



(12) Ausschließungspatent

(11) DD 298 203 A5

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1

Patentgesetz der DDR

vom 27.10.1983

in Übereinstimmung mit den entsprechenden

Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) A 24 D 1/18

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD A 24 D / 305 385 8

(22) 27.07.87

(44) 13.02.92

(31) 891,073

(32) 28.07.86

(33) US

(71) siehe (73)

(72) Banerjee, Chandra K.; Kay, Deborah C.; Lehman, Richard L., US

(73) R. J. Reynolds Tobacco Company, Winston-Salem, N. C. 27 102, US

(74) Hübner, Neumann, Radwer, Rechtsanwalt und Patentanwälte, Frankfurter Allee 286, O - 1130 Berlin, DE

(54) Raucherartikel

(55) Raucherartikel; Brennstoffelement;

Aerosolerzeugungselement;

Alpha-Aluminiumoxid-Substrat; Kohlenstoffsubstrat

(57) Die Erfindung betrifft einen Raucherartikel, bestehend aus einem Brennstoffelement und einem physisch getrennten Aerosolerzeugungselement, das so angeordnet ist, daß es Wärme von dem Brennstoffelement enthält, wobei das Aerosolerzeugungselement aus einem ein Aerosolbildungselement tragenden Substrat besteht. Das Substrat ist ein Alpha-Aluminiumoxid mit einem über 0,1 Mikrometer liegenden mittleren Porendurchmesser oder ein Kohlenstoffsubstrat mit einer weniger als 50 Quadratmeter je Gramm betragenden wirksamen Oberfläche oder eine Mischung von beiden. Die erfindungsgemäßen Raucherartikel sind in der Lage, beträchtliche Aerosolmengen zu erzeugen, und zwar sowohl am Anfang als auch im Verlaufe der Nutzlebensdauer des Erzeugnisses, ohne daß ein wesentlicher thermischer Abbau des Aerosolbildners erfolgt und ohne daß wesentliche Pyrolyse- oder unvollständige Verbrennungsprodukte oder Nebenstromaerosol auftreten. Dem Benutzer vermittelt es die Empfindungen und Annehmlichkeiten des Zigarettenrauchens, ohne daß Tabak verbrannt wird. Außerdem kann der Artikel praktisch aschefrei gestaltet werden, so daß während der Benutzung keine Asche entfernt zu werden braucht. Fig. 1

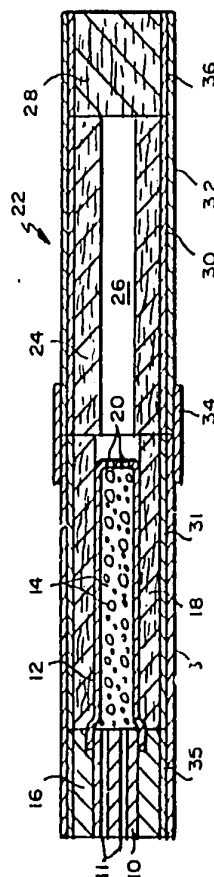


FIG. 1

Patentansprüche:

1. Raucherartikel, bestehend aus einem Brennstoffelement am Anzündungsende des Artikels und einem physisch getrennten Aerosolerzeugungselement, das so angeordnet ist, daß es Wärme von dem Brennstoffelement erhält, wobei das Aerosolerzeugungselement aus einem ein Aerosolbildungselement tragenden Substrat besteht, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Substrat ein Alpha-Aluminiumoxid mit einem über 0,1 Mikrometer liegenden mittleren Porendurchmesser oder ein Kohlenstoffsubstrat mit einer weniger als 50 Quadratmeter je Gramm betragenden wirksamen Oberfläche oder eine Mischung von beiden aufweist.
2. Raucherartikel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Alpha-Aluminiumoxid-Substrat eine unter 50 Quadratmeter je Gramm liegende wirksame Oberfläche aufweist.
3. Raucherartikel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Alpha-Aluminiumoxid-Substrat eine unter 10 Quadratmeter je Gramm liegende wirksame Oberfläche aufweist.
4. Raucherartikel nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Alpha-Aluminiumoxid-Substrat einen über 0,3 Mikrometer liegenden mittleren Porendurchmesser aufweist.
5. Raucherartikel nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Alpha-Aluminiumoxid-Substrat einen über 0,5 Mikrometer liegenden mittleren Porendurchmesser aufweist.
6. Raucherartikel nach einem der vorstehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Alpha-Aluminiumoxid-Substrat durch Erwärmen von Gamma-Aluminiumoxid auf eine zwischen 1000°C und 1550°C liegende Temperatur hergestellt worden ist.
7. Raucherartikel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Kohlenstoffsubstrat durch Erhitzen von Aktivkohle in einer nicht-oxydierenden Atmosphäre auf eine zwischen 1000°C und 2700°C liegende Temperatur hergestellt worden ist.
8. Raucherartikel nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Kohlenstoffsubstrat ein Zusatzmaterial aufweist, das die aktiven Stellen oder kleinen Poren des Kohlenstoffs modifiziert und/oder blockiert.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Raucherartikel mit einem modifizierten Substratmaterial als Träger für aerosolbildende Stoffe.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Zigarettenähnliche Raucherartikel sind seit vielen Jahren vorgeschlagen worden, insbesondere während der letzten 20 bis 30 Jahre. Siehe zum Beispiel US-Patent Nr. 4.079.742 an Rainer u. a.; US-Patent 4.284.089 an Ray; US-Patent Nr. 2.907.686 an Siegel; US-Patent Nr. 3.356.094 an Ellis u. a.; US-Patent Nr. 3.516.417 an Moses; US-Patent Nr. 3.943.941 und 4.044.777 an Boyd u. a.; US-Patent Nr. 4.286.604 an Ehretsmann u. a.; US-Patent Nr. 4.326.544 an Hardwick u. a.; US-Patent Nr. 4.340.072 an Bolt u. a.; US-Patent Nr. 4.474.191 an Steiner und EP-Anmeldung Nr. 117.355 (Hearn).

Viele dieser Raucherartikel basieren auf der Erzeugung eines Aerosols oder eines Dampfes. Einige dieser Produkte wollen ein Aerosol ohne Wärme erzeugen. Andere benutzen eine Wärme- oder Brennstoffquelle zur Erzeugung dieses Aerosols. Allerdings hat keiner dieser Artikel jemals einen kommerziellen Durchbruch erzielt, und es wird angenommen, daß keiner bislang einen breiten Absatz gefunden hat. Es wird vermutet, daß das Fernbleiben solcher Raucherartikel vom Markt auf eine Reihe von Gründen zurückzuführen ist, zum Beispiel ungenügende Aerosolbildung, sowohl am Anfang als auch im Verlaufe des Gebrauches des Erzeugnisses, schlechten Geschmack, Geschmacksfehler aufgrund von thermischem Abbau des Aerosolbildners und/oder von Geschmacksagenzien, Vorhandensein beträchtlicher Pyrolyseprodukte und Nebenstromrauch und unansehnliches Äußeres.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, einen Raucherartikel zur Verfügung zu stellen, der die mit dem herkömmlichen Zigarettenrauchen verbundenen Vorzüge und Annehmlichkeiten vermittelt, ohne daß er wesentliche Mengen unvollständiger Verbrennungs- und Pyrolyseprodukte freisetzt.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Raucherartikel zu schaffen, der ein modifiziertes Substratmaterial mit verringertem Retentionsvermögen zum Einsatz als Träger für aerosolbildende Stoffe enthält, wobei durch das Substratmaterial sowohl am Anfang als auch im Verlaufe des Verbrauches des Produktes eine beträchtliche Aerosolmenge erzeugt wird, ohne daß ein wesentlicher thermischer Abbau des Aerosolbildners erfolgt, ohne das wesentliche Pyrolyse oder unvollständige Verbrennungsprodukte oder Nebenstromrauch auftreten und ohne das Verbrennen von Tabak.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch einen Raucherartikel gelöst, der ein Brennstoffelement am Anzündungsende des Artikels und ein physisch getrenntes Aerosolerzeugungselement umfaßt, das so angeordnet ist, daß es Wärme von dem Brennstoffelement erhält, wobei das Aerosolerzeugungselement aus einem ein Aerosolbildungselement tragenden Substrat besteht. Dieses Substrat besteht aus einem Alpha-Aluminiumoxid mit einem über 0,1 Mikrometer liegenden mittleren Porendurchmesser oder einem Kohlenstoffsubstrat mit einer weniger als 50 Quadratmeter je Gramm betragenden wirksamen Oberfläche oder einer Mischung von beiden.

Zweckmäßigerweise besitzt das Alpha-Aluminiumoxid-Substrat eine unter 50 Quadratmeter je Gramm liegende wirksame Oberfläche. Das Alpha-Aluminiumoxid kann aber auch eine unter 10 Quadratmeter je Gramm liegende wirksame Oberfläche aufweisen.

Der mittlere Porendurchmesser des Alpha-Aluminiumoxid-Substrats ist dabei größer als 0,3 Mikrometer oder größer als 0,5 Mikrometer.

Nach einem weiteren erfinderischen Merkmal wird das im Raucherartikel verwendete Alpha-Aluminiumoxid-Substrat durch Erwärmen von Gamma-Aluminiumoxid auf eine zwischen 1000°C und 1550°C liegende Temperatur hergestellt.

Das im Raucherartikel erfindungsgemäß ebenfalls verwendbare Kohlenstoffsubstrat kann durch Erhitzen von Aktivkohle in einer nicht-oxidierenden Atmosphäre auf eine zwischen 1000°C und 2700°C liegende Temperatur hergestellt werden.

Sinnvoll ist es weiterhin, wenn das Kohlenstoffsubstrat ein Zusatzmaterial aufweist, das die aktiven Stellen oder kleinen Poren des Kohlenstoffs modifiziert und/oder blockiert.

Derartige erfindungsgemäße Raucherartikel, die mit den genannten Substratmaterialien ausgestattet sind, sind in der Lage, beträchtliche Aerosolmengen sowohl am Anfang als auch im Verlaufe der Nutzlebensdauer des Produktes zu erzeugen, ohne daß ein wesentlicher thermischer Abbau des Aerosolbildners erfolgt und ohne daß wesentliche Pyrolyse- und unvollständige Verbrennungsprodukte oder Nebenstromrauch auftreten. Außerdem vermitteln sie dem Verbraucher die Empfindungen und Annehmlichkeiten des Zigarettenrauchens, ohne dabei Tabak zu verbrennen.

Die erfindungsgemäß verwendeten Substratmaterialien können im Grunde genommen alle porösen Stoffe sein, die in der Lage sind, einen Aerosolbildner festzuhalten und bei Erwärmen durch den Brennstoff einen potentiellen aerosolbildenden Dampf zu entwickeln, und die ein verringertes Retentionsvermögen aufweisen. Die bevorzugt erfindungsgemäß eingesetzten Substratmaterialien sind, wie bereits erwähnt, Tonerde und Aktivkohle, die modifiziert werden, damit sie ein verringertes Retentionsvermögen haben.

Die Modifizierung des Substratmaterials verringert im allgemeinen die wirksame Oberfläche und vergrößert den mittleren Porendurchmesser (Volumen) des Substratmaterials, wodurch das Substrat mit einem verringerten Retentionsvermögen für den Aerosolbildner entsteht, was wiederum hilft, den Raucherartikeln anhaftende Geschmacksfehler zu minimieren.

Der Begriff „Retentionsvermögen“ wird hier verwendet, um die Bindefähigkeit des Substratmaterials für den Aerosolbildner und/oder Geschmacksstoffe mittels physikalischer und/oder chemischer Kräfte zu definieren.

Das bevorzugte Verfahren zur Modifizierung solcher Substratmaterialien schließt zusammengefaßt folgende Schritte ein:

- a) Erhitzen des Substratmaterials über einen Zeitraum, der ausreicht, um das Retentionsvermögen des Substratmaterials für den Aerosolbildner zu verringern;
- b) Waschen des wärmebehandelten Substratmaterials zur Entfernung von vorhandenen oder während des Erhitzens entstehenden Verunreinigungsstoffen und
- c) Trocknen des behandelten Substratmaterials auf einen Feuchtigkeitsgehalt unter weniger als etwa 5%.

Wie bereits dargelegt, wird das Substratmaterial erfindungsgemäß in Raucherartikeln eingesetzt, welche ein Brennstoffelement, eine physisch separate aerosolerzeugende Einrichtung einschließlich des modifizierten Substratmaterials als Träger für den Aerosolbildner sowie eine Aerosolzuführeinrichtung, beispielsweise einen Längskanal in Form eines Mundendstückes, aufweisen.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an mehreren Ausführungsbeispielen näher erläutert werden. In der zugehörigen Zeichnung zeigen

Fig. 1: den Längsschnitt durch einen bevorzugten Raucherartikel, bei dem das Substratmaterial eingesetzt werden kann.

Im allgemeinen umfaßt das bevorzugte Verfahren zur Modifizierung eines Substratmaterials das Erhitzen des Materials über einen Zeitraum, der ausreicht, um sein Retentionsvermögen für den Aerosolbildner und/oder Geschmacksstoffe, die in den Raucherartikel eingesetzt werden, zu verringern. Andere Methoden zur physikalisch-chemischen Veränderung des Substratmaterials mit dem Ziel der Verringerung seines Retentionsvermögens können ebenfalls angewendet werden. Brauchbare Substratmaterialien für die Umsetzung der Erfindung in die Praxis haben ein verringertes Retentionsvermögen, sind porös und müssen in der Lage sein, aerosolbildende Stoffe (wie zum Beispiel Glycerol, Triethylenglykol etc. und andere Komponenten wie zerkleinerten Tabak, im Sprühverfahren getrockneten Tabakextrakt, Tabakextrakt und die aerosolbildenden Stoffe) zurückzuhalten und bei Erwärmung durch einen Brennstoff einen potentiellen aerosolbildenden Dampf abzugeben. Zu den Materialien, die modifiziert werden können, damit sie ein verringertes Retentionsvermögen aufweisen, zählen Tonerden, poröse Kohlematerialien, Aktivkohlen usw. Andere geeignete Materialien, die gemäß der Erfindung modifiziert werden können, umfassen Kieselerde, Tone wie Vermiculit oder Bentonit, andere anorganische Oxide, Sulfate, Carbonate, Carbide usw. Diese Materialien haben einen mittleren Porendurchmesser von mehr als etwa 0,5 Mikrometer. Aktivkohle- und Tonerdesubstrate werden bevorzugt.

Bei einer bevorzugten Ausführungsform wird Tonerde modifiziert, um ihr Retentionsvermögen zu reduzieren. Für die Ausführung der Erfindung nützliche Tonerdesubstrate können in verschiedenen Formen vorliegen, einschließlich porösen monolithischen Feststoffen, granulierten oder extrudierten Materialien, feinen Pulvern oder Fasern. Besonders nützliche Substrattonerden, die zum Einsatz in bevorzugten Raucherartikeln modifiziert werden können, sind solche mit hoher wirksamer Oberfläche, 6×14 -US-mesh (Korngröße, ausgedrückt durch die Maschenzahl des Siebes). Andere Tonderden, die verwendet werden können, umfassen kalzinierte Tonerde CP-5, CP-2, CPN und Aktivtonerde A-2 und A-201.

Erfindungsgemäß wird Tonerde vor der Verwendung in Raucherartikeln zu ihrer Alpha-Form modifiziert (z.B. von Gamma zu Alpha), was durch Erhitzen, zum Beispiel Sintern bei erhöhten Temperaturen, z.B. über 1000°C , und vorzugsweise durch Waschen und Trocknen erfolgt. Die Gesamterhitzungszeit und -temperatur hängen, zumindest teilweise, von der Beschaffenheit des behandelten Substratmaterials, der Form des Substratmaterials, zum Beispiel aus Einzelteilchen bestehend oder fest, der Menge des behandelten Materials, der Packung des Materials in der Heizvorrichtung, der Beschaffenheit der vorhandenen flüchtigen Stoffe usw. ab.

Vorzugsweise wird die Tonerde um etwa 200°C bis 500°C pro Stunde, vorzugsweise 400°C pro Stunde, auf eine Temperatur über 1000°C , vorzugsweise von etwa 1200°C bis 1550°C , erhitzt. Vorzugsweise erfolgt die Erhitzung in Luft, obgleich auch eine nichtoxydierende Atmosphäre verwendet werden kann. Die Tonerde wird über einen ausgedehnten Zeitraum, vorzugsweise etwa eine Stunde, je nach der angewendeten Temperatur, bei dieser Temperatur gehalten. Das Substrat wird dann auf Raumtemperatur abgekühlt.

Ohne an eine Theorie gebunden zu sein zu wollen, besteht doch die Auffassung, das gasgefeuerte Ofen während der Erhitzung der Tonerde eine höhere Feuchtigkeit bieten, was die Porenstruktur der Tonerde beeinflusst, z.B. größere Poren liefert als Ofen mit einem niedrigen Feuchtigkeitsgehalt, z.B. Elektroöfen.

Der Sintervorgang entfernt aus der rohen Tonerde organische Verunreinigungen, aber vorzugsweise wird eine Waschstufe eingeschaltet, um Stoffe zu entfernen, die sich entweder gebildet haben, zum Beispiel Feinstoffe, oder nicht durch den Sintervorgang beseitigt worden sind. Im allgemeinen werden deionisiertes Wasser und/oder ein protisches organisches Lösungsmittel, zum Beispiel Ethanol, als Waschlösungsmittel verwendet. Es können ein oder mehrere Waschvorgänge zur Entfernung solcher Stoffe erforderlich sein.

Nach dem Waschen wird die gereinigte Tonerde vorzugsweise auf einen Feuchtigkeitsgehalt unter etwa 5 Ma.-%, noch besser unter etwa 3 Ma.-% und am besten unter etwa 1 Ma.-% getrocknet.

Wird ein protisches organisches Lösungsmittel wie Ethanol verwendet, kann einfaches Vakuumtrocknen angewendet werden. Wird Wasser oder ein Gemisch aus Wasser und einem protischen Lösungsmittel verwendet, liegen die Trocknungstemperaturen über 100°C , vorzugsweise über 200°C .

Die folgende Tabelle I) vergleicht die physikalischen Merkmale von unbehandelter, d.h. roher Tonerde (Probe 1) mit Tonerdesubstraten, die entsprechend der Erfindung modifiziert worden sind (Proben 2 bis 4).

Die wirksame Oberfläche wurde durch die BET-Stickstoffadsorptionsmethode auf einem Micromeritics Digisorb 2600 (Micromeritics, Norcross, GA) bestimmt.

Die Messungen der Porengröße erfolgten mit Hilfe von Quecksilberintrusion auf einem Micromeritics Autopore 9200. Die Tonerde der Proben 2 bis 4 wurde in einem Ofen für satzweise Beschickung in Luft mit einer Geschwindigkeit von $400^{\circ}\text{C}/\text{Stunde}$ auf eine Temperatur von 1450°C erhitzt und etwa eine Stunde bei dieser Temperatur gehalten. Die erhitzte Tonerde wurde auf Raumtemperatur abgekühlt und danach mit deionisiertem Wasser gewaschen.

Die modifizierte Tonerde wurde dann bei etwa 400°C auf einen Endfeuchtigkeitsgehalt unter etwa 1 % getrocknet.

Tabelle I
Physikalische Merkmale von modifizierter und unmodifizierter Tonerde

Probe	Größe US-mesh	Wirksame Oberfl. m^2/g	Porenfläche m^2/g	Mittlerer Porendurchmesser (Vol.) (Mikrometer)	Intrusion Vol. cm^3/g	Retentions- vermögen
1	10×14	118	184,8	0,028	1,05	54
2	10×14	4	5,3	0,844	0,669	—
3	14×20	4	5,9	0,530	0,631	—
4	10×14	4	5,0	0,750	0,739	40

a) Das Retentionsvermögen wurde bestimmt, indem eine bekannte Substratmenge mit Glycerol gesättigt wurde, 10 Minuten bei $1600 \times G$ geschleudert wurde und die Ma.-% Glycerol gemessen wurden, die von dem Substrat zurückgehalten wurden.

b) Der mittlere Porendurchmesser (Volumen) ist der Porendurchmesser, bei dem gleiche Mengen Porenvolumen bei sowohl größeren als auch kleineren Durchmessern auftreten. Der mittlere Porendurchmesser (Volumen) wurde auf einem Micromeritics Autopore 9200 gemessen.

Wie aus Tabelle I ersichtlich ist, hat erfindungsgemäß modifiziertes Tonerdesubstrat ein verringertes Retentionsvermögen, d.h. eine reduzierte wirksame Oberfläche und einen vergrößerten Porendurchmesser, was durch Sintern bewirkt wird. Es wurde festgestellt, daß solche Veränderungen der physikalischen Merkmale von modifizierter Tonerde dazu beitragen, Geschmacksfehler beim Rauchen von Artikeln mit dem modifizierten Substrat zu minimieren oder zu beseitigen.

Im allgemeinen sollte erfindungsgemäß modifiziertes Tonerdesubstrat eine wirksame Oberfläche (m^2/g) unter etwa 50, vorzugsweise unter etwa 30 und am besten unter etwa 10 aufweisen. Der mittlere Porendurchmesser (Volumen in Mikrometer) sollte größer als etwa 0,1, vorzugsweise größer als etwa 0,3 und am besten größer als etwa 0,5 sein.

Zum Einsatz in bestimmten bevorzugten Raucherartikeln kann das Tonerdesubstrat in Stangen geformt sein. Bei bestimmten Ausführungsformen wird, vorzugsweise vor dem Sintern, ein Tonerdeextrudat hergestellt, indem etwa 80 bis 10 Ma.-%, vorzugsweise etwa 70 bis 20 Ma.-%, unmodifizierte pulverisierte Tonerde mit 90 bis 20 Ma.-%, vorzugsweise etwa 30 bis 80 Ma.-%, eines Bindemittels wie Aluminiumoxidmonohydrat gemischt werden.

Außerdem wird ein Peptisiermittel wie Essigsäure zugesetzt, um das Bindemittel zu peptisieren. Vorzugsweise werden Tonerde und Bindemittel im trockenen Zustand gemischt, worauf eine wäßrige Lösung des Peptisiermittels zugesetzt wird, um eine Paste mit einer steifen, teigähnlichen Konsistenz herzustellen.

Die der trockenen Mischung aus Tonerde und Bindemittel zugesetzte Peptisiermittelmenge variiert in gewissem Maße entsprechend dem Anteil des verwendeten Bindemittels. Im allgemeinen sollte eine ausreichende Menge zugesetzt werden, um den Feuchtigkeitsgehalt des Gemisches auf etwa 20 bis 40 Ma.-%, vorzugsweise etwa 25 bis 35 Ma.-%, am besten etwa 30 Ma.-%, zu bringen. Der Teig wird dann unter Verwendung eines Standard-Kolbenextruders zu der gewünschten Form mit der gewünschten Anzahl Kanäle (zentral und/oder peripher) extrudiert und getrocknet, vorzugsweise bei Raumtemperatur, um den Endfeuchtigkeitsgehalt auf unter etwa 5 Ma.-%, vorzugsweise unter etwa 3 Ma.-%, am besten unter etwa 1 Ma.-%, zu senken. Der Außendurchmesser der Stange ist vorzugsweise etwas kleiner als der Außendurchmesser der aerosolerzeugenden Einrichtung, zum Beispiel als der Metallbehälter, der bei bevorzugten Raucherartikeln zur Unterbringung des Substratmaterials, siehe nachstehend, verwendet wird. Vorzugsweise sind in der extrudierten Stange 13 Kanäle vorgesehen, die sich nahe an der Längsachse der Stange befinden und einen Durchmesser von etwa 0,56 mm aufweisen. Das Material wird dann, wie oben beschrieben, gesintert. Die gesinterte Stange wird vorzugsweise auf eine Länge von etwa 10 mm geschnitten und kann anstelle von aus Einzelteilchen bestehendem Substrat in Raucherartikeln verwendet werden.

Bei einer anderen bevorzugten Ausführungsform wird Aktivkohle modifiziert, um ihr Retentionsvermögen zu reduzieren. Für die Ausführung der Erfindung nützliche Aktivkohlen können auch in verschiedenen Formen vorliegen, einschließlich pulverisiert, granuliert, extrudiert usw., wobei der granulierten Form der Vorzug gegeben wird. Besonders nützliche Aktivkohlen umfassen APC, DP-131, CAL, SGL, OL, BPL, GRC-11 und GRC-22, Darco (12 x 20) und H-85.

Aktivkohlen als Substratmaterial bieten viele potentielle Vorteile, wenn sie als Träger für Aerosolbildner in zigarettenähnlichen Raucherartikeln eingesetzt werden. Zum Beispiel hat Aktivkohle eine hohe Porosität, ist wärmebeständig und steht mit einem breiten Bereich von Merkmalen zur Verfügung. Außerdem wurde festgestellt, daß Aktivkohlesorten aufgrund ihrer hohen Oberflächenenergie aerosolbildende Stoffe und/oder Geschmacksstoffe über beträchtliche Zeitabschnitte auf dem Substrat zurückhalten, ohne daß eine signifikante Migration zu anderen Teilen des Raucherartikels erfolgt. Ihr Retentionsvermögen ist also viel höher als das von nichtaktivierter Kohle. Die Verwendung von Aktivkohle an sich als Träger für aerosolbildende Stoffe in Raucherartikeln ist nicht ohne Probleme. Wie nachstehend diskutiert, wurde festgestellt, daß Aktivkohle aufgrund des Vorhandenseins von aktiven Stellen, Kapillarkräften und/oder anderen Faktoren aerosolbildende Stoffe zu fest bindet. Die Bindungskräfte können an diesen Stellen so groß sein, daß durch Wärmeeinwirkung beim Anzünden und Rauchen des Raucherartikels ein unangenehmer Geschmack im Hauptstrom erzeugt wird. Es wurde nun gefunden, daß Aktivkohle, die so modifiziert ist, daß sie größere Poren oder eine kleinere wirksame Oberfläche hat, als Substrat günstiger ist. Durch die physikalisch-chemische Modifizierung gemäß der Erfindung werden diese Probleme überwunden, während die oben genannten Vorteile der Verwendung nichtaktivierter Kohle als Träger für aerosolbildende Stoffe erhalten bleiben.

Der erste Schritt in dem bevorzugten Verfahren zur Modifizierung von Aktivkohle besteht in der Erhitzung des Materials in einer nichtoxydierenden Atmosphäre bei einer Temperatur über etwa 1 000°C, vorzugsweise über etwa 1 800°C, am besten bei etwa 2 500°C, über einen Zeitraum, der ausreicht, um das Retentionsvermögen des Materials für den Aerosolbildner zu verringern. Temperaturen über dem Punkt der Umwandlung in Graphitmaterial sollten vermieden werden, d. h. über 2 700°C. Es wurde zum Beispiel festgestellt, daß Graphitmaterialien über ungenügende Bindungskräfte zum Zurückhalten des Aerosolbildners verfügen.

Der Begriff „nichtoxydierende Atmosphäre“ schließt sowohl inerte Atmosphäre als auch Vakuumbedingungen ein. In diese Definition ist auch die leicht oxydierende Atmosphäre eingeschlossen, die entsteht, wenn Feuchtigkeit bei der anfänglichen Erwärmung im Ofen aus dem unmodifizierten Substratmaterial ausgetrieben wird.

Die Bildung einer nichtoxydierenden Atmosphäre kann durch alle beliebigen Mittel erreicht werden, die dem Fachmann zur Verfügung stehen.

Eine solche Methode umfaßt die Einleitung eines inerten Gases, z. B. Stickstoff, Argon, usw. in den Ofen. Die Verwendung eines solchen Gases kann entweder statisch sein, d. h. ein geschlossenes System, in dem Gas enthalten ist, oder es kann als Spülgas verwendet werden, d. h. wo der Gasstrom während der Erhitzung durch den Ofen geht und dabei flüchtige Stoffe als Abprodukte wegführt. Vorzugsweise wird Stickstoff im statischen Zustand verwendet, gewöhnlich unter einem geringen positiven Druck. Bei bestimmten bevorzugten Ausführungsformen kann es erwünscht sein, die wärmemodifizierte Aktivkohle mit Tabakstaub, sprühgetrocknetem Tabakextrakt, Tabakextrakt u. ä. zu kombinieren.

Es wird angenommen, daß der Zusatz solcher Stoffe zu der modifizierten Aktivkohle das Retentionsvermögen der Aktivkohle weiter verringert, indem sie die verbleibenden kleinen Poren und/oder aktiven Stellen teilweise blockieren oder weiter modifizieren.

Wie bei der Tonerdebehandlung wird vorzugsweise ein Waschvorgang angewendet, um entweder durch das Erhitzen hervorgerufene oder nach dem Erhitzen verbleibende Verunreinigungsstoffe zu entfernen. Als Waschlösungsmittel kann entweder deionisiertes Wasser und/oder ein protisches Lösungsmittel verwendet werden. Bevorzugt wird deionisiertes Wasser.

Nach dem Waschen wird die wärmemodifizierte Aktivkohle vorzugsweise auf einen Feuchtigkeitsgehalt unter etwa 5 Ma.-%, besser unter etwa 3 Ma.-%, am besten unter etwa 1 Ma.-%, getrocknet.

Die Wärmebehandlung der Aktivkohle hat mehrere Modifizierungen der Eigenschaften der Aktivkohle zur Folge. Wurde beispielsweise APC-Aktivkohle (Calgon) bei 2 500°C etwa eine Stunde lang wärmemodifiziert, so wurde die wirksame Oberfläche drastisch von etwa 1 400 m²/g auf 30 m²/g reduziert. Man nimmt an, daß die Reduzierung der wirksamen Oberfläche entweder eine regelmäßige Mikrokristallstruktur und/oder eine Verschmelzung kleinerer Poren zu größeren Poren widerspiegelt. Mit diesem Verlust an wirksamer Oberfläche ging eine gleichzeitige Reduzierung des Lade- und Haltevermögens einher. Der Verlust an Lade- und Haltevermögen von unmodifizierter APC und APC, die bei 1 700°C und 2 500°C für etwa 1 Stunde modifiziert wurde, wird in Tabelle II veranschaulicht.

Tabelle II

Substrat	Behandlung	Ladevermögen (Ma.-%)	Haltevermögen (Ma.-%)
APC	keine	56,5	53,3
APC	1700°C	49,0	45,4
APC	2500°C	41,7	37,9

- a) Das Ladevermögen wurde bestimmt, indem eine bekannte Substratmenge mit einem Aerosolbildner gesättigt wurde, 10 Minuten bei 100 x G geschleudert wurde und die Ma.-% des durch das Substrat zurückgehaltenen Aerosolbildners gemessen wurden.
- b) Das Haltevermögen wurde bestimmt, indem das zentrifugierte Substrat bei Raumtemperatur vier Tage lang in einem geschlossenen Behälter auf Saugpapier inkubiert wurde und danach die Ma.-% des durch das Substrat zurückgehaltenen Aerosolbildners gemessen wurden.

Im allgemeinen sollte Aktivkohlesubstrat, das gemäß der Erfindung modifiziert wurde, eine wirksame Oberfläche (m^2/g) unter etwa 200, vorzugsweise unter etwa 50 und am besten unter etwa 30 aufweisen.

Es wurde also festgestellt, daß der Grad der Reduzierung der wirksamen Oberfläche durch das Maß der Wärmebehandlung der Aktivkohle, in Abhängigkeit von den besonderen, für das modifizierte Substrat geforderten Eigenschaften, gesteuert erzielt werden kann. Zum Beispiel wird die aus dem Brennstoffelement zum Substrat übertragene Wärmemenge das Ausmaß der Reduzierung der wirksamen Oberfläche beeinflussen, die notwendig ist, um die erwünschten Resultate der Erfindung zu erzielen, d. h., je mehr Wärme zu dem modifizierten Substrat gelangt, desto größer ist die Reduzierung der wirksamen Oberfläche, die notwendig ist, um unerwünschte Geschmacksfehler beim Rauchen zu verhindern.

Eine andere, wenn auch nicht bevorzugte Lösung für die physikalische oder chemische Modifizierung von Aktivkohle besteht im Zusatz von Materialien, die die aktiven Stellen oder kleinen Poren mit hoher Oberflächenaktivität modifizieren oder blockieren. Solche Modifizierungen verbessern die Leistung von Aktivkohle als Substrat beträchtlich, indem sie den Geschmacksfehler minimieren oder beseitigen. Im allgemeinen besteht die Lösung darin, die sehr kleinen Mikroporen zu blockieren und/oder die aktiven Stellen zu inaktivieren, die eine hohe Bindungsenergie für den Aerosolbildner oder Geschmacks-moleküle haben. Zu den Materialien, die nützlich für die Ausführung der Erfindung sind, zählen Tabakextrakt, Stärkezuckersirup aus Mais, Fructose, Ethylcellulose u. ä.

Das Verfahren zur Modifizierung von Aktivkohle mit solchen Materialien umfaßt im allgemeinen das Mischen des Materials mit Aktivkohle in einem geeigneten Lösungsmittel. Die Materialmenge ist von der Beschaffenheit des verwendeten Materials abhängig. Bei Verwendung von Tabakextrakt wurde festgestellt, daß der Zusatz von 1 bis 10 Ma.-% Tabakextrakt zu Aktivkohle den Geschmacksfehler beträchtlich reduziert. Fructose kann in einer Menge von etwa 5 bis 40 Ma.-% und Ethylcellulose in einer Menge von etwa 0,5 bis 5 Ma.-% verwendet werden. Wasser ist ein bevorzugtes Lösungsmittel für alle oben genannten Blockierstoffe, mit Ausnahme von Ethylcellulose. Ethylalkohol ist das bevorzugte Lösungsmittel, wenn Ethylcellulose eingesetzt wird. Die Verwendung von Ethylcellulose ist besonders nützlich als Modifiziermaterial, was, wenigstens zum Teil, auf ihre Unlöslichkeit in Wasser zurückzuführen ist, die, wie man annimmt, aerosolbildende Stoffe wie Glycerol daran hindert, in den Poren, die blockiert worden sind, absorbiert zu werden. Man läßt das Gemisch über einen Zeitraum, der ausreicht, damit die kleinen Poren modifiziert und/oder blockiert werden, in den Gleichgewichtszustand kommen. Vorzugsweise wird das Material bei einer Temperatur zwischen 10°C und 50°C über einen Zeitraum von etwa 5 bis 60 Minuten, besser noch bei einer Temperatur von etwa 21°C über einen Zeitraum von etwa 30 Minuten inkubiert. Danach wird das Gemisch getrocknet, damit ein Endfeuchtigkeitsgehalt von weniger als 5%, vorzugsweise weniger als 3%, am besten weniger als etwa 1%, entsteht. Ohne an eine Theorie gebunden sein zu wollen, wird angenommen, daß Geschmacksfehler in Raucherartikeln, bei denen unmodifizierte Substratmaterialien eingesetzt werden, zumindest teilweise auf die Bindungskraft zurückzuführen sind, die zwischen dem Substratmaterial und dem Aerosolbildner existiert. Bei fest gebundenen aerosolbildenden Stoffen wie Glycerol, ist es wahrscheinlich, daß sie unerwünschten Geschmack beim Rauchen des Raucherartikels erzeugen. Es wurde beispielsweise festgestellt, daß unmodifizierte Aktivkohle Glycerol zu fest bindet, entweder aufgrund der auf der Aktivkohle vorhandenen Anzahl aktiver Stellen oder aufgrund von Kapillarkräften, die aus der Wechselwirkung des Aerosolbildners mit den Wänden der für die Aktivkohle charakteristischen kleinen Poren resultieren. Zwar bindet Kohle poröser Qualität, d. h. nichtaktivierte Kohle, den Aerosolbildner nicht so fest wie Aktivkohle, aber andererseits hat ihre Verwendung die Migration des Aerosolbildners zu anderen Bestandteilen des Raucherartikels zur Folge, was auf ihre relativ großen Poren und die kleinere wirksame Oberfläche zurückzuführen ist. Es wird angenommen, daß die Migration des Aerosolbildners, insbesondere zur Brennstoffquelle, den unerwünschten Geschmack im Hauptstrom und unerwünschten Geruch im Nebenstromrauch erzeugt.

Gemäß der Erfindung modifiziertes Substratmaterial überwindet diese Probleme, indem es das Retentionsvermögen des Substratmaterials gesteuert so verringert, daß der Geschmacksfehler, der auf die feste Bindung oder Migration des Aerosolbildners zu anderen Bestandteilen des Raucherartikels zurückzuführen ist, vermindert wird.

Es besteht die Auffassung, daß erfindungsgemäß modifiziertes Substratmaterial physikalisch-chemische Veränderungen einschließlich Veränderungen der Porengröße und der wirksamen Oberfläche und/oder einer Verringerung des Reaktionsvermögens des Substratmaterials aufgrund der Entfernung bestimmter reaktionsfähiger Gruppen, die Schwefel, Sauerstoff etc. enthalten, erfährt. Es wird auch angenommen, daß solche physikalisch-chemischen Veränderungen dazu beitragen, durch fest gebundene Aerosolbildner verursachte Geschmacksfehler zu minimieren oder zu beseitigen, aber eine ausreichende Bindungsenergie aufrechterhalten, um Migration des Aerosolbildners zu anderen Bestandteilen des Raucherartikels zu unterbinden. Die Gesamterhitzungszeit und -temperatur hängt, zumindest teilweise, von der Art und Beschaffenheit des zu modifizierenden Substratmaterials ab. Beispielsweise beeinflussen die Form des Substratmaterials, z. B. Einzelteilchen oder nicht, die zu modifizierende Materialmenge, die Unterbringung des Materials in der Heizeinrichtung, die Beschaffenheit von vorhandenen flüchtigen Stoffen usw. die Temperatur und die Erhitzungszeit, die erforderlich sind, um das Retentionsvermögen des Substrats auf den Grad zu verringern, der zur Minimierung oder Beseitigung von während des Rauchens auftretenden Geschmacksfehlern erforderlich ist.

Bevorzugte zigarettenartige Raucherartikel, bei denen das erfindungsgemäße modifizierte Substrat eingesetzt werden kann, werden in den folgenden Patentanmeldungen beschrieben:

Erfinder	Anmeldeaktenzeichen US	Einreichungsdatum
Sensabaugh u. a.	650.604	14. September 1984
Shannon u. a.	648.537	12. Dezember 1984
Clearman u. a.	840.114	14. März 1986

deren Offenbarungen hier durch Bezugnahme eingeschlossen sind.

Ein solcher bevorzugter zigarettenähnlicher Raucherartikel ist in der diese Beschreibung begleitenden Figur dargestellt. Der zigarettenähnliche Raucherartikel gemäß Fig. 1 weist ein kleines (etwa 4,5 mm Durchmesser $\times$ 10 mm Länge) kohlehaltiges Brennstoffelement 10 mit mehreren hindurchführenden Kanälen 11, vorzugsweise sieben, auf. Dieses Brennstoffelement 10 besteht aus einem extrudierten Gemisch von Kohle (von Kohlepapier), SCMC-Bindemittel, K_2CO_3 und Wasser, wie in den Patentanmeldungen, auf die vorstehend Bezug genommen wurde, beschrieben.

Ein Metallbehälter 12 von etwa 4,5 mm Durchmesser und etwa 30 mm Länge überlappt das Mundende des Brennstoffelementes 10. Der Metallbehälter 12 enthält ein Substrat 14, das mindestens teilweise die erfindungsgemäßen Tonerde- und Kohlesubstrate, entweder in Form von Einzelteilchen oder, wahlweise, in Form einer Stange, enthalten kann. Außerdem enthält das Substrat 14 mindestens eine aerosolbildende Substanz wie Propylenglycol oder Glycerol. Die Peripherie des Brennstoffelementes 10 in diesem Artikel ist umgeben von einem Mantel 16 aus elastischen Isolierfasern wie Glasfasern. Der Metallbehälter 12 ist umgeben von einem Tabakmantel 18. Der hintere Abschnitt des Metallbehälters 12 ist abgeschlossen und mit zwei Schlitzen 20 versehen, durch die die aerosolbildenden Stoffe zum Benutzer gelangen. Am Mundende des Tabakmantels 18 befindet sich ein Mundstück 22, welches sich zusammensetzt aus einem Celluloseacetatzylinder 24 mit dem Aerosolkanal 26 und einem Celluloseacetatfilterstück 28 geringer Wirksamkeit. Wie dargestellt, ist der Artikel (oder Teile davon) von einer oder mehreren Schichten Zigarettenpapier 30 bis 36 umwickelt. Beim Anzünden des Artikels der vorgenannten Ausführungsform brennt das Brennstoffelement 10 und erzeugt die Wärme, die gebraucht wird, um die aerosolbildende Substanz oder Substanzen in der aerosolerzeugenden Einrichtung zu verflüchtigen. Da das bevorzugte Brennstoffelement 10 relativ kurz ist, befindet sich der heiße, brennende Feuerkegel immer dicht an der aerosolerzeugenden Einrichtung, wodurch die Wärmeübertragung zur aerosolerzeugenden Einrichtung und die sich daraus ergebende Aerosolerzeugung maximiert wird, besonders, wenn das bevorzugte Wärmeleitelement in Form des Metallbehälters 12 verwendet wird.

Aufgrund der geringen Größe und der Brennstoffeigenschaften des Brennstoffelementes 10 beginnt es gewöhnlich innerhalb weniger Züge im wesentlichen über seine gesamte exponierte Länge zu brennen. Daher wird der Abschnitt des Brennstoffelementes 10, der an den Aerosolerzeuger angrenzt, schnell heiß, wodurch die Wärmeübertragung zum Aerosolerzeuger beträchtlich erhöht wird, besonders während der ersten und mittleren Züge.

Da das bevorzugte Brennstoffelement 10 so kurz ist, ist nie ein langer Abschnitt nichtbrennenden Brennstoffes vorhanden, der als Wärmeableiter wirkt, wie es bei früheren Wärmeaerosolartikeln der Fall war.

Aufgrund der Tatsache, daß die aerosolerzeugende Substanz physisch vom Brennstoffelement entfernt ist, wird die aerosolbildende Substanz wesentlich niedrigeren Temperaturen ausgesetzt, als sie durch den brennenden Brennstoff erzeugt werden, wodurch die Möglichkeit ihres thermischen Abbaus minimiert wird. Das hat auch zur Folge, daß fast ausschließlich beim Rauchen Aerosol erzeugt wird, während beim Glimmen wenig oder kein Aerosol in der aerosolerzeugenden Einrichtung gebildet wird.

Die aerosolerzeugende Einrichtung, die das modifizierte Substrat 14 der Erfindung einschließt und eine oder mehrere aerosolbildende Substanzen trägt, ist vorzugsweise nicht mehr als 15 mm vom Zündende des Brennstoffelementes 10 entfernt. Die aerosolerzeugende Einrichtung kann in der Länge zwischen etwa 2 mm und etwa 60 mm, vorzugsweise zwischen etwa 5 mm und 40 mm und am besten zwischen etwa 20 mm und 35 mm variieren. Der Durchmesser der aerosolerzeugenden Einrichtung kann zwischen etwa 2 mm und etwa 8 mm, vorzugsweise zwischen etwa 3 mm und 6 mm variieren.

Die in den bevorzugten Raucherartikeln verwendeten aerosolbildenden Substanzen müssen in der Lage sein, ein Aerosol bei den Temperaturen zu bilden, die in der aerosolerzeugenden Einrichtung bei Erwärmung durch das brennende Brennstoffelement herrschen. Die bevorzugten aerosolbildenden Substanzen sind mehrwertige Alkohole oder Gemische von mehrwertigen Alkoholen. Stärker bevorzugte Aerosolbildner werden unter Glycerol, Triethylenglycol und Propylenglycol ausgewählt.

Die aerosolbildende Substanz kann durch irgendein bekanntes Verfahren auf oder in dem modifizierten Substratmaterial in einer Konzentration dispergiert werden, die ausreicht, um das Material zu durchdringen oder zu überziehen. Das als Metallbehälter 12 für die aerosolerzeugende Einrichtung verwendete wärmeleitende Material ist gewöhnlich eine Metallfolie wie Aluminiumfolie mit einer Dicke von weniger als etwa 0,01 mm bis etwa 0,1 mm oder mehr. Die Dicke und/oder Art des leitenden Materials läßt sich variieren, um praktisch jeden gewünschten Wärmeübertragungsgrad zu erzielen.

Die bei den bevorzugten Raucherartikeln eingesetzten Isolierelemente werden aus einer oder mehreren Schichten eines Isoliermaterials zu dem elastischen Mantel 16 geformt. Vorteilhaft ist es, wenn dieser Mantel 16 mindestens etwa 0,5 mm dick ist, vorzugsweise ist er mindestens etwa 1 mm dick. Der Mantel 16 erstreckt sich vorzugsweise über mehr als etwa die Hälfte, wenn nicht über die gesamte Länge des Brennstoffelementes 10.

Die allgemein bevorzugten Isolierfasern sind Keramikfasern wie Glasfasern. Bevorzugte Glasfasern sind Versuchswerkstoffe, die Erweichungspunkte von etwa 650°C haben.

Bei den am meisten bevorzugten Raucherartikeln werden die Brennstoff- und aerosolerzeugende Einrichtung an dem Mundstück 22 befestigt, obgleich das Mundstück 22 auch separat zur Verfügung gestellt werden kann, zum Beispiel in Form eines Zigarettenhalters. Dieses Element des Artikels stellt die Hülle dar, die die in Dampf überführte aerosolbildende Substanz in den Mund des Benutzers lenkt. Aufgrund ihrer Länge, etwa 35 bis 50 mm, hält sie auch die Wärme des Feuerkegels von Mund und Fingern des Benutzers zurück und schafft ausreichend Zeit, damit sich das heiße Aerosol abkühlen kann, bevor es den Benutzer erreicht.

Zu den bevorzugten Mundstücken 22 zählt das Celluloseacetatrohr von Figur 1. Andere bevorzugte Rohre umfassen ein kürzeres Celluloseacetatrohr in Verbindung mit einem längeren Abschnitt aus ungewebtem Faserpolypropylen, der auch als Filterspitze für den Raucherartikel fungieren kann. Andere geeignete Mundstücke werden Fachleuten bekannt sein.

Die Mundstücke der Erfindung können eine wahlweise „Filter“-spitze einschließen, die dem Artikel das Aussehen einer herkömmlichen Filterzigarette geben soll. Solche Filter schließen Celluloseacetatfilter niedriger Leistung, ungewebte Faserpropylenfilter und hohle oder mit Leitflächen ausgestattete Plastfilter, wie zum Beispiele jene aus Polypropylen, ein. Die Gesamtlänge des Artikels oder eines Abschnitts davon kann mit einer oder mehreren Schichten Zigarettenpapier 30 bis 36 umwickelt werden. Am Brennstoffelementende eingesetztes bevorzugtes Papier sollte beim Brennen des Brennstoffelements 10 keine offene Flamme bilden. Außerdem sollte das Papier steuerbare Glimmeigenschaften aufweisen und eine graue, zigarettenähnliche Asche erzeugen.

Die von den bevorzugten Raucherartikeln erzeugte Gesamtmasse an feuchten Teilchen (wet total particulate matter, Abk. WTPM) hat, nach Messung mit dem Ames-Test, keine mutagene Wirksamkeit, d. h., es besteht kein signifikantes Dosis-Wirkungs-Verhältnis zwischen der durch die bevorzugten Artikel der Erfindung erzeugten WTPM und der Anzahl Revertanten, die bei solchen Produkten ausgesetzten Standard-Testmikroorganismen auftreten. Die Verfasser des Ames-Tests vertreten die Ansicht, daß eine signifikante dosisabhängige Wirkung das Vorhandensein mutagener Stoffe in den getesteten Produkten anzeigt. Siehe Ames et al., *Mut. Res.* 31: 347-364 (1975); Nagao et al. *Mut. Res.* 42: 335 (1977).

Der Einsatz des erfindungsgemäßen modifizierten Substratmaterials in den zigarettenähnlichen Raucherartikeln soll nachstehend zum besseren Verständnis der Erfindung mit Bezug auf die folgenden Ausführungsbeispiele näher erläutert werden, die aber keine Einschränkung der Erfindung bedeuten. Bei allen hier angegebenen Prozentsätzen handelt es sich, sofern nichts anderes angegeben ist, um Ma.-%. Alle Temperaturen sind in Grad Celsius angegeben und sind unkorrigiert.

Beispiel I

Der in Figur 1 dargestellte Raucherartikel wurde wie folgt hergestellt.

A. Herstellung der Brennstoffquelle

GPC-Kraftpapier (BPC = Grand Prairie Canadian) (Talkumfreie Sorte), hergestellt aus Laubholz, wurde zerfasert und in einem Ofen aus rostfreiem Stahl von 228,6mm Durchmesser und 228,6mm Tiefe gelegt.

Die Ofenkammer wurde mit Stickstoff gespült, und die Ofentemperatur wurde auf 200°C angehoben und 2 Stunden dabei gehalten. Die Ofentemperatur wurde dann um 5°C pro Stunde auf 350°C erhöht und 2 Stunden lang bei 350°C gehalten. Danach wurde die Ofentemperatur um 5°C pro Stunde auf 750°C erhöht, um die Cellulose zu pyrolysieren. Der Ofen wurde wiederum 2 Stunden bei der Temperatur gehalten, um eine gleichmäßige Erwärmung der Kohle zu gewährleisten. Dann wurde der Ofen auf Raumtemperatur abgekühlt, und die Kohle wurde zu feinem Pulver (unter 400 mesh) gemahlen, wofür eine „Troost“-Mühle eingesetzt wurde. Diese pulverisierte Kohle (CGPC) hatte eine Rütteldichte von 0,6g/cm³ und einen Wasserstoff-plus-Sauerstoff-Spiegel von 4%.

Neun Teile dieses Kohlepulvers wurden mit einem Teil SMC-Pulver gemischt. K₂CO₃ wurde mit 1 Ma.-% zugegeben, und Wasser wurde zugesetzt, um eine dünne Aufschlämmung herzustellen, die dann zu einem Blatt gegossen und getrocknet wurde. Das getrocknete Blatt wurde danach erneut zu einem feinen Pulver vermahlen, und es wurde genügend Wasser zugesetzt, um eine plastische Mischung zu gewinnen, die steif genug war, um nach der Extrusion ihre Form zu behalten. Zum Beispiel wird eine aus der Mischung geformte Kugel im Verlaufe eines Tages nur eine geringe Neigung zum Fließen zeigen. Diese plastische Mischung wurde dann in einem Extruder für Chargen mit Raumtemperatur gebracht. Das Strangpreßwerkzeug zum Formen des Extrudats hatte konisch zulaufende Flächen, um den gleichmäßigen Fluß der plastischen Mischung zu erleichtern. Ein niedriger Druck (von weniger als 7,03 × 10⁶ kg pro Quadratmeter) wurde auf die plastische Masse angewendet, um sie durch ein Mundstück von 4,6mm Durchmesser zu drücken. Die feuchte Stange ließ man dann über Nacht bei Raumtemperatur trocknen. Um zu gewährleisten, daß sie vollständig trocken war, wurde sie dann für zwei Stunden bei 80°C in einen Ofen gelegt. Diese getrocknete Stange hatte eine Dichte von 0,85g/cm³, einen Durchmesser von 4,5 mm und eine Unrundheit von etwa 3%. Die trockene, extrudierte Stange wurde in Stücke von 10mm Länge geschnitten, und sieben Löcher von 0,2mm wurden in dichten Abständen durch die Länge der Stange mit einem Kerndurchmesser (d. h. dem Durchmesser des kleinsten Kreises, der die Löcher im Brennstoffelement umschreibt) von etwa 2,6mm und einem Abstand zwischen den Löchern von etwa 0,3mm gebohrt.

B. Sprühgetrockneter Extrakt

Tabak (Burley, im Heizkanal behandelt (flue cured), Türkisch, usw.) wurde zu einem mittleren Staub gemahlen und mit Wasser in einem Tank aus rostfreiem Stahl bei einer Konzentration von etwa 500g bis 750g Tabak pro 3785cm³ Wasser extrahiert. Die Extraktion wurde bei Umgebungstemperatur unter mechanischem Rühren über einen Zeitraum von etwa einer bis etwa drei Stunden durchgeführt. Das Gemisch wurde zentrifugiert, um suspendierte Feststoffe zu entfernen, und der Extrakt wurde sprühgetrocknet, indem die wäßrige Lösung kontinuierlich zu einem herkömmlichen Sprühtrockner wie einem Anhydro, Größe Nr. 1, mit einer Eingangstemperatur von etwa 215°C bis 230°C gepumpt wurde und das getrocknete Pulvermaterial am Ausgang des Trockners gesammelt wurde. Die Ausgangstemperatur variierte von etwa 82°C bis 90°C.

C. Substratherstellung

Tonerde mit großer wirksamer Oberfläche (wirksame Oberfläche = 280m²/g) mit einer Korngröße, ausgedrückt durch die Maschenzahl des Siebes, von -8 bis +14 (US) wurde bei einer Garbrandtemperatur von etwa 1400°C etwa eine Stunde lang gesintert und gekühlt. Die wirksame Oberfläche der modifizierten Tonerde betrug etwa 4,0m²/g. Die Tonerde wurde mit Wasser gewaschen und getrocknet. Die gesinterte Tonerde (640mg) wurde mit einer wäßrigen Lösung behandelt, die 107 mg sprühgetrockneten, im Heizkanal behandelten Tabakextrakt enthielt, und auf einen Feuchtigkeitsgehalt von etwa 1 Ma.-% getrocknet. Dieses Material wurde dann mit einem Gemisch aus 233mg Glycerol und 17mg einer Geschmackskomponente behandelt.

D. Zusammenbau

Die Metallbehälter für das Substrat waren 30 mm lange spiralförmig gewundene Aluminiumrohre mit einem Durchmesser von etwa 4,5 mm. Wahlweise kann eine tiefgezogene Kapsel aus Aluminiumrohr mit einer Dicke von etwa 0,1016 mm, einer Länge von etwa 32 mm und einem Außendurchmesser von etwa 4,5 mm verwendet werden. Ein Ende jedes dieser Rohre war gesickt, um das Mundende der Kapsel abzudichten. Das abgedichtete Ende der Kapsel war mit zwei schlitzartigen Öffnungen, jede mit einer Größe von etwa 0,65 mm × 3,45 mm, in einem Abstand von etwa 1,14 mm voneinander angebracht, versehen, damit der Aerosolbildner zum Verbraucher gelangen konnte. Ungefähr 170 mg der modifizierten Tonerde wurden verwendet, um jeden der Behälter zu füllen.

Nach dem Füllen der Metallbehälter wurde jeder mit einem Brennstoffelement verbunden, indem etwa 2 mm des Brennstoffelements in das offene Ende des Behälters eingesetzt wurden.

E. Isoliermaterial

Die Kombination aus Brennstoffelement und Kapsel wurde am Brennstoffelementende mit einem 10 mm langen Glasfasermantel mit einem Erweichungspunkt von etwa 650°C mit einem Pectinbindemittel von 4 Ma.-% bis zu einem Durchmesser von 7,5 mm umwickelt und mit P878-63-5-Papier umhüllt.

F. Tabakmantel

Eine Tabakstange von 7,5 mm Durchmesser und 28 mm Länge mit einer 646-Plug-Wrap-Umhüllung, z. B. von einer filterlosen Zigarette, wurde mit einer Sonde dahingehend modifiziert, daß darin ein Längskanal (etwa 4,5 mm Durchmesser) entstand.

G. Zusammenbau

Die ummantelte Brennstoffelement-Kapsel-Kombination wurde so weit in den Tabakstangenkanal eingesetzt, bis der Glasfasermantel an den Tabak angrenzte. Die Glasfaser- und Tabakabschnitte wurden mit Kimberly-Clark-P878-16-2 umhüllt. Ein Celluloseacetatmundendstück (30 mm lang), umhüllt mit 646 Plug Wrap, von der in Figur 1 dargestellten Art, wurde mit einem Filterelement (10 mm lang) verbunden, das ebenfalls mit 646 Plug Wrap umhüllt war, indem es mit nicht an den Lippen klebendem Papier bestückt wurde.

Der kombinierte Mundendstückabschnitt wurde mit dem ummantelten Brennelement-Kapsel-Abschnitt durch einen kleinen Abschnitt aus weißem Papier und Leim verbunden.

Andere Raucherartikel wurden auf die vorhergehende Art und Weise verbunden, ausgenommen, daß die Brennstoffquelle ohne erneutes Mahlen oder Trocknen des Kohlepulveraufschlammungsgemisches hergestellt wurde. Bei solchen Artikeln werden die Brennstoffelemente durch Extrudieren direkt aus einer steifen, teigartigen, aus Kohlepulvergemisch bereiteten Paste hergestellt.

In dieser Art hergestellte Raucherartikel erzeugten ein Tabakrauch ähnelndes Aerosol ohne den unerwünschten Geschmacksfehler, der bei ähnlichen Artikeln, bei denen unbehandelte Tonerde eingesetzt wird, auftritt.

Beispiel II

Raucherartikel der in Figur 1 veranschaulichten Art wurden hergestellt, indem ein extrudiertes Tonerde-Substratmaterial auf folgende Weise verwendet wurde.

Ein Tonerdehydratbindemittel wurde mit Tonerde in einem Verhältnis von 60:40 gemischt. Das Mischen erfolgte in einer Walzenmühle über einen Zeitraum von 4 Stunden. Peptisierung der Tonerde wurde durch Essigsäurebehandlung erzielt. In einem Kollergang wurden Tonerdehydrat und Tonerdesubstrat mit wäßriger, 5%iger Essigsäure auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 31 % gemischt. Die Mischung wurde vier Tage bei Raumtemperatur in einem luftdichten Behälter gehalten. Die Mischung wurde in einem Kolbenextruder unter Einsatz eines Forney-Drucktesters zu dünnen Strängen extrudiert. Es wurden Stränge mit unterschiedlichen Durchmessern hergestellt. Die Extrudate wurden bei Raumtemperatur getrocknet und 3 Stunden lang bei einer Kammer Temperatur von 500°C erhitzt. Das Erhitzen erfolgte bei einer Betthöhe von weniger als einem Zoll. Mehrere der Extrudate wurden in Raucherartikeln getestet, die im allgemeinen wie in Beispiel I hergestellt waren. Die Extrudate wurden mit 30 Ma.-% Glycerol beladen und in die Metallkapsel eingesetzt. Beim Rauchen wurde bei allen Zügen eine beträchtliche Aerosolmenge erzeugt, allerdings entstand bei einigen Zügen ein Geschmacksfehler, der, wie angenommen wird, auf Pyrolyse von Glycerol zurückzuführen ist.

Das bei 500°C gesinterte Material wurde weiter modifiziert, indem es eine Stunde lang bei 1300°C gesintert wurde, um die Tonerde von ihrer Gamma-Form in die Alpha-Form zu verwandeln. Beim Rauchen unter ähnlichen Bedingungen entstanden ähnliche Aerosolmengen ohne jeglichen Geschmacksfehler.

Beispiel III

APC-Aktivkohle (Calgon) wurde eine Stunde lang in einem Ofen für satzweise Beschickung unter einer Stickstoffatmosphäre bei 2500°C gehalten. Verglichen mit dem unmodifizierten Substrat erzeugte die wärmemodifizierte APC-Aktivkohle einen relativ geringen Geschmacksfehlergrad, wenn sie mit etwa 40 Ma.-% Glycerol beladen und in einem Artikel geraucht wurde, der dem in Beispiel I beschriebenen ähnlich war.

Beispiel IV

Etwa 50 g der wärmemodifizierten APC von Beispiel III wurden mit 75 ml wäßrigem Extrakt von Tabakstaub (hergestellt aus 100 g Tabakstaub in 500 ml Wasser) gemischt. Nach sanftem und gründlichem Mischen wurde das Gemisch eine Stunde bei Raumtemperatur stehengelassen, und die Flüssigkeit wurde dekantiert und verworfen. Das tabakmodifizierte Substrat wurde dann mit einigen Volumen deionisiertem Wasser gewaschen. Das gewaschene Substrat wurde eine Stunde bei 140°C in einem Konvektionsofen getrocknet. Die Waschstufe entfernte eine beträchtliche Menge lösliches Material aus dem Substrat. Das wärmemodifizierte Substrat wurde in ähnlichen Raucherartikeln wie den in Beispiel I beschriebenen verwendet und ergab eine bedeutende Geschmacksverbesserung. Unter normalen Rauchbedingungen erzeugte das gewaschene Substrat keinerlei unangenehmen Geschmack.

Beispiel V

100g pulverisierter Tabak wurden in 500ml deionisiertem Wasser suspendiert. Die Suspension wurde 30 Minuten auf einem magnetischen Rührwerk gerührt und 30 Minuten bei 2800 U/Min. zentrifugiert. Das Pellet wurde verworfen, und die überstehende Flüssigkeit (Tabakextrakt) wurde zur späteren Verwendung in einem Kühlschrank aufbewahrt.

Etwa 75ml dieses Extrakts wurden zu 50g DP-131 (Calgon) hinzugegeben, und die Suspension wurde eine Stunde stehengelassen. In einigen Fällen wurde die Inkubation über Nacht fortgesetzt. Das modifizierte DP-131-Material wurde 4 bis 6 Stunden bei 100°C getrocknet. In einigen Fällen wurde die Behandlung mit dem Tabakextrakt wiederholt. Das modifizierte DP-131 wurde mit 50% (Feuchtgutmasse) Glycerol beladen und in einem ähnlichen Artikel wie dem von Fig. 1 geraucht. Die Behandlung mit dem Tabakextrakt reduzierte den Geschmacksfehler bedeutend.

Die Erfindung, einschließlich ihrer bevorzugten Ausführungsformen, ist im Detail beschrieben worden. Es versteht sich jedoch, daß Fachleute bei Betrachtung der vorliegenden Offenbarung Modifizierungen und/oder Verbesserungen an dieser Erfindung machen und sich noch im Geltungsbereich der Erfindung, wie er in den anhängigen Patentansprüchen dargelegt ist, befinden können.

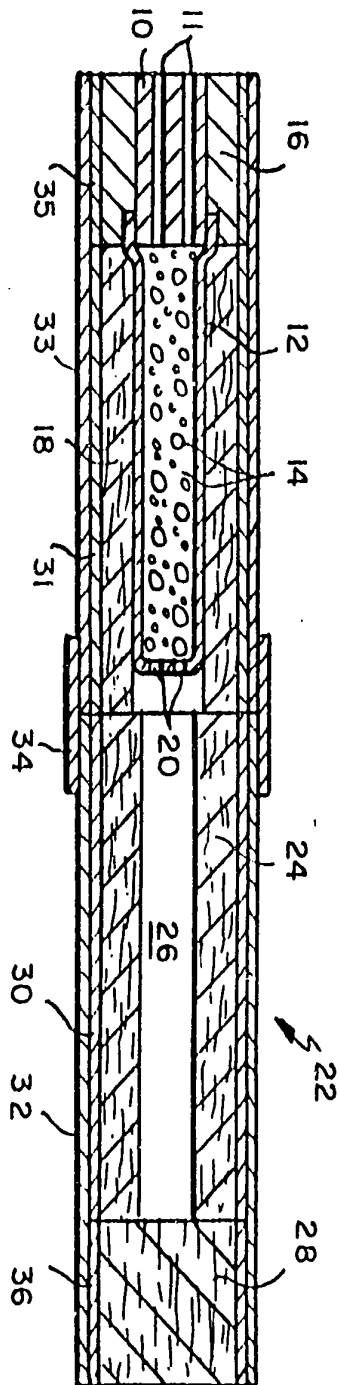


FIG. 1