиленгликоля, триацетина, глицерина и их смесей.

Экстракционный растворитель предпочтительно содержит сверхкритическую текучую среду. Жидкость, обогащенная табачными растворимыми веществами, включает раствор табачных растворимых веществ, растворенных в улавливающем растворителе. Данная жидкость может храниться в резервуарах, или же она может быть инкапсулирована или включена в микробусинки, волокна или пленку. После получения жидкости, обогащенной табачными растворимыми веществами, концентрация никотина в этой жидкости может быть уменьшена и/или концентрация по меньшей мере одного табачного вкусового соединения или по меньшей мере одного табачного ароматического соединения в растворе может быть уменьшена.

Предпочтительно никотин и одно или более табачных вкусовых/ароматизирующих соединений одновременно экстрагируются из табака. В предпочтительном варианте по меньшей мере 50 вес.% или по меньшей мере 80 вес.% табачных растворимых веществ, содержащихся в табаке, экстрагируется из табака.

Экстракция табачных растворимых веществ из табака может предусматривать рециркуляцию экстракционного растворителя через табак. Например, отношение общей массы экстракционного растворителя, протекающего через табак, к массе табака может равняться от около 75 до 500. Растворимые вещества могут быть экстрагированы, по существу, из сухого табака или из табака кондиционированного, чтобы содержание влаги в нем составляло вплоть до около 30 вес.%.

Экстракционный растворитель может содержать сверхкритический диоксид углерода, а также может дополнительно содержать соразтворитель, такой как, например, воду; этанол; метанол; ацетон; пропан; 2-пропанол; хлороформ; 1,1,1-трихлорэтан; 2,2,2-трифторэтанол; триэтиламин; 1,2-дибромэтан и их смеси.

Предпочтительный улавливающий растворитель состоит в основном из пропиленгликоля. Предпочтительное отношение массы улавливающего растворителя к массе табака, из которого экстрагируются табачные растворимые вещества, может составлять менее чем около 2 или более предпочтительно менее чем около 1.

Перед экстракцией табачных растворимых веществ из табака табак может быть обработан кислотой или основанием.

Табачные растворимые вещества предпочтительно экстрагируются из табака и переносятся в улавливающий растворитель, когда экстракционный растворитель поддерживают в сверхкритическом состоянии. Для улучшения эффективности переноса табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель, экстракционный растворитель, обогащенный растворимыми веществами, может быть пропущен через резервуар, содержащий помимо улавливающего растворителя насадочный материал. Более того, перенос табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель может включать рециркуляцию нагруженного растворимыми веществами экстракционного растворителя через улавливающий растворитель. В предпочтительном варианте раствор включает, по существу, все табачные растворимые вещества, экстрагированные из табака.

Стадия экстракции включает пропускание потока экстракционного растворителя через табак. Стадия экстракции может быть повторена, причем экстракционный растворитель рециркулируют через тот же табак перед удалением табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя. Стадия удаления включает пропускание содержащего табачные растворимые вещества экстракционного растворителя через улавливающий растворитель. Стадия удаления может быть повторена, где содержащий рас-

творимые вещества экстракционный растворитель рециркулируют через резервуар, содержащий улавливающий растворитель. Способ может альтернативно включать повторение данной стадии или отведение и стадию удаления. Однако в предпочтительном варианте стадия экстракции и стадия удаления осуществляются по проточной схеме (т.е. экстракция и удаление происходят одновременно в соответствующих им резервуарах).

После экстракции и удаления устройство может быть промыто путем введения в устройство свежего экстракционного растворителя и одновременно удалением из устройства экстракционного растворителя, который был использован для экстракции табачных растворимых веществ из табака. Предпочтительно объем введенного свежего экстракционного растворителя, по существу, равен объему удаленного экстракционного растворителя. Во время стадий одновременного введения свежего экстракционного растворителя и удаления использованного экстракционного растворителя температура и давление внутри первого и второго резервуаров предпочтительно остаются, по существу, постоянными. Объем введенного свежего экстракционного растворителя может быть по меньшей мере в два раза больше суммарного объема первого и второго резервуаров.

Жидкость, обогащенная табачными растворимыми веществами, может быть включена в сигаретный компонент, такой как табачная мешка, сигаретная бумага, сигаретный фильтр, полотно или мат для формирования модифицированного вкусовым веществом сигаретного компонента. Сигарета может включать модифицированный вкусовым веществом сигаретный компонент. Более того, помимо сигарет, жидкость, обогащенная табачными растворимыми веществами, может быть использована для придания вкуса другим продуктам с табачным вкусом.

Способ изготовления сигареты включает формирование жидкости, обогащенной табачными растворимыми веществами, нанесение распылением или погружением данного раствора на табачную мешку и/или сигаретную бумагу, подачу табачной мешки в сигаретную машину для формирования табачного стержня, помещение сигаретной бумаги вокруг табачного стержня для формирования табачного стержня сигареты и, возможно, присоединение сигаретного фильтра к табачному стержню с использованием мундштучной бумаги.

В дополнительном варианте модифицированная вкусовым веществом табачная мешка включает табак, обедненный табачными растворимыми веществами, полученный экстракцией табачных растворимых веществ из табака. Сигарета может включать табак, богатый табачными растворимыми веществами, и/или табак, обедненный табачными растворимыми веществами.

Краткое описание чертежа

На чертеже показано устройство для экстракции табачных растворимых веществ из табака и обмена растворителей.

Предлагаются усовершенствованный способ экстракции компонентов табака из табака и способ получения раствора, включающего такие экстрагированные компоненты табака. Также предлагаются сигареты и компоненты для сигарет (например, табачная мешка, сигаретная бумага, сигаретный фильтр, полотно или мат), включающие такие экстрагированные компоненты табака. Кроме того, остальная часть табака, из которого были экстрагированы такие компоненты, может быть использована в сигаретах.

Компоненты табака, такие как вкусовые соединения, ароматизирующие соединения и/или никотин, присутствуют в табаке и собирательно названы здесь как "табачные растворимые вещества". Табачные растворимые вещества могут быть растворены в экстракционном растворителе и удалены из табака. Экстракционный растворитель предпочтительно включает сверхкритическую текучую среду. После удаления из табака табачные растворимые вещества, растворенные в экстракционном растворителе, могут быть распределены из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель без фазового превращения экстракционного растворителя. Предпочтительным улавливающим растворителем является пропиленгликоль, хотя могут быть использованы другие улавливающие растворители, такие как, например, триацетин, глицерин и их смеси. После распределения табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель, экстракционный растворитель, обедненный табачными растворимыми веществами, может быть рециркулирован с целью экстракции дополнительных табачных растворимых веществ (например, из свежего табака или из того же самого табака). Нагруженный табачными растворимыми веществами улавливающий растворитель может быть использован в последующей обработке табака, такой как внесение табачных вкусовых веществ.

Предпочтительно вкусовые соединения, ароматизирующие соединения и никотин одновременно экстрагируются из табака с использованием сверхкритической текучей среды, способной растворять вкусовые соединения, ароматизирующие соединения и никотин. Текучая среда находится в сверхкритическом состоянии, когда она находится в газовой фазе при достаточно высокой температуре, такой, что его нельзя превратить в жидкость путем увеличения давления. Сверхкритические текучие среды типично имеют плотности, сравнимые с плотностями жидкостей, но обладают коэффициентами диффузии и вязкостями, сопоставимыми с газовыми.

Предпочтительной сверхкритической текучей средой является сверхкритический диоксид углерода (SCCO₂). Сверхкритический диоксид углерода - это диоксид углерода, который находится при температуре выше его критической температуры, т.е. выше около 31°C, и давлении выше его критического дав-

ления, т.е. выше около 7×10^6 Н/м² (около 70 атм). Экстрагирование сверхкритическим диоксидом углерода предпочтительно осуществляют при температуре в диапазоне от значения, превышающего критическую температуру, до около 120°C и предпочтительно при давлении в диапазоне от значения, превышающего критическое давление, до около $1,5 \times 10^8$ Н/м² (около 1500 атм). В предпочтительных осуществлениях температура сверхкритического диоксида углерода, использованного для экстракции табачных растворимых веществ, находится между около 60 и около 100°C (например, около 60, около 70, около 80, около 90 или около 100 ± 5 °C), и давление сверхкритического диоксида углерода находится между около 1×10^7 и около 3×10^7 Н/м² (от около 100 до около 300 атм). Например, около 1×10^7 , около $1,5 \times 10^7$, около 2×10^7 , около $2,5 \times 10^7$ или около $3 \times 10^7 \pm 2,5 \cdot 10^6$ Н/м² (около 100, около 150, около 200, около 250 или около 300 ± 25 атм).

Другие подходящие экстракционные растворители, которые могут быть использованы вместо или помимо диоксида углерода, включают н-пропан, н-бутан, н-пентан, н-гексан, н-гептан, циклогексан, этанол, н-пентанол, н-гексанол, толуол, ацетон, метилацетат, диэтиловый эфир, петролейные эфиры и галогенированные углеводороды, такие как дихлорметан, дифторэтан, дихлордифторметан, трифторметан и четыреххлористый углерод. Если необходимо, могут быть использованы смеси сверхкритических текучих сред.

Сверхкритическая(ие) текучая(ие) среда(ы), использованная в качестве экстракционного растворителя, может представлять собой любую сверхкритическую текучую среду, которая растворяет табачные растворимые вещества в сверхкритических условиях. Диапазон температур и диапазон давлений, которые подходят для экстракции с использованием растворителей, отличных от диоксида углерода, типично имеют тот же порядок величины, что и диапазоны для диоксида углерода. Критическая температура (T_c) и критическое давление (P_c) сверхкритической текучей среды могут быть определены стандартными экспериментами или найдены в справочных материалах, таких как "CRC Handbook of Chemistry and Physics", 70th Edition, R.C. Weast et al., Editors, CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida, 1989. Критическая температура и критическое давление некоторых текучих сред приведены в таблице.

Критические температуры и критические давления некоторых текучих сред

Текучая среда	T_c (°C)	P_c (атм)	P_c (Н/м ²)
диоксид углерода	31	73	$7,4 \times 10^6$
н-пропан	97	42	$4,3 \times 10^6$
н-бутан	152	38	$3,9 \times 10^6$
н-пентан	197	33	$3,3 \times 10^6$
н-гексан	234	30	3×10^6
н-гептан	267	27	$2,7 \times 10^6$
циклогексан	280	40	4×10^6
этанол	243	63	$6,4 \times 10^6$
толуол	321	42	$4,2 \times 10^6$
ацетон	236	47	$4,8 \times 10^6$
метилацетат	234	46	$4,7 \times 10^6$
диэтиловый эфир	193	36	$3,6 \times 10^6$
дихлорметан	237	60	6×10^6
дихлордифторметан	112	41	$4,2 \times 10^6$
трифторметан	26	47	$4,8 \times 10^6$
четырёххлористый углерод	283	45	$4,6 \times 10^6$

Возможно, табак может быть модифицирован в целях регулирования растворимости в экстракционном растворителе одного или более табачных растворимых веществ. Например, растворимость табачных растворимых веществ может быть модифицирована путем контролирования pH табака посредством добавления к табаку кислоты (например, HCl) или основания (например, аммиака или водного аммиака).

Сверхкритическая текучая среда может дополнительно включать соразтворитель, такой как, например, воду; этанол; метанол; ацетон; пропан; 2-пропанол; хлороформ; 1,1,1-трихлорэтан; 2,2,2-трифторэтанол; триэтиламин; 1,2-дибромэтан и их смеси. Соразтворитель может быть использован для увеличения или уменьшения растворимости табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде.

После экстракции табачных растворимых веществ из табака содержащий растворимые вещества экстракционный растворитель течет в обменную систему, где табачные растворимые вещества распределяются (т.е. переносятся) из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель. Улавливающий растворитель предпочтительно обладает ограниченной растворимостью в экстракционном растворителе и высоким сродством (например, адсорбционным или абсорбционным сродством) к табачным

растворимым веществам. Предпочтительно экстрагированные табачные растворимые вещества распределяются из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель. В предпочтительном варианте, по существу, все экстрагированные табачные растворимые вещества распределяются в улавливающий растворитель.

Перед распределением табачных растворимых веществ в улавливающий растворитель концентрация никотина в экстракционном растворителе может быть уменьшена и/или концентрация табачного(ых) вкусового(ых) соединения(ий) или табачного(ых) ароматического(их) соединения(ий) в экстракционном растворителе может быть уменьшена. После распределения табачных растворимых веществ в улавливающий растворитель концентрация никотина в улавливаемом растворителе может быть уменьшена или концентрация табачного(ых) вкусового(ых) соединения(ий) или табачного(ых) ароматического(их) соединения(ий) в улавливаемом растворителе может быть уменьшена. Способ уменьшения концентрации никотина в экстракционном растворителе раскрыт в патенте США № 5497792, содержание которого включено в настоящее описание посредством ссылки во всей полноте.

Любая подходящая конструкция резервуаров, которая способна выдерживать сверхкритические условия, может быть использована для экстракции и переноса табачных растворимых веществ. Устройство, пригодное для экстракции табачных растворимых веществ из табака и последующего обмена растворителя, показано на чертеже. Устройство для экстракции и обмена включает экстракционную подсистему, сообщающуюся с обменной подсистемой по текучей среде.

Устройство 100 включает замкнутую жидкостную систему, приспособленную для осуществления генерации и циркуляции сверхкритической текучей среды. Устройство включает экстракционную подсистему 10, состоящую из единственного экстракционного резервуара 1 или из нескольких сообщающихся экстракционных резервуаров (не показаны). Например, несколько экстракционных резервуаров может быть соединено последовательно или параллельно, образуя экстракционную подсистему. Устройство для экстракции растворимых веществ из табака с использованием сверхкритической текучей среды раскрыто в патентах США №№ 5497792 и 5018540, содержание которых полностью включено в настоящее описание путем ссылки.

Устройство 100 также включает обменную подсистему 20. Обменная подсистема может включать единственный обменный резервуар или более сообщающихся обменных резервуаров 2, 3. Один или более обменных резервуаров сообщены по текучей среде с одним или более экстракционными резервуарами. В обменной подсистеме, включающей несколько обменных резервуаров, обменные резервуары могут быть соединены друг с другом последовательно или параллельно. На чертеже показано, что обменные резервуары 2, 3 соединены параллельно, и выход каждого обменного резервуара показан как возможно сообщающийся по текучей среде с открытой атмосферой (например, выходы могут быть сообщены с выпуском газа).

При эксплуатации в экстракционный резервуар 1 загружают табак, который образует слой табака внутри резервуара. Предпочтительно экстракционный резервуар, по существу, полностью заполнен табаком, хотя табачные растворимые вещества могут быть экстрагированы с использованием резервуара, который заполнен табаком в меньшей степени, чем, по существу, полностью. Сверхкритическая текучая среда может быть побуждена к циркуляции через проточную систему с помощью насоса 4 и массового расходомера 5. Сверхкритическая текучая среда может протекать через один или более экстракционных резервуаров и через один или более обменных резервуаров. Давление сверхкритической текучей среды в проточной системе контролируют с помощью наполняющего насоса (например, компрессора) (не показан), и температуру сверхкритической текучей среды контролируют с помощью теплообменника 6. Несколько клапанов 8 может быть использовано для контроля потока сверхкритической текучей среды через устройство.

Примеры подходящих типов табачных материалов, из которых могут быть экстрагированы табачные растворимые вещества, включают табаки дымовой сушки, Брайт, Берли, Мэриленд или Ориентал, редкие или специальные табаки и их смеси. Табачные материалы могут быть предоставлены в форме табачной пластины, обработанных табачных материалов, таких как увеличенный в объеме или вспученный табак, обработанных табачных стеблей, таких как резано-катанные или резано-вспученные стебли, восстановленных табачных материалов или их смесей. Предпочтительно единственный тип табака обрабатывают в ходе экстракционных/распределяющих технологических стадий.

Сверхкритическую текучую среду пропускают через экстракционную подсистему (т.е. через табак), чтобы экстрагировать табачные растворимые вещества из табака, и пропускают через обменную подсистему (т.е. через улавливающий растворитель), чтобы отделить экстрагированные табачные растворимые вещества от сверхкритической текучей среды и распределить их в улавливающий растворитель. Хотя сверхкритическая текучая среда может быть пропущена только через экстракционную подсистему во время экстракции растворимых веществ в течение первого технологического периода и только через обменную подсистему во время переноса растворимых веществ в течение второго технологического периода, в более предпочтительном варианте сверхкритическая текучая среда может одновременно пропускаться пропусканием (т.е. непрерывно) как через экстракционную, так и через обменную подсистемы. В таком предпочтительном варианте эксплуатации сверхкритическая текучая среда течет в непрерывном

цикле через экстракционную и обменную подсистемы.

Сверхкритическая текучая среда предпочтительно поступает в нижнюю часть экстракционного резервуара 1, протекает вверх через слой табака и выходит в верхней части данного резервуара. Экстракционный резервуар 1 может быть приспособлен для аксиального течения или для радиального течения сверхкритической текучей среды через табак. При аксиальном течении сверхкритическая текучая среда течет через слой табака, по существу, в вертикальном направлении из нижней части экстракционного резервуара в направлении верхней части экстракционного резервуара. При радиальном течении сверхкритическую текучую среду направляют для течения горизонтально через слой табака. Например, в резервуаре, сконструированном для радиального течения, сверхкритическая текучая среда может поступать в нижнюю часть резервуара в центральный, вертикальный, имеющий цилиндрическую форму коллектор. Сверхкритическая текучая среда может вытекать из коллектора, по существу, в горизонтальном направлении к периферии резервуара через несколько отверстий в коллекторе. Помимо или вместо центрального коллектора в резервуаре, сконструированном для радиального течения, могут быть использованы внутренние перегородки, чтобы направить горизонтальный поток сверхкритической текучей среды через табак. Радиальное течение сверхкритической текучей среды может свести к минимуму уплотнение табачного материала и может создать условия для меньшего перепада давления внутри экстракционного(ых) резервуара(ов). В случае, когда использовано несколько экстракционных резервуаров, предпочтительно все экстракционные резервуары сконструированы для радиального течения или для аксиального течения сверхкритической текучей среды. При прохождении через слой табака сверхкритическая текучая среда экстрагирует табачные растворимые вещества из табака.

За счет циркуляции сверхкритической текучей среды через экстракционный резервуар концентрация табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде может быть увеличена и концентрация табачных растворимых веществ в остающейся части табака может быть уменьшена. Если концентрация табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде меньше, чем предел насыщения для табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде, сверхкритическая текучая среда может быть дополнительно обогащена табачными растворимыми веществами. Один или более параметров из температуры, давления и скорости потока сверхкритической текучей среды через экстракционный резервуар может быть отрегулирован для контроля растворимости табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде. Геометрию резервуара (длина, ширина или диаметр и/или площадь поперечного сечения) можно варьировать для контроля растворимости табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде.

Предпочтительный суммарный объем сверхкритической текучей среды в системе представляет собой количество, которое будет давать максимальную концентрацию табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде, который пропускают в обменную подсистему.

Как упомянуто выше, чтобы экстрагировать табачные растворимые вещества из табака, сверхкритическую текучую среду подвергают циркуляции и предпочтительно рециркуляции через слой табака. В то время как масса сверхкритической текучей среды в экстракционном резервуаре может быть больше массы табака в экстракционном резервуаре около в 1-5 раз, предпочтительно около в 2-3 раза, суммарная масса сверхкритической текучей среды, подвергнутой циркуляции через табак (т.е. путем рециркуляции), может быть больше массы табака около в 75-500 раз. Отношение суммарной массы сверхкритической текучей среды, подвергнутой циркуляции через табак, к суммарной массе табака (сокращенно м/м) более предпочтительно составляет от около 100 до 400 (например, около 100, 200, 300 или 400 ± 50).

Сверхкритическую текучую среду подвергают циркуляции один или более раз через один или более экстракционных резервуаров, содержащих табак, со скоростью, достаточной для того, чтобы экстрагировать табачные растворимые вещества. Однако чрезмерная скорость сверхкритической текучей среды может вызывать уплотнение слоя табака и уменьшать экстракционную эффективность системы. В то время как экстракционный процесс приводит к удалению табачных растворимых веществ из табака, предпочтительно циркуляция сверхкритической текучей среды через табак не повреждает табак. В предпочтительном варианте сверхкритическую текучую среду вводят в нижнюю часть экстракционного резервуара, содержащего табак, и подают вверх через слой табака при скорости потока от 0,03 до около 0,6 м/мин (от около 0,1 до около 2 футов в минуту), более предпочтительно от около 0,15 до около 0,3 м/мин (от около 0,5 до около 1 фута в минуту).

Кроме нагнетания насосом сверхкритической текучей среды с желаемой скоростью, скорость можно контролировать выбором размеров экстракционного резервуара. Пропорционально больший диаметр резервуара, например, может быть использован для уменьшения скорости растворителя при данном количестве растворителя, пропускаемого через систему, тогда как меньший диаметр резервуара может быть использован для увеличения объема растворителя, контактирующего с табаком в единицу времени. Высота или длина экстракционного резервуара превышает предпочтительно около в 1-5 раз и более предпочтительно около в 1-2 раза ширину или диаметр резервуара.

Перед экстракцией одного или более табачных растворимых веществ из табака табак может быть предварительно обработан. Например, экстракционный процесс может быть осуществлен с использованием сухого или увлажненного табака. Табак может быть кондиционирован, чтобы иметь влагосодержа-

ние вплоть до около 30% (например, вплоть до около 4, 8, 16 или 25%) или большее количество летучих, удаляемых в печи, где процентное содержание летучих, удаляемых в печи, в табаке представляет собой меру влагосодержания плюс незначительная фракция других летучих компонентов. Кроме того, химические основания, такие как бикарбонат аммония, могут быть использованы для предварительной обработки табака, чтобы воздействовать на эффективность экстракции одного или более табачных растворимых веществ. Подходящие химические основания, которые могут быть использованы для предварительной обработки табака перед экстракцией растворимых веществ с использованием сверхкритической текучей среды, раскрыты в патенте США 5018540, содержание которого включено в настоящее описание путем ссылки во всей полноте.

После циркуляции один или более раз через экстракционный(ые) резервуар(ы) нагруженную растворимыми веществами сверхкритическую текучую среду подвергают циркуляции через один или более обменных резервуаров 2, 3. Серия клапанов может быть использована, чтобы направить поток сверхкритической текучей среды из экстракционной подсистемы в обменную подсистему. Предпочтительно, когда нагруженную растворимыми веществами сверхкритическую текучую среду направляют из экстракционной подсистемы в обменную подсистему, сверхкритическая текучая среда поступает в нижнюю часть обменного резервуара и течет вверх, выходя в верхней части.

Несколько обменных резервуаров, соединенных последовательно или параллельно, может быть использовано для удаления табачных растворимых веществ из сверхкритического растворителя в процессе, использующем единственный экстракционный резервуар или более экстракционных резервуаров. Каждый обменный резервуар содержит улавливающий растворитель, который предпочтительно обладает ограниченной растворимостью в сверхкритической текучей среде. Более того, улавливающий растворитель предпочтительно обладает высоким адсорбционным или абсорбционным сродством к табачным растворимым веществам. Обменные резервуары также предпочтительно все сконструированы для радиального течения и/или аксиального течения сверхкритической текучей среды, но необязательно, чтобы они имели ту же конструкцию, что и экстракционные резервуары.

Предпочтительным улавливающим растворителем является пропиленгликоль, хотя могут быть использованы другие улавливающие растворители, такие как глицерин, триацетин или их смеси. Пропиленгликоль и глицерин, которые представляют собой полиспирты, и триацетин, который представляет собой простой эфир полиспирта, являются полярными растворителями и обладают ограниченной растворимостью в воде.

Сверхкритическую текучую среду (например, сверхкритический диоксид углерода) подвергают циркуляции через обменный(ые) резервуар(ы) в сверхкритических условиях. Следовательно, температура и давление внутри обменного(ых) резервуара(ов) выбраны так, чтобы обеспечить течение сверхкритической текучей среды из экстракционной подсистемы в обменную подсистему в сверхкритическом состоянии. Предпочтительно температура и давление в обменном(ых) резервуаре(ах) являются, по существу, эквивалентными температуре и давлению в экстракционном(ых) резервуаре(ах).

Поскольку экстракционный растворитель предпочтительно поддерживают в сверхкритических условиях как во время экстракции растворимых веществ, так и при обмене растворимых веществ, данный способ является более энергосберегающим, чем способ, использующий фазовое превращение сверхкритической текучей среды для осуществления обмена растворимых веществ.

Улавливающий растворитель может абсорбировать и/или адсорбировать табачные растворимые вещества, растворенные в сверхкритической текучей среде. Абсорбционная и/или адсорбционная эффективность улавливающего растворителя типично обратно пропорциональна концентрации растворимого вещества в улавливающем растворителе. Следовательно, когда нагруженную растворимыми веществами сверхкритическую текучую среду впервые вводят в обменный резервуар, улавливающий растворитель обладает большой емкостью для растворимого вещества и может удалять растворимое вещество, которое присутствует в сверхкритической текучей среде в низких концентрациях. По мере того как растворимое вещество распределяется в улавливающий растворитель, эффективность переноса растворимого вещества из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель типично уменьшается.

Эффективность переноса растворимого вещества из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель может быть повышена 1) увеличением концентрации растворимого вещества в сверхкритической текучей среде, 2) уменьшением концентрации растворимого вещества в улавливающем растворителе, 3) изменением температуры, давления и/или скорости потока сверхкритической текучей среды, 4) введением соразтворителя в сверхкритическую текучую среду и/или 5) изменением геометрии экстракционного резервуара.

Клапанам и другому оборудованию может быть придана такая конфигурация, чтобы изолировать и/или подключить экстракционные и обменные резервуары к системе. Например, устройство может включать клапанную систему и оборудование, приспособленное для удаления из системы лишнего растворимых веществ табака, введения в систему богатого растворимыми веществами табака, введения в систему не содержащего растворимых веществ улавливающего растворителя и/или удаления из системы обогащенного растворимыми веществами улавливающего растворителя. Введение и/или удаление резервуара предпочтительно осуществляют, когда резервуар изолирован от потока сверхкритического раство-

рителя. Следовательно, экстракционный и/или обменный процессы предпочтительно не прерываются подключением или удалением резервуаров из системы. Технические приемы введения и удаления экстракционных и обменных резервуаров в системе с множеством резервуаров описаны в патенте США № 5497792, содержание которого включено в настоящее описание посредством ссылки во всей полноте.

Кроме того, что предусматривается клапанная система для направления потока сверхкритической текучей среды через экстракционную и обменную подсистемы, система регулирования потока предпочтительно включает стопорные клапаны, фильтры или другие геометрические приспособления для ограничения потока улавливающего растворителя. Обменный резервуар сконструирован предпочтительно таким образом, чтобы удерживать улавливающий растворитель в обменном резервуаре, позволяя в то же время сверхкритической текучей среде протекать через обменный резервуар. Например, сверхкритическая текучая среда может втекать в обменный резервуар через однопутевой стопорный клапан, который ограничивает обратное течение сверхкритической текучей среды и улавливающего растворителя из входа в обменный резервуар. В другом примере подводный трубопровод, который питает обменный резервуар, может располагаться выше обменного резервуара, что может препятствовать обратному течению сверхкритической текучей среды и улавливающего растворителя из входа в обменный резервуар.

Внутренняя геометрия резервуара может быть использована для того, чтобы воспрепятствовать течению улавливающего растворителя из верхней части обменного резервуара. Чтобы уменьшить унос улавливающего растворителя со сверхкритической текучей средой, может быть отрегулирована скорость аксиального потока сверхкритической текучей среды и/или может быть использован сепарирующий фильтр. Следовательно, после распределения растворимых веществ из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель, сверхкритическая текучая среда, по существу, лишенная растворимого вещества и, по существу, не содержащая улавливающего растворителя, может быть возвращена в экстракционный цикл путем ее рециркуляции в экстракционный(ые) резервуар(ы). Поскольку типичные улавливающие растворители обладают ограниченной растворимостью в типичных сверхкритических текучих средах, улавливающий растворитель, который может быть растворен в сверхкритической текучей среде, может покинуть обменный резервуар и циркулировать через систему.

В примере, где улавливающий растворитель имеет более высокую плотность, чем сверхкритическая текучая среда, сверхкритическая текучая среда предпочтительно втекает в обменный резервуар в нижней части и покидает обменный резервуар в верхней части. Когда улавливающий растворитель имеет более высокую плотность, чем сверхкритическая текучая среда, большая плотность может способствовать удержанию улавливающего растворителя в обменном резервуаре. В примере, где улавливающий растворитель имеет меньшую плотность, чем сверхкритическая текучая среда, сверхкритическая текучая среда предпочтительно втекает в обменный резервуар в верхней части и покидает обменный резервуар в нижней части.

В предпочтительном варианте сверхкритическая текучая среда в экстракционной системе удаляет из табака, по существу, полностью никотин, вкусовые соединения и ароматизирующие соединения, содержащиеся в табаке. В другом предпочтительном варианте, по существу, все табачные растворимые вещества, экстрагированные сверхкритической текучей средой, распределяются из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель.

Кроме улавливающего растворителя обменный(ые) резервуар(ы) может содержать инертный наполнитель и насадочный материал, способный улучшать эффективность обмена табачных растворимых веществ из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель. Насадочный материал может быть изготовлен из металла, такого как нержавеющая сталь, титан или сплав Hastalloy; или из керамики, такой как оксид алюминия. Предпочтительно насадочный материал является высокопористым (например, от около 90 до 99% пор по объему) с тем, чтобы уменьшить перепад давления внутри обменного резервуара. Насадочный материал может иметь форму ваты, сетки, полотна или другую форму, которая может улучшать перенос табачных растворимых веществ из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель, когда нагруженную растворимыми веществами сверхкритическую текучую среду пропускают через улавливающий растворитель.

Скорость подачи в обменный резервуар нагруженной растворимыми веществами сверхкритической текучей среды предпочтительно, по существу, равна скорости выхода из обменного резервуара не содержащей растворимых веществ сверхкритической текучей среды.

Для переноса, по существу, всех табачных растворимых веществ из сверхкритической текучей среды в улавливающий растворитель сверхкритическая текучая среда может быть рециркулирована через один или более обменных резервуаров. Как указано выше, предпочтительно не содержащую растворимых веществ сверхкритическую текучую среду после ее выхода из обменной подсистемы возвращают в экстракционную подсистему, чтобы экстрагировать табачные растворимые вещества.

Когда сверхкритическую текучую среду подвергают циркуляции через экстракционную подсистему, сверхкритическую текучую среду предпочтительно также подвергают циркуляции через обменную подсистему.

Концентрация табачных растворимых веществ в сверхкритической текучей среде и/или улавливающим растворителе может быть измерена во время или после процесса (например, на выходе из экс-

тракционного резервуара и/или на выходе из обменного резервуара) с целью определения эффективности экстракции и/или обмена.

Обменный резервуар должен содержать достаточное количество улавливающего растворителя, чтобы уловить, по существу, все табачные растворимые вещества, которые экстрагированы из табака. Отношение (кг/кг) улавливающего растворителя к табаку составляет предпочтительно менее чем около 2, более предпочтительно менее чем около 1 (например, 0,2, 0,4, 0,6 или $0,8 \pm 0,1$). В предпочтительном варианте сверхкритическую текучую среду используют для экстракции из табака большей части табачных растворимых веществ, содержащихся в табаке (например, более чем 50%, более предпочтительно более чем 80 вес.%).

После экстракции из табака большей части никотина и/или большей части вкусовых и ароматизирующих веществ, температура и давление системы могут быть возвращены к около комнатной температуре и около атмосферному давлению соответственно, и подвергнутый экстракции табак и нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель могут быть извлечены из системы. Однако поскольку табачные растворимые вещества и обменные растворители могут обладать ограниченной растворимостью в большинстве сверхкритических текучих сред, перед понижением температуры и/или давления системы может быть использована конечная обменная стадия для того, чтобы, по существу, удалить табачные растворимые вещества и/или улавливающий растворитель из сверхкритической текучей среды. Предпочтительная конечная обменная стадия включает высвобождение из системы сверхкритической текучей среды, использованной во время экстракции, с одновременным введением свежей сверхкритической текучей среды в систему.

Сверхкритическая текучая среда, высвобождаемая из системы, может быть высвобождена в конечный сборный резервуар. Свежая сверхкритическая текучая среда, по существу, не содержит растворимых веществ и экстракционного растворителя. В ходе конечного обмена температура и давление системы предпочтительно остаются, по существу, постоянными. Объем свежей сверхкритической текучей среды, использованной в конечном обмене (для промывки системы) предпочтительно представляет собой объем, эффективный для удаления из системы, по существу, всей сверхкритической текучей среды, которая была использована в экстракционном процессе. Объем свежей сверхкритической текучей среды, использованной для промывки системы, может быть по меньшей мере в два раза больше суммарного объема системы, более предпочтительно по меньшей мере в четыре раза больше суммарного объема системы.

Одно преимущество конечной обменной стадии (например, процедуры спуска) заключается в том, что табак внутри системы подвергают воздействию (т.е. покрывают) сверхкритической текучей среды, которая, по существу, не содержит растворимых веществ и, по существу, не содержит экстракционной растворитель перед сбросом давления в системе. Путем удаления, по существу, всего табачного растворимого вещества и, по существу, всего обменного растворителя из сверхкритической текучей среды качество подвергнутого экстракции табака может быть улучшено. Дополнительное преимущество конечной обменной стадии заключается в том, что не обменявшееся (т.е. оставшееся) растворимое вещество может быть извлечено из сверхкритической текучей среды, что увеличивает общую эффективность системы.

В другом предпочтительном варианте предоставлен улавливающий растворитель, содержащий табачные растворимые вещества, растворенные в улавливавшем растворителе. Нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель, который предпочтительно хранят при охлаждении, может быть использован для включения одного или более табачных растворимых веществ в приготовление/модификацию табака и/или в производство сигарет.

Нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель может быть включен в компонент, используемый для изготовления сигареты, в количестве, эффективном для модификации свойств (например, органолептических свойств) сигаретного компонента. Более того, путем включения модифицированного растворимыми веществами сигаретного компонента в сигарету оказывается возможным контролировать органолептические свойства сигареты. Например, табачные растворимые вещества, включая вкусовые и ароматизирующие соединения, могут быть экстрагированы из табака Ориентал и перенесены в улавливающий растворитель (например, пропиленгликоль) и впоследствии включены в сигарету, включающую табак Берли для придания оттенка табака Ориентал сигарете из табака Берли.

Согласно осуществлению концентрация никотина в нагруженном растворимыми веществами улавливавшем растворителе может быть уменьшена до включения нагруженного растворимыми веществами улавливающего растворителя в производство сигареты или сигаретного компонента. Концентрация никотина в нагруженном растворимыми веществами улавливавшем растворителе может быть уменьшена по меньшей мере на 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 или 90%. В дополнительном варианте, по существу, весь никотин может быть удален из нагруженного растворимыми веществами улавливающего растворителя (т.е. концентрация никотина в нем может быть уменьшена на около 100%).

Любое количество способов может быть использовано для включения улавливающего растворителя, включающего табачные растворимые вещества, в сигарету или в сигаретный компонент (например, в табачную мешку, сигаретный фильтр, полотно, мат или сигаретную бумагу, такую как оберточная бумага). Например, сигаретная бумага, такая как сигаретная бумажная обертка, может включать полотно цел-

люлозного материала или мат из волокон, фибрилл или микрофибрилл.

Сигаретный компонент может быть покрыт нагруженным растворимыми веществами улавливающим растворителем способом распыления или погружения. Микробусины, частицы, волокна или пленки нагруженного растворимыми веществами улавливающего растворителя могут быть включены в сигаретный компонент, такой как табачная мешка. Кроме того, нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель может быть включен в другие изделия с табачным вкусом.

Нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель может быть добавлен к табаку табачной мешки, который подают в сигаретную машину, или включают в предварительно сформированный табачный стержень до обертывания сигаретной обертки вокруг табачного стержня. Табачная мешка, к которой добавлен нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель, может включать табак, который не был обработан экстракционным растворителем, или же табачная мешка может включать нерастворимый остаток табака, оставшийся после обработки табака экстракционным растворителем. Согласно одному осуществлению способ производства модифицированного вкусовыми веществами табака включает стадию опрыскивания табака (например, табачной мешки) нагруженным растворимыми веществами улавливающим растворителем. Модифицированный вкусовыми веществами табак необязательно может быть высушен и переработан в сигарету.

Другая технология включения экстрагированных табачных веществ в табак включает добавление нагруженного растворимыми веществами улавливающего растворителя к суспензии ингредиентов, используемых для производства восстановленного табака. Нагруженный растворимыми веществами улавливающий растворитель, который предпочтительно включает никотин и по меньшей мере одно вкусовое соединение и/или по меньшей мере одно ароматическое соединение, может быть добавлен к суспензии в любом подходящем количестве. Суспензия может быть сформована в восстановленный табачный лист и нарезана с тем, чтобы подходить для включения в качестве 100% наполнителя табачного стержня, или же нарезанные полоски могут быть добавлены в материал-наполнитель табачного стержня, и данная смесь может быть сформована в табачный стержень.

Экстрагированные табачные растворимые вещества могут быть включены в сигаретную бумагу и/или нанесены на сигаретную бумагу для формирования модифицированной вкусовыми веществами сигаретной бумаги. Модифицированная вкусовыми веществами сигаретная бумага может быть включена в сигарету в качестве оберточной бумаги или наполнителя (например, измельченной модифицированной вкусовыми веществами сигаретной бумаги, добавленной к табачной мешке). Путем включения табачных растворимых веществ в сигаретную бумагу можно контролировать органолептические свойства сигареты, включающей модифицированную вкусовыми веществами сигаретную бумагу. Сигарета может включать модифицированную вкусовыми веществами сигаретную бумагу и/или модифицированную вкусовыми веществами табачную мешку. Табачная мешка, использованная для формирования сигареты, может включать 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90% или более по массе модифицированной вкусовыми веществами табачной мешки.

В еще одном дополнительном варианте представлена табачная мешка, имеющая существенно пониженную концентрацию никотина и существенно пониженную концентрацию как вкусовых соединений, так и ароматизирующих соединений. После обработки в экстракционной подсистеме подвергнутый обработке табак может иметь пониженную концентрацию никотина, вкусового соединения и/или ароматического соединения, т.е. концентрацию по меньшей мере на 50% меньшую, более предпочтительно по меньшей мере на 80% меньшую, чем необработанный табак. Предпочтительно по сравнению с необработанным табаком табак, подвергнутый экстракции, по существу, не содержит никотин, вкусовые соединения и ароматизирующие соединения.

Обработанный (например, подвергнутый экстракции) табак может быть включен в сигарету. Способ изготовления сигареты включает (i) экстрагирование табачных растворимых веществ, таких как никотин, вкусовые соединения и ароматизирующие соединения из табака с образованием экстрагированного табака; (ii) подачу экстрагированного табака в сигаретную машину для формирования табачного стержня; (iii) помещение сигаретной бумаги вокруг табачного стержня для формирования табачного стержня сигареты и (iv) необязательно, присоединение сигаретного фильтра к табачному стержню с использованием мундштучной бумаги. Экстрагированный табак предпочтительно используют в качестве наполнителя в сигарете, дополнительно включающей не подвергнутый экстракции табак.

Хотя изобретение описано со ссылкой на предпочтительные варианты выполнения, понятно, что в него могут быть внесены изменения и модификации, которые будут очевидны специалистам в данной области. Такие изменения и модификации следует рассматривать, как находящиеся в объеме изобретения, определенном прилагаемой формулой изобретения.

Все вышеупомянутые ссылки полностью включены в настоящее описание путем ссылки в той же степени, как если бы было особо указано, что каждый отдельный документ полностью включен в настоящее описание путем ссылки.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения обогащенной табачными растворимыми веществами жидкости в устройстве, предусматривающий:

i) экстрагирование табачных растворимых веществ из табака пропусканием экстракционного растворителя через первый резервуар, содержащий табак, с образованием смеси табака и содержащего табачные растворимые вещества экстракционного растворителя; и

ii) извлечение табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя путем пропускания содержащего табачные растворимые вещества экстракционного растворителя через второй резервуар, содержащий улавливающий растворитель, причем указанные табачные растворимые вещества включают никотин и по меньшей мере одно табачное вкусовое соединение или по меньшей мере одно табачное ароматическое соединение и улавливающий растворитель выбран из группы, состоящей из пропиленгликоля, триацетина, глицерина и их смесей.

2. Способ по п.1, в котором экстракционный растворитель включает сверхкритическую текучую среду, и сверхкритическую текучую среду поддерживают в сверхкритическом состоянии во время стадий i) и ii).

3. Способ по п.1, в котором из табака одновременно экстрагируют никотин и по меньшей мере одно табачное вкусовое соединение или по меньшей мере одно табачное ароматическое соединение.

4. Способ по п.1, в котором из табака экстрагируют по меньшей мере 50 вес.% или по меньшей мере 80 вес.% табачных растворимых веществ, содержащихся в табаке.

5. Способ по п.2, в котором сверхкритическая текучая среда включает диоксид углерода.

6. Способ по п.2, в котором сверхкритическая текучая среда дополнительно включает соразтворитель, выбранный из группы, состоящей из воды; этанола; метанола; ацетона; пропана; 2-пропанола; хлороформа; 1,1,1-трихлорэтана; 2,2,2-трифторэтанола; триэтиламина; 1,2-дибромэтана и их смесей.

7. Способ по п.1, в котором улавливающий растворитель состоит в основном из пропиленгликоля.

8. Способ по п.1, в котором второй резервуар дополнительно содержит насадочный материал, способный повысить эффективность обмена табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя в улавливающий растворитель.

9. Способ по п.1, в котором указанная жидкость включает, по существу, все табачные растворимые вещества, экстрагированные из табака.

10. Способ по п.1, дополнительно предусматривающий уменьшение концентрации никотина и/или уменьшение концентрации по меньшей мере одного табачного вкусового соединения или по меньшей мере одного табачного ароматического соединения в указанной жидкости, обогащенной растворимыми веществами.

11. Модифицированный вкусовыми веществами сигаретный компонент, содержащий жидкость, обогащенную табачными растворимыми веществами, полученную способом по п.1, причем сигаретный компонент выбран из группы, состоящей из табачной мешки, сигаретной бумаги, сигаретного фильтра, полотна и мата.

12. Сигарета, включающая обогащенную табачными растворимыми веществами жидкость, полученную способом по п.1.

13. Изделие, ароматизированное вкусовыми табачными веществами, включающее обогащенную табачными растворимыми веществами жидкость, полученную способом по п.1.

14. Способ изготовления сигареты, включающей обогащенную табачными растворимыми веществами жидкость, полученную способом по п.1, предусматривающий:

i) нанесение указанной жидкости путем распыления или погружения на табачную мешку и/или сигаретную бумагу;

ii) подачу табачной мешки в сигаретную машину для формирования табачного стержня;

iii) помещение сигаретной бумаги вокруг табачного стержня для формирования табачного стержня сигареты и

iv) возможно, присоединение сигаретного фильтра к табачному стержню с использованием мундштучной бумаги.

15. Табачная мешка с модифицированным вкусом, содержащая табак, обедненный табачными растворимыми веществами, полученными способом по п.1.

16. Сигарета, содержащая табак, обогащенный табачными растворимыми веществами, и табак, обедненный табачными растворимыми веществами, полученными способом по п.1.

17. Способ получения жидкости, обогащенной табачными растворимыми веществами, предусматривающий:

i) получение экстракционного растворителя, содержащего растворенные в нем одно или более растворимых табачных веществ;

ii) удаление табачных растворимых веществ из экстракционного растворителя пропусканием содержащего табачные растворимые вещества экстракционного растворителя через резервуар, содержащий полярный растворитель; и

iii) удаление, по существу, не содержащего табачных растворимых веществ экстракционного растворителя из резервуара, причем табачные растворимые вещества включают никотин и по меньшей мере одно табачное вкусовое соединение или по меньшей мере одно табачное ароматическое соединение и полярный растворитель, выбранный из группы, состоящей из пропиленгликоля, триацетина, глицерина и их смесей.

18. Способ по п.17, в котором экстракционный растворитель содержит сверхкритическую текучую среду, а сверхкритическая текучая среда содержит сверхкритический диоксид углерода.

