

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

A24D 3/00

[12]发明专利说明书

[21] ZL 专利号 94105365.2

[45]授权公告日 1999 年 8 月 25 日

[11]授权公告号 CN 1044774C

[22]申请日 94.4.28 [24]颁证日 99.6.5

[21]申请号 94105365.2

[30]优先权

[32]93.4.30 [33]US[31]056228

[32]94.3.18 [33]US[31]209965

[73]专利权人 塞拉尼斯阿希德特 LLC 公司

地址 美国北卡罗来纳

[72]发明人 J·B·霍普金 H·T·布拉德谢

D·O·库谢尔

审查员 何越峰

[74]专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利商标事
务所

代理人 孙 爱

权利要求书 2 页 说明书 12 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 从卷烟生产废料中回收纤维素酯

[57]摘要

本发明公开了一种回收过滤嘴卷烟生产得到的废料的方法,该法包括如下步骤:提供从过滤嘴卷烟生产中得到的废料流。该废料流含有烟草、含纤维素酯聚合物的过滤嘴以及纸。从该废料流中分离出大部分的过滤嘴。该过滤嘴用足够量的水洗涤,以便分出粘接的包边纸以及从纤维素酯聚合物中除去杂质。然后可干燥、再溶解纤维素酯聚合物并加工成有利的商业制品。

ISSN 1000-8427 4

权 利 要 求 书

1.一种回收来自卷烟生产中的废料的方法,所述的方法包括如下步骤:

提供从卷烟生产中得到的废料流,该废料流包括烟草、含纤维素酯聚合物的过滤嘴和纸;

从废料中分离出大部分过滤嘴; 和

用温度为 10 至 100 °C 及 pH 为 4.0 至 8.0 的水洗涤过滤嘴,以便除去粘合在过滤嘴上的任何的纸以及从纤维素酯聚合物中除去水可除去的杂质。

2.根据权利要求 1 的方法,其特征在于借助空气淘析进行分离。

3.根据权利要求 1 的方法,其特征在于在分离过程中使过滤嘴中的烟草含量降到小于 1 % (重量)。

4.根据权利要求 1 的方法,其特征在于还包括降低废料流粒度的步骤。

5.根据权利要求 1 的方法,其特征在于水与纤维素酯聚合物的比在 0.85: 1 至 200: 1 之间。

6.根据权利要求 1 的方法,其特征在于在洗涤过程中还加入表面活性剂,其量小于 1.0 % (重量)。

7.根据权利要求 1 的方法,其特征在于所述的水为操作压力高达 100 磅/寸²的水蒸汽。

8.根据权利要求 1 的方法,其特征在于一部分所述的水在约 10

至 100 ℃ 之间，而另一部分是操作压力高达 100 磅/英寸²的水蒸汽。

9.根据权利要求 1 的方法，其特征在于所述的水含有氧化剂。

10.根据权利要求 1 的方法，其特征在于所述的过滤嘴与所述的废料流分离后，还包括用氧化剂预处理所述的过滤嘴的步骤。

11.一种从过滤嘴卷烟生产中回收过滤嘴的方法，所述的方法包括如下步骤：

提供有来自过滤嘴卷烟的过滤嘴和纸的废料流，所述的过滤嘴含纤维素酯聚合物；和

用温度为 10 至 100 ℃ 及 pH 为 4.0 至 8.0 的水洗涤过滤嘴，以便除去任何粘合在纤维素酯上的纸以及水可除去的杂质。

说明书

从卷烟生产废料中回收纤维素酯

本发明涉及回收在过滤嘴卷烟生产过程中产生的废料，特别是纤维素酯。

纤维状纤维素酯，特别是醋酸纤维素是工业上用来过滤过滤嘴香烟产生的烟尘的优选介质。这一工业应用使全世界每年要消耗数亿磅醋酸纤维素纤维。在这些过滤嘴香烟的生产过程中，其中有一定比例的过滤嘴卷烟由于商品损坏、不合规格或其他一些原因不能进入市场。这些未销售的卷烟通常要进行回收处理，在这一过程中，卷烟装满烟草的部分与过滤嘴用机械分开，并在筛选设备中用振动的方法将烟草除去。在美国专利 3224451 中给出了这一方法的一个实施例，该专利作为参考并入本发明。

回收烟草后，留下数千万磅工业中称为“剥落废料”(ripper waste)的残留物，它由醋酸纤维素(通常例如用甘油三乙酸酯塑化)、纸、剩余烟草组成，常常还残有香精和食用香料。这些剥落废料最普遍作为废物掩埋处理，这就意味着造成天然资源的损失和废物掩埋能力的负担。

该剥落废料的组成随卷烟产品的特性和所采用的烟草回收方法而变化。按重量计,该剥落废料的典型的组成范围为:a)40—55%醋酸纤维素;b)1—12%增塑剂;c)25—45%纸;d)1—15%残留烟草;(e)2—3%粘合剂和f)<1%香精/食用香料。在这些废料中还可能发现另外的组分,例如木炭,这与具体的卷烟产品有关。

过去,回收卷烟组分中采用的物理/机械分离方法或者是集中在从其他组分中筛选出烟草(如美国专利 3224451 就是这样),或者是

从醋酸纤维素滤嘴纸衬中除去醋酸纤维素过滤嘴介质(如美国专利 4261790 就是这样),在此它们作为参考并入本发明。其他一些途径还包括醋酸纤维素的酶降解生产有用的糖类,如美国专利 4298013。

醋酸纤维素从剥落废料中的分离不足以提供有高度工业实用性的回收产品。在卷烟的生产过程中,醋酸纤维素用增塑剂处理,以提高成品过滤嘴的机械性能。醋酸纤维素也可用食用香料如薄荷醇处理,该醋酸纤维素从烟草中吸收一些尼古丁和其他物质。如果将醋酸纤维素/增塑剂/香精混合物溶解在典型的纤维素酯溶剂中,并再制成产品,那么这些外来的物质不但会改变醋酸纤维素的机械性质而且会改变其味觉性质,因此会降低用这些回收物质生产的产品的整体质量。用传统的溶剂如乙醇的萃取方法可用来从醋酸纤维素中除去大部分不希望的杂质。但是,此时萃取溶剂变成一种不希望的污染物,因此使产品质量下降。使用这样的萃取溶剂引起的另外一个

困难在于这些溶剂可逸到环境中去,必须要有昂贵的防护措施。

在使用传统的有机萃取伴随的困难可使用超临界或近超临界流体萃取的方法来避免,如在 1992 年 10 月 27 日提交的美国专利申请系列号 07/967088 中描述的,在此该申请作为参考并入本发明。在这样的超临界萃取或近超临界萃取法中。在常温和常压下为气态的物质如二氧化碳被转变成高压溶剂。这一高压溶剂可有效地溶解过滤嘴废料中存在的杂质,当该流体的压力和温度降低时释放出这些有机杂质。在这一超临界或近超临界萃取法中使用的萃取流体可在该法中有效地循环,并且在回收的纤维素酯聚合物产品内不会留下残留物。虽然这一高压过程可有效地清除过滤嘴废料中不希望有的有机杂质,但是它需要大量的投资,用于建造能在相当高的压力下安全操作的设备容器,这一压力是大多数所希望的流体进入超临界或近超临界区所需要的。

在美国专利 4191199 中,水被用来使整个卷烟中的胶质接缝变软。一旦烟卷柱—实际上含有烟草的卷烟部分被展开,那么游离的烟草就可用常规方法机械除去。

对于本专业熟练的技术人员来说,在生产纯洁的纤维素酯聚合物中使用的水洗步骤是十分熟悉的。这样的洗涤可从纤维素酯聚合物中除去生产残留物诸如长链脂肪酸和乙酸。在美国专利 2264828、2860132 和 Kirk—Othmer 著《化学工艺百科全书》(John Wiley and Sons, New York) 第三版“醋酸纤维素”条目中描述了纯洁纤维素酯

聚合物这样的水洗过程。

在卷烟废料回收中水处理的另一应用是将通过传统的振动/筛选过程回收的小颗粒烟草、细烟草再加工形成的草片或烟草纸。在美国专利 3012914 中给出了这样的再加工成形过程的例子。

技术文献中有大量有关纤维素湿浆化的参考文献。那些熟悉醋酸纤维素和纤维素化学、粘合性质和溶液性质的技术人员会认识到,这两种聚合物几乎没有什么共同的性质,所以必须作为不同的物质来处理。参见 Kirk—Othmer《化学工艺百科全书》(John Wiley and Sons, New York)第三版“醋酸纤维素”条目。

本发明公开了一种回收生产过滤嘴卷烟过程中产生的废料的方法。该法包括如下步骤:提供由生产过滤嘴卷烟得到的废料流。该废料含有烟草、由纤维素酯聚合物构成的过滤嘴以及纸。将过滤嘴的主要部分从该废料流中分离出来。用足够数量的水洗涤过滤嘴,以便分出包边纸以及从纤维素酯聚合物中除去杂质。然后可将纤维素酯聚合物干燥、再次溶解以及加工成有用的商业制品。

下面更详细地说明本发明,该发明涉及一种回收生产过滤嘴卷烟的废料的方法。

由生产过滤嘴卷烟得到的废料流通常含有烟草、纸以及纤维素酯过滤嘴材料。这一废料可为剥落废料(如上讨论的)或者可为整个断裂的过滤嘴卷烟(两者的差别在于后者有更大的烟草含量)。纤维素酯过滤嘴材料通常含有纤维状的醋酸纤维素(在卷烟工业中称为

“TOW”)和下面讨论的各种杂质。

纤维素酯过滤嘴材料或聚合物通常由醋酸纤维素组成(乙酰基值为约 38 至 41%),但还可含有其它通常已知的或商业上可得到的纤维素酯。醋酸纤维素过滤嘴在过滤嘴和过滤嘴卷烟生产过程中被增塑剂、粘合剂和香精/食用香料弄脏。增塑剂的例子包括(但不限于)三醋精(也称为三乙酸甘油酯或 *PZ*)、二乙酸丙二醇酯(也称为 *TEGDA*) 及其混合物。在生产卷烟中使用的粘合剂的例子包括(但不限于)聚乙烯乙酸酯(*PVA*)、乙烯-乙酸乙烯酯(*EVA*)、醋酸纤维素及其混合物。香料可被过滤嘴材料从烟草中吸收如尼古丁,也可被加入如薄荷醇。

优选的是,在杂质从纤维素酯聚合物中除去以前,先将纤维素酯聚合物从废料流中降去。分离后在纤维素酯聚合物中烟草的重量含量应小于约 1%(重量)。

任何传统的方法都可用来从废料流中分离出纤维素酯聚合物。这些方法的例子包括从纤维素酯聚合物中手工分离出烟草和纸;从纤维素酯聚合物中筛出纸和烟草以及从纤维素酯聚合物中旋风分离或淘析出纸和烟草。对于从废料流中分离出纤维素酯聚合物来说,用空气淘析是优选的方法。

对上述的分离以前或以后的废料流也可非限制地,选用任何传统的降低粒度法处理。这些降低粒度法使分离更加容易,如本专业普通的技术人员熟悉的。这样的方法包括(但不限于)研碎、切碎、碾

磨和造粒。

一旦疏松的纸和烟草纤维从材料素酯过滤嘴中分离出来，为了最终得到没有或基本上没有杂质的回收醋酸纤维素还需要另外两种分离。纤维素酯过滤嘴材料通常被包裹或用过滤嘴纸包缠，该过滤嘴纸通常本身粘在一起或粘在过滤咀上。为了保证回收的纤维素酯溶液的纯度和过滤性，必须除去这一包裹纸。纤维素酯过滤嘴材料通常还被上述的烟草香精/食用香料、粘合剂和增塑剂弄脏。

在本发明中，除去过滤嘴纸和除去含在纤维素酯过滤嘴材料中的杂质可用水洗法完成。水和热的结合可使过滤嘴纸几乎完全从纤维素酯中除去。在适当的条件下，相同的洗涤法可完全除去增塑剂、粘合剂和香精/食用香料，达到常规用于化学分析的分析仪器的检测限以内。

在洗涤过程中使用的水可在约 10 至约 100℃ 之间。水的 pH 值可在 4.0—8.0 之间。水与纤维素酯的重量比为约 0.85 到 200 : 1。为了提高洗涤过程效率可加少量表面活性剂(小于约 1%(重量))。另一方面，在本发明的洗涤过程中，水蒸汽(通常压力高达 100 磅/吋²)可用来代替水或加在水中。为了改善过滤嘴的颜色和/或作为加速纸的氢键断裂的预处理方法可加入氧化剂如过氧化物或漂白剂，因此在热水洗涤步骤中更容易除去纸。

可使用任何适用的设备或容器完成这一洗涤过程。这些设备包括(但不限于)静止篮、旋转篮、转鼓以及螺杆或螺旋驱动的洗涤器。

这样的洗涤设备是可商购的，对于本专业熟练的技术人员来说是很熟悉的。

在整个洗涤过程中使用的条件可不变，也可随不同的阶段或循环变化。使用改变条件的阶段或循环工艺可优化洗涤效率，而使能耗和水耗减至最小。

在一优选的实施方案中，在一多段过程中用保持在 15—55℃ 之间的液态水洗涤。

一旦洗涤除去杂质后，可用适合于纤维素酯聚合物的任何商业上可购得的干燥器干燥纤维素酯聚合物。对于本专业熟练的技术人员来说，这样的设备及其操作过程是很熟悉的。

本发明的水洗法可得到很好质量的纤维素酯聚合物，以致它可再溶解、过滤并用作纯洁的聚合物或与纯洁的聚合物一起使用。但是，如果需要的话，如果残留的烟草或纸存在，该回收的聚合物还可进一步的分离。

在下文所示的实施例中将更详细地描述本发明的其它详细细节和方面。

实施例 1

本实施例说明从卷烟生产操作中得到的废料流也就是剥落废料的分离。该废料流的主要组分是烟草、纸和**过滤嘴**(纤维状的醋酸纤维素)。将共计 295 磅这种废料分离成其三个主要组分。每一组分流的最终重量如下：66.5 磅烟草、65 磅纸和 163.5 磅**过滤嘴**。

借助于空气淘析完成这一分离。使用商业上可购得的淘析器 (Sterling Model 1608EL 由 Sterling Blower Company of Lynchburg, VA 制造)。它用空气操作,空气流速为 5000 呎/分钟。

对于第一次分离,将 295 磅废料送入淘析器。在这次分离结束时,可从剩余的物质中除去 61 磅烟草和 48 磅纸的混合物。该烟草和纸的混合物使用大家熟悉的传统的振动筛选设备分出它的组分。

剩余的物料再送入淘析器进行第二次分离。在这次分离结束时,可除去 5 磅烟草和 10 磅纸的混合物,并用上述振动筛选设备再分成它的组分。

第二次分离得到的剩余物质再送入淘析器进行第三次分离。这次分离结束时,可除去 0.5 磅烟草和 7 磅纸的混合物,然后如前所述进行分离。称重为 163.5 磅和剩余物质主要由过滤嘴组成,但它还含有微量烟草和纸,正如用肉眼检查表明的那样。

实施例 2

例如用实施例 1 所示的方法除去烟草和纸的废料产品基本上由卷烟的过滤嘴组成。在醋酸纤维素过滤嘴介质周围的过滤嘴纸和在醋酸纤维素中含有的杂质用水洗技术除去。

在水洗以前,分析过滤嘴废料以便确定杂质的含量。使用传统的气相色谱技术,测出增塑剂(三乙酸甘油酯)的量为 7.59%(重量)。使用工业可接受的技术观测样品,知它有强烈的烟草气味和味道。

用水流过由的 0.125 吋圆孔的 316 不锈钢板制成的篮子的方法来实现醋酸纤维素过滤嘴的水洗。称重 50—100 克过滤嘴废料的样品,并放在篮中。将流速为 5—10 升/分钟并加热到 65℃ 的水流过过滤嘴,时间为 10—20 分钟。在完成水洗时,醋酸纤维素(现在纯度 > 99%,无纸,用溶解在丙酮中和重量分析法测定)在炉中干燥 24 小时。水洗和干燥后,样品经分析表明没有在原料中存在增塑料的痕迹(仪器检测限为 0.0001%)也没有气味或味道。

实施例 3

重复实施例 2 所述的水洗/干燥过程,不同的是将洗涤水加热到 95℃ 再流入篮中,水洗并干燥后,分析表明样品中已没有存在于原料中的增塑剂、气味和味道的痕迹。

实施例 4

重复实施例 2 所述的洗涤/干燥步骤,不同的是用蒸汽高压釜代替洗涤篮。用 12 磅水蒸汽洗涤过滤嘴废料(50 克)10 分钟。洗涤和干燥后,样品经分析表明,在原料中没有微量的增塑剂和没有微量

实施例 5

这一实施例说明商业可购得的工业洗涤器的使用(“American Cascade” Model, American Laundry Machinery Co., of Cincinnati, OH)。将 5—10 磅过滤嘴废料的样品放入有 0.187 吋网孔的尼龙网洗涤袋中,随后在洗涤机中用水洗涤。水洗的条件范围示于表

1。

洗涤和烘箱中干燥后,表 1 中洗涤 2—7 的样品表明在原料中不存在的增塑剂的痕迹以及没有微量 的气味或味道。由洗涤 1 得到的样品颜色相对深些,并有一点烟草 气味。

实施例 6

用实施例 5 中所示的水洗法按表 1 之 4—7 洗涤条件回收的醋酸纤维素与纯洁的醋酸纤维素组合,并溶于丙酮,得到含有 80% : 20%之纯洁的:回收的醋酸纤维素。然后通过标称的 12 微米过滤器过滤该溶液,并在干纺机上纺成每一长纤维 2.0—3.5 微米纤维。由生成的长丝制成卷烟过滤嘴。80/20 纯洁的/回收的过滤嘴样品和 100%纯洁的醋酸纤维素过滤嘴样品在商业上可购得的烟卷柱组装得到卷烟。这些卷烟在 *Tragon Associates of Redwood Cty, CA* 品尝了味道,它是一个独立的实验室,进行常规的味道品尝。味道品尝小组发现在统计上用 100%纯洁的醋酸纤维素过滤嘴生产的卷烟和用 80%/20%纯洁的/回收的醋酸纤维素生产的卷烟之间没有显著的差别。

实施例 7

当过氧化物溶液预处理步骤加到实施例 2 描述的方法中时,观测到纸的脱除加快和过滤嘴变白。这一改进通过 11.0—17.5%过氧化氢水溶液喷洒到过滤嘴上每 1 磅过滤嘴喷洒 0.35 磅溶液,同时在 75—150 转/分钟下在 *Marion Model #1001* 卧式混合器从 *Mari-*

on Mixer Inc, of Marion, IA) 中掺混 20—40 分钟的方法来实现。也发现仅用水也能在纸脱除方面达到相同的效果, 但每 1 磅过滤嘴需要 2.66 磅水, 然而用过氧化合物溶液处理的过滤嘴实际上有更白的外观。

在不违背本发明的精神或基本特征的情况下, 本发明可能以其他一些特定的形式体现。因此, 用来说明本发明的范围应指后附的权利要求书, 而不是前面的说明书。

表 1

16

洗涤编号	批量 (磅)	洗涤次数	次号/温度 °F	次号/时 间, 分钟	次号/水 流状况	脱纸率, %	颜色
1	5	5 次	1/210 2/130 3/130 4/130 5/180	1/15 2/10 3/10 4/10 5/10	1/批量水 2/ " " 3/流动水 4/ " " 5/批量水	1/95 2/99 3/100 4/100 5/100	黄 棕黄
2	5	5 次	1/115 2/60 3/130 4/120 5/60	1/30 2/30 3/30 4/10 5/02	1/流动水 2/ " " 3/批量水 4/流动水 5/ " "	1/ND 2/90 3ND 4/99.9 5/99.9	浅黄
3	5	7 次	1/130 2/130 3/130 4/130 5/130 6/110 7/60	1/10 2/10 3/10 4/10 5/10 6/10 7/10	1/批量水 2/ " " 3/ " " 4/ " " 5/ " " 6/流动水 7/ " "	7/100	浅黄
4	5	5 次	1/60 2/80 3/NA 4/130 5/80	1/15 2/10 3/20 4/30 5/15	1/流动水 2/批量水 3/ " " 4/ " " 5/流动水	5/99.9	白
5	10	5 次	1/60 2/130 3/130 4/130 5/90	1/15 2/15 3/15 4/15 5/15	1/流动水 2/批量水 3/ " " 4/ " " 5/流动水	5/99.9	白 浅黄
6	10	5 次	1/58 2/110 3/58 4/120 5/58	1/15 2/15 3/15 4/15 5/10	1/流动水 2/批量水 3/流动水 4/批量水 5/流动水	1/50 2/60 3/70 5/97 5/99.9	白
7	10	5 次	1/60 2/120 3/60 4/120 5/60	1/10 2/10 3/10 4/15 5/10	1/流动水 2/批量水 3/流动水 4/批量水 5/流动水	1/50 2/60 3/70 4/97 5/99.9	白

NC - 未测定
NA - 未得到