

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号
特許第5111370号
(P5111370)

(45) 発行日 平成25年1月9日(2013.1.9)

(24) 登録日 平成24年10月19日(2012.10.19)

(51) Int.Cl.

F I

A 2 4 B 15/26 (2006.01)

A 2 4 B 15/26

B 0 1 D 11/02 (2006.01)

B 0 1 D 11/02 A

請求項の数 7 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2008-523489 (P2008-523489)	(73) 特許権者	596060424
(86) (22) 出願日	平成18年7月28日 (2006. 7. 28)		フィリップ・モーリス・プロダクツ・ソシ
(65) 公表番号	特表2009-502160 (P2009-502160A)		エテ・アノニム
(43) 公表日	平成21年1月29日 (2009. 1. 29)		スイス国セアシュール 2000 ヌシャテル
(86) 国際出願番号	PCT/IB2006/003816		、ケ、ジャンルノー 3
(87) 国際公開番号	W02007/052159	(74) 代理人	100082005
(87) 国際公開日	平成19年5月10日 (2007. 5. 10)		弁理士 熊倉 禎男
審査請求日	平成21年7月28日 (2009. 7. 28)	(74) 代理人	100067013
(31) 優先権主張番号	11/192, 446		弁理士 大塚 文昭
(32) 優先日	平成17年7月29日 (2005. 7. 29)	(74) 代理人	100086771
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 西島 孝喜
		(74) 代理人	100109070
			弁理士 須田 洋之

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 タバコ成分の抽出及び貯蔵

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高タバコ溶質の溶液を装置内で形成する方法であって、前記方法は、
i) タバコを含有する第 1 の容器に抽出溶媒を再循環させることによってタバコからタバコ溶質を抽出して、タバコと、超臨界流体を含むタバコ溶質含有抽出溶媒との混合物を形成する段階と、

i i) 捕捉溶媒を含有する第 2 の容器に前記タバコ溶質含有抽出溶媒を流入させることによって、前記抽出溶媒から前記タバコ溶質を取り出してタバコ溶質富有液を形成する段階であって、前記超臨界流体は、抽出段階 i) 及び取り出し段階 i i) 中に超臨界状態で維持される、段階と、
を含み、

前記タバコ溶質は、ニコチンと少なくとも 1 つのタバコ香味化合物又は少なくとも 1 つの芳香化合物又は少なくとも 1 つのタバコ香味化合物及び少なくとも 1 つの芳香化合物の組み合わせ、とを含み、前記捕捉溶媒は、プロピレングリコール、トリアセチン、グリセリン、及びこれらの混合物から成るグループから選択される、
ことを特徴とする方法。

【請求項 2】

ニコチン及び前記少なくとも 1 つのタバコ香味化合物又は前記少なくとも 1 つのタバコ芳香化合物又は少なくとも 1 つのタバコ香味化合物及び少なくとも 1 つの芳香化合物の組み合わせ、は、タバコから同時に抽出される、

ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記タバコ中の溶質の少なくとも 50 重量%又は少なくとも 80 重量%が前記タバコから抽出される、

ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記超臨界流体は二酸化炭素を含む、

ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記超臨界流体は更に、水、エタノール、メタノール、アセトン、プロパン、2-プロパノール、クロロホルム、1,1,1-トリクロールエタン、2,2,2-トリフルオロエタノール、トリエチルアミン、1,2-ジブromoエタン、及びこれらの混合物から成るグループから選択された共溶媒を含む、

ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記捕捉溶媒は、本質的にプロピレングリコールから成る、

ことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

請求項 1 に記載の方法に従って作られた高タバコ溶質の溶液を含むシガレット。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

以下の説明においては、特定の構造及び方法について参照されるが、こうした参照は、必ずしもこれらの構造及び方法が適用される法的規定のもとで従来技術として適格であると認められるものとして解釈されるべきではない。出願人らは、参照対象のいずれも従来技術を構成しないことを示す権利を保留する。

【背景技術】

【0002】

有機溶媒を用いたタバコからのニコチンの抽出は、米国特許第 3,096,773 号、第 2,227,863 号、第 2,128,043 号、第 2,048,624 号、第 1,196,184 号、及び第 678,362 号によって開示されている。タバコからのニコチンの超臨界溶媒抽出は、米国特許第 4,153,063 号と米国特許第 5,497,792 号及び第 5,018,540 号により開示されている。

【0003】

【特許文献 1】米国特許第 3,096,773 号公報

【特許文献 2】米国特許第 2,227,863 号公報

【特許文献 3】米国特許第 2,128,043 号公報

【特許文献 4】米国特許第 2,048,624 号公報

【特許文献 5】米国特許第 1,196,184 号公報

【特許文献 6】米国特許第 678,362 号公報

【特許文献 7】米国特許第 4,153,063 号公報

【特許文献 8】米国特許第 5,497,792 号公報

【特許文献 9】米国特許第 5,018,540 号公報

【非特許文献 1】「CRC Handbook of Chemistry and Physics」第 70 版、R. C. Weast, et al., Editors、CRC Press、Inc., Boca Raton, Florida (1989)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

これまで開発されてきたにもかかわらず、タバコからのニコチン、香味化合物、及び芳香化合物の抽出方法の改善に関心がもたれている。更に、その後のタバコ処理及び／又はシガレット製造における抽出ニコチン及び香味／芳香化合物の保持に関心がもたれている。

【課題を解決するための手段】

【0005】

高タバコ溶質の溶液を装置内で形成する方法は、i) タバコを含有する第1の容器に抽出溶媒を流入させることによってタバコからタバコ溶質を抽出して、タバコとタバコ溶質含有抽出溶媒との混合物を形成する段階と、ii) 捕捉溶媒を含有する第2の容器にタバコ溶質含有抽出溶媒を流入させることによって抽出溶媒からタバコ溶質を取り出す段階と、を含み、該タバコ溶質は、ニコチンと少なくとも1つのタバコ香味／芳香化合物とを含み、捕捉溶媒は、プロピレングリコール、トリアセチン、グリセリン、及びこれらの混合物から成るグループから選択される。抽出溶媒は、好ましくは超臨界流体を含む。高タバコ溶質の溶液は、捕捉溶媒中に溶解したタバコ溶質の溶液を含む。当該溶液は、バルク液体の形態とすることができ、或いは、当該溶液は、カプセル化するか、又はマイクロビーズ、繊維、もしくはフィルムの形態とすることができる。高タバコ溶質の溶液の形成後、当該溶液中のニコチン濃度を低下させることができ、及び／又は当該溶液中の少なくとも1つのタバコ香味化合物又は少なくとも1つのタバコ芳香化合物の濃度を低下させることができる。

10

【0006】

20

好ましくはニコチン及び1つ又はそれ以上の香味／芳香化合物は、タバコから同時に抽出される。好ましい実施形態では、タバコ中の少なくとも50重量％又は少なくとも80重量％のタバコ溶質がタバコから抽出される。

【0007】

タバコからのタバコ溶質の抽出は、タバコを通して抽出溶媒を再循環させる段階を含むことができる。例えば、タバコの質量に対するタバコを通して流れる抽出溶媒の全質量の比率は、約75～500とすることができる。溶質は、実質的に乾燥タバコから、又は最大約30重量％の含水率を有するように調整されたタバコから抽出することができる。

【0008】

30

抽出溶媒は、超臨界二酸化炭素を含み、例えば、水、エタノール、メタノール、アセトン、プロパン、2-プロパノール、クロロホルム、1,1,1-トリクロールエタン、2,2,2-トリフルオロエタノール、トリエチルアミン、1,2-ジブromoエタン、及びこれらの混合物などの共溶媒を更に含むことができる。

【0009】

好ましい捕捉溶媒は、本質的にプロピレングリコールから成る。タバコ溶質が抽出されるタバコの質量に対する捕捉溶媒の質量の好ましい比率は、約2よりも小さく、より好ましくは約1よりも小さくすることができる。

【0010】

タバコからタバコ溶質を抽出する前に、タバコは、酸又は塩基で処理することができる。

40

【0011】

タバコ溶質は、好ましくはタバコから抽出され、捕捉溶媒に移送されると共に、抽出溶媒が超臨界状態に維持される。抽出溶媒から捕捉溶媒へのタバコ溶質の移送効率を改善するために、高溶質の抽出溶媒は、捕捉溶媒に加えてパッキング材料を含む容器に流入させることができる。更に、抽出溶媒から捕捉溶媒へのタバコ溶質の移送段階は、溶質を含む抽出溶媒を捕捉溶媒を通して再循環させる段階を含むことができる。好ましい実施形態では、溶液は、タバコから抽出されたタバコ溶質の実質的に全てを含む。

【0012】

抽出ステップは、タバコを通して抽出溶媒を流す段階を含む。抽出ステップは、繰り返すことができ、ここでは抽出溶媒からタバコ溶質を取り出す前に、抽出溶媒が同じタバコ

50

を通過して再循環される。取り出しステップは、捕捉溶媒にタバコ溶質含有抽出溶媒を流入させる段階を含む。取り出しステップは繰り返すことができ、ここで、溶質含有抽出溶媒は、捕捉溶媒を含有する容器を通して再循環させることができる。本方法は、後退ステップと取り出しステップを交互に繰り返す段階を含むことができる。しかしながら、好ましい実施形態では、抽出ステップと取り出しステップは、連続した流れ構成で行われる（すなわち、抽出と取り出しは、それぞれの容器内で同時に行っている）。

【0013】

抽出段階及び取り出し段階の後、新しい抽出溶媒を装置に付加し、同時にタバコからタバコ溶質を抽出するのに使用された抽出溶媒を装置から取り出すことによって装置を洗浄することができる。好ましくは、追加される新しい抽出溶媒の容積は、取り出される抽出溶媒の容積と実質的に等しい。新しい抽出溶媒を追加することと使用された抽出溶媒を取り出すことを同時に行うステップの間、第1の及び第2の容器内部の温度及び圧力は、好ましくは実質的に一定に保たれる。追加される新しい抽出溶媒の容積は、第1及び第2の容器の全容積の少なくとも2倍とすることができる。

【0014】

高タバコ溶質の溶液は、タバコカットフィルター、シガレットペーパー、シガレットフィルタ、ウェブ、又はマットなどのシガレット構成要素中に組み込まれ、香味変性シガレット構成要素を形成することができる。シガレットは、香味変性シガレット構成要素を含むことができる。更に、シガレットに加えて、高タバコ溶質の溶液を用いて、他のタバコ香味付け製品に香味付けることができる。

【0015】

シガレットを作る方法は、高タバコ溶質の溶液を形成する段階と、該溶液をタバコカットフィルター及び/又はシガレットペーパー上にスプレーコーティング又は浸漬コーティングする段階と、タバコカットフィルターをシガレット製造機に提供して、タバコ列を形成する段階と、タバコ列の周りにシガレットペーパーを配置してシガレットのタバコロッドを形成する段階と、任意選択的に、チップペーパーを使用してタバコロッドにシガレットフィルタを取り付ける段階と、を含む。

【0016】

別の実施形態では、香味変性タバコカットフィルターは、タバコからタバコ溶質を抽出することによって作られた低タバコ溶質のタバコを含む。シガレットは、高タバコ溶質のタバコ及び/又は低タバコ溶質のタバコを含むことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

タバコからタバコ成分を抽出する改善された方法、及びこのようにして抽出されたタバコ成分を含む溶液を製作する方法が提供される。また、このような抽出されたタバコ成分を含むシガレット及びシガレットの構成要素（例えば、カットフィルター、シガレットフィルタ、ウェブ、又はマット）が提供される。更に、このような成分が抽出されたタバコの残りの部分は、シガレットに使用することができる。

【0018】

タバコ内には香味化合物、芳香化合物、及び/又はニコチンなどのタバコ成分が存在し、本明細書では総称的に「タバコ溶質」と呼ばれる。タバコ溶質は、抽出溶媒中に溶解しタバコから取り出すことができる。抽出溶媒は、好ましくは超臨界流体を含む。タバコから取り出されると、抽出溶媒中に溶解したタバコ溶質は、抽出溶媒が相変化を生じることなく該抽出溶媒から捕捉溶媒に分配することができる。例えばトリアセチン、グリセリン、及びこれらの混合物などの他の捕捉溶媒を使用することができるが、好ましい捕捉溶媒は、プロピレングリコールである。タバコ溶質が抽出溶媒から捕捉溶媒に分配されると、低溶質の抽出溶媒を再循環させ、付加的なタバコ溶質（例えば新しいタバコ又は同じタバコから）を抽出することができる。溶質を含んだ捕捉溶媒は、タバコ香味付加などのこの後のタバコの処理で使用するすることができる。

【0019】

好ましくは、香味化合物、芳香化合物、及びニコチンは、香味化合物、芳香化合物、及びニコチンを溶解することができる超臨界流体を使用して、タバコから同時に抽出される。流体は、圧力増大によっても液化できない程の高温において気相状態であるときには超臨界状態になる。超臨界流体は通常、液体と同等の密度を有するが、気体に匹敵する拡散性と粘性とを有する。

【 0 0 2 0 】

好ましい超臨界流体は、超臨界二酸化炭素（ SCCO_2 ）である。超臨界二酸化炭素は、その臨界温度すなわち約 31°C を超え、その臨界圧力すなわち約 $7 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ （約 70 気圧）を超える二酸化炭素である。超臨界二酸化炭素を用いた抽出は、好ましくは臨界温度を超えて約 120°C までの範囲温度で、好ましくは臨界圧力を超え約 $1.5 \times 10^8 \text{ N/m}^2$ （約 1500 気圧）までの範囲圧力で行われる。好ましい実施形態では、タバコ溶質を抽出するのに使用される超臨界二酸化炭素の温度は、約 60°C と約 100°C の間（例えば、約 60°C 、約 70°C 、約 80°C 、約 90°C 、又は約 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ ）であり、超臨界二酸化炭素の圧力は、約 $1 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ と約 $3 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ （約 100 気圧から約 300 気圧）の間である。例えば、約 $1 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ 、約 $1.5 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ 、約 $2 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ 、約 $2.5 \times 10^7 \text{ N/m}^2$ 、又は約 $3 \times 10^7 \text{ N/m}^2 \pm 2.5 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ （約 100 気圧、約 150 気圧、約 200 気圧、約 250 気圧、約 300 気圧 ± 25 気圧）である。

【 0 0 2 1 】

二酸化炭素の代わりに、又はこれに加えて使用することができる他の適切な抽出溶媒は、*n*-プロパン、*n*-ブタン、*n*-ペンタン、*n*-ヘキサン、*n*-ヘプタン、*n*-シクロヘキサン、エタノール、*n*-ペンタノール、*n*-ヘキサノール、トルエン、アセトン、メチルアセテート、ジエチルエーテル、石油エーテル、並びに、ジクロロメタン、ジフルオロメタン、ジクロロジフルオロメタン、トリフルオロメタン、及び四塩化炭素などのハロゲン化炭化水素を含む。必要に応じて、超臨界流体の混合物を使用することができる。

【 0 0 2 2 】

抽出溶媒として使用される超臨界流体は、超臨界条件下でタバコ溶質を溶解するあらゆる超臨界流体とすることができる。二酸化炭素以外の溶媒を使用した抽出に好適な温度範囲及び圧力範囲は通常、二酸化炭素と同程度のオーダーである。超臨界流体の臨界温度（ T_c ）及び臨界圧力（ P_c ）は、定期的実験によって、又は「CRC Handbook of Chemistry and Physics」第70版、R. C. Weast, et al., Editors, CRC Press, Inc., Boca Raton, Florida (1989)などの参考資料により求めることができる。幾つかの流体の臨界温度及び臨界圧力を表1に掲げる。

表1：幾つかの流体の臨界温度及び臨界圧力

10

20

30

流体名	T _c (°C)	P _c (気圧)	P _c (N/m ²)
二酸化炭素	31	73	7.4x10 ⁶
n-プロパン	97	42	4.3 x10 ⁶
n-ブタン	152	38	3.9 x10 ⁶
n-ペンタン	197	33	3.3 x10 ⁶
n-ヘキサ	234	30	3 x10 ⁶
n-ヘプタン	267	27	2.7 x10 ⁶
シクロヘキサン	280	40	4 x10 ⁶
エタノール	243	63	6.4 x10 ⁶
トルエン	321	42	4.2 x10 ⁶
アセトン	236	47	4.8 x10 ⁶
メチルアセテート	234	46	4.7 x10 ⁶
ジエチルエーテル	193	36	3.6 x10 ⁶
ジクロロメタン	237	60	6 x10 ⁶
ジクロロジフルオロメタン	112	41	4.2 x10 ⁶
トリフルオロメタン	26	47	4.8 x10 ⁶
四塩化炭素	283	45	4.6 x10 ⁶

10

【0023】

20

任意選択的に、タバコは、抽出溶媒中の1つ又はそれ以上のタバコ溶質の溶解度を制御するように変性することができる。例えば、タバコ溶質の溶解度は、タバコに酸（例えばHCl）又は塩基（例えばアンモニア又はアンモニア水）を付加することでタバコのpHを制御することによって変性することができる。

【0024】

超臨界流体は、例えば、水、エタノール、メタノール、アセトン、プロパン、2-プロパノール、クロロホルム、1,1,1-トリクロロエタン、2,2,2-トリフルオロエタノール、トリエチルアミン、1,2-ジプロモエタン、及びこれらの混合物などの共溶媒を更に含むことができる。共溶媒を用いて、超臨界流体中のタバコ溶質の溶解度を増減させることができる。

30

【0025】

タバコからタバコ溶質を抽出した後、溶質含有抽出溶媒は、交換システムに流れ、そこでタバコ溶質が抽出溶媒から捕捉溶媒に分配（すなわち移送）される。捕捉溶媒は、好ましくは抽出溶媒中で限定された溶解度と、タバコ溶質に対して高い親和性（例えば吸着又は吸収親和性）を有する。好ましくは、抽出されたタバコ溶質は、抽出溶媒から捕捉溶媒に分配される。好ましい実施形態では、実質的に全ての抽出されたタバコ溶質は、捕捉溶媒に分配される。

【0026】

タバコ溶質を捕捉溶媒に分配する前に、抽出溶媒中のニコチン濃度を低くすることができ、及び/又は抽出溶媒中のタバコ香味化合物又はタバコ芳香化合物の濃度を低くすることができる。タバコ溶質を捕捉溶媒に分配した後に、捕捉溶媒中のニコチン濃度を低くすることができ、及び/又は捕捉溶媒中のタバコ香味化合物又はタバコ芳香化合物の濃度を低くすることができる。抽出溶媒中のニコチン濃度を低くする方法は、米国特許第5,497,792号で開示されており、該特許は、引用により全体が本明細書に組み込まれる。

40

【0027】

超臨界状態を維持することが可能なあらゆる適切な容器の構成を用いて、タバコ溶質を抽出し移送することができる。タバコからの抽出及びその後のタバコ溶質の溶媒交換に好適な装置を図1に示す。抽出及び交換装置は、交換サブシステムと流体連通した抽出サブシステムを含む。

50

【0028】

装置100は、超臨界流体を生成し循環させるように適合された閉ループ流れシステムを含む。装置は、単一の抽出容器1又は複数の相互接続された抽出容器（図示せず）から構成された抽出サブシステム10を含む。例えば、複数の抽出容器は、直列又は並列に接続して抽出サブシステムを形成することができる。超臨界流体を使用してタバコから溶質を抽出するように適合された装置は、米国特許第5,497,792号及び第5,018,540号に開示されており、該特許は、引用により全体が本明細書に組み込まれる。

【0029】

装置100は交換サブシステム20を更に含む。交換サブシステムは、単一の交換容器又は複数の相互接続した交換容器2、3を含むことができる。1つ又はそれ以上の交換容器は、1つ又はそれ以上の抽出容器と流体連通している。複数の交換容器を含む交換サブシステムでは、交換容器を互いに直列又は並列に接続することができる。図1では、交換容器2、3は並列に接続されて示されており、各交換容器の出口は、任意に開放大気と流体連通されて（例えば出口が排気口に通ることができる）示されている。

【0030】

動作時には、抽出容器1にタバコが充填され、容器内にタバコのベッドを形成する。好ましくは、抽出容器には本質的にタバコが充填されるが、タバコ溶質は、タバコの充填が不可欠という訳ではない抽出容器を使用して抽出することができる。超臨界流体は、ポンプ4及び流量計5を介して流れシステムを通して循環させることができる。超臨界流体は、1つ又はそれ以上の抽出容器及び1つ又はそれ以上の交換容器を通して流れることができる。流れシステム内の超臨界流体の圧力は、充填ポンプ（例えば圧縮機）（図示せず）によって制御され、超臨界流体の温度は、熱交換器6によって制御される。複数のバルブ8を使用して装置を通る超臨界流体の流量を制御することができる。

【0031】

タバコ溶質を抽出できる適切なタイプのタバコ材料の実施例は、煙管火力乾燥タバコ、Bright、Burley、Maryland、又はOrientalタバコを含む。タバコ材料は、タバコ葉片、容積膨張又はパフタバコなどの加工タバコ材料、カットロール又はカットパフ茎などの加工タバコ茎、再構成タバコ材料、又はこれらのブレンドの形態で提供することができる。好ましくは、単一のタイプのタバコは、抽出/分配加工ステップの間に加工される。

【0032】

超臨界流体は、抽出サブシステムを通して（すなわちタバコを通して）流れてタバコからタバコ溶質を抽出し、且つ交換サブシステムを通して（すなわち捕捉溶媒を通して）流れて、超臨界流体から抽出タバコ溶質を分離し、これらを捕捉溶媒に分配するようにする。超臨界流体は、第1の処理時間の溶媒抽出時には抽出サブシステムだけを通して流れ、第2の処理時間の溶質の移送時には交換サブシステムだけを通して流れることができるが、より好ましい実施形態では、超臨界流体は、抽出及び交換サブシステムの両方を通して同時に流れる（すなわち連続して流れる）ことができる。このような好ましい実施形態では、超臨界流体は、抽出及び交換サブシステムを通して連続ループ状態で流れる。

【0033】

超臨界流体は、好ましくは抽出容器1の底部に入り、タバコベッドを上方に通過して、容器の頂部から出る。抽出容器1は、タバコを通る超臨界流体の軸方向の流れ又は半径方向の流れに適合することができる。軸方向の流れでは、超臨界流体は、抽出容器の底部から抽出容器の頂部に向かって実質的に垂直方向にタバコベッドを通して流れる。半径方向の流れでは、超臨界流体は、タバコベッドを通して水平方向に流れるよう配向される。例えば、半径方向の流れに向けて設計された容器では、超臨界流体は、容器の底部において中央の垂直方向円筒形マニホールドに入ることができる。超臨界流体は、マニホールド内の複数のオリフィスを通して容器の周辺部に向けて実質的に水平方向でマニホールドから流出することができる。中央のマニホールドに加えて又はこれに代えて、半径方向の流れに向けて設計された容器では、内部バッフルを使用して、タバコを通る超臨界流体の水平方向の流

10

20

30

40

50

れを配向することができる。超臨界流体の半径方向の流れは、タバコ材料の圧縮を最小にし、抽出容器中の圧力低下を低減することを可能にすることができる。複数の抽出容器が使用される場合には、抽出容器は、超臨界流体の全てが半径方向の流れに向けて設計されるか、又は全てが軸方向の流れに向けて設計されるのが好ましい。タバコベッドを通過する際に、超臨界流体は、タバコからタバコ溶質を抽出する。

【0034】

抽出容器を通して超臨界流体を循環させることによって、超臨界流体中のタバコ溶質の濃度を高くすることができ、タバコの残りの部分のタバコ溶質の濃度を低くすることができる。超臨界流体中のタバコ溶質の濃度が超臨界流体中のタバコ溶質の飽和限界を下回る場合、超臨界流体では、タバコ溶質を更に高濃度にすることができる。抽出容器を通る超臨界流体の温度、圧力、及び流量の1つ又はそれ以上を制御して、超臨界流体中のタバコ溶質の溶解度を制御することができる。容器の形状寸法（長さ、幅、又は直径及び/又は断面積）を変えて、超臨界流体中のタバコ溶質の溶解度を制御することができる。

10

【0035】

システム中の超臨界流体の好ましい全容積は、交換サブシステムに流れる超臨界流体中のタバコ溶質の濃度を最大にすることになる量である。

【0036】

上述のように、タバコからタバコ溶質を抽出するために、超臨界流体が循環され、好ましくはタバコベッドを通過して再循環される。抽出容器中の超臨界流体の質量は、抽出容器中のタバコ質量の約1～5倍、好ましくは約2～3倍とすることができるが、タバコを通過して循環する（すなわち再循環による）超臨界流体の全質量は、タバコ質量の約75～500倍とすることができる。全タバコ質量に対し、タバコを通過して循環する超臨界流体の全質量の比率（「M/M」と略記）は、より好ましくは約100～400（例えば、約100、200、300、又は400±50）である。

20

【0037】

超臨界流体は、タバコ溶質を抽出するのに十分な速度でタバコを含有する1つ又はそれ以上の抽出容器を通過して1回又は複数回循環する。しかしながら、過大な超臨界流体速度は、タバコベッドの圧縮を引き起こし、システムの抽出効率を低下させる可能性がある。抽出工程によりタバコからタバコ溶質が抽出される間は、タバコを通る超臨界流体の循環がタバコを損傷しないのが好ましい。好ましい実施形態では、超臨界流体は、タバコを含有する抽出容器の底部に導入され、毎分0.03メートル～約0.6メートル（毎分約0.1フィート～約2フィート）、より好ましくは毎分約0.15メートル～約0.3メートル（毎分約0.5フィート～約1フィート）の流量でタバコのベッドを通過して上方に流される。

30

【0038】

所望速度での超臨界流体の圧送に加えて、抽出容器の寸法を選択することによって速度を制御することができる。例えば、比例的により大きな容器直径を利用して、所与の溶媒処理量に対する溶媒速度を低下させることができ、小さな容器直径を利用して、単位時間あたりタバコに接触する溶媒量を増大させることができる。抽出容器の高さ又は長さは、容器の幅又は直径の好ましくは約1～5倍、より好ましくは約1～2倍である。

40

【0039】

タバコから1つ又はそれ以上のタバコ溶質を抽出する前に、タバコを事前処理することができる。例えば、抽出工程は、乾燥タバコ又は湿ったタバコを使用して行うことができる。タバコは、オープン揮発量の最大約30%（例えば最大約4、8、16、又は25%）又はそれ以上の含湿率を有するように調整することができ、この場合、タバコ中のオープン揮発値のパーセンテージは、含湿率に僅かな量の他の揮発成分を加えた値である。更に、1つ又はそれ以上のタバコ溶質の抽出効率に影響を及ぼすために、タバコの事前処理用に重炭酸アンモニウムなどの化学塩基を使用することができる。超臨界流体を使用した溶質の抽出前にタバコを事前処理するのに使用することができる適切な化学塩基は、米国特許第5,018,540号に開示されており、該特許は引用により全体が本明細書に組

50

み込まれる。

【 0 0 4 0 】

抽出容器を通して1回又は複数回循環した後に、溶質を含んだ超臨界流体は、1つ又はそれ以上の交換容器2、3を通して循環される。一連のバルブを使用して超臨界流体の流れを抽出サブシステムから交換サブシステムに配向することができる。好ましくは、溶質を含んだ超臨界流体が抽出サブシステムから交換サブシステムに配向されると、超臨界流体は、交換容器の底部に入り、上方に通過して頂部から出ていく。

【 0 0 4 1 】

直列又は並列に接続された複数の交換容器を使用して、単一の抽出容器又は複数の抽出容器を利用した工程中の超臨界流体からタバコ溶質を取り出すことができる。各交換容器は、好ましくは超臨界流体中で限定された溶解度を有する捕捉溶媒を含む。更に、捕捉溶媒は、好ましくはタバコ溶質に対して高い吸着性又は吸収親和性を有する。交換容器はまた、全て半径方向の流れ及び/又は軸方向の流れに向けて設計されるのが好ましいが、必ずしも抽出容器と同じ設計のものである必要はない。

【 0 0 4 2 】

グリセリン、トリアセチン、又はこれらの混合物などの他の捕捉溶媒が使用できるが、好ましい捕捉溶媒はプロピレングリコールである。多価アルコールであるプロピレングリコール及びグリセリン、並びに多価アルコールエステルであるトリアセチンは、極性溶媒であり、水中での限定的な溶解度を有する。

【 0 0 4 3 】

超臨界流体（例えば超臨界二酸化炭素）は、超臨界条件下の間、交換容器を通して循環される。従って、交換容器内部の温度及び圧力は、超臨界状態で抽出サブシステムから交換サブシステムまで流れる超臨界流体を維持するように選択される。好ましくは、交換容器中の温度及び圧力は、抽出容器中の温度及び圧力と実質的に等しい。

【 0 0 4 4 】

抽出溶媒は、溶質抽出時と溶質交換時の両方で超臨界条件下で維持されるのが好ましいので、本方法は、溶質交換を行うために超臨界流体の相変化を利用した方法よりもエネルギー効率が低い。

【 0 0 4 5 】

捕捉溶媒は、超臨界流体中に溶解したタバコ溶質を吸収及び/又は吸着することができる。捕捉溶媒の吸収及び/又は吸着効率は通常、捕捉溶媒中の溶質の濃度に反比例する。従って、溶質を含む超臨界流体が最初に交換容器に導入されると、捕捉溶媒は、溶質用に大きな容量を有し、低濃度で超臨界流体中に存在する溶質を取り出すことができる。溶質が捕捉溶媒に分配されると、超臨界流体から捕捉溶媒への溶質の移送効率は通常低下する。

【 0 0 4 6 】

超臨界流体から捕捉溶媒への溶質の移送効率は、

- 1) 超臨界流体中の溶質濃度を高くすること、
- 2) 捕捉溶媒中の溶質濃度を低くすること、
- 3) 超臨界流体の温度、圧力、及び/又は流量を変化させること、
- 4) 超臨界流体中に共溶媒を導入すること、

及び/又は、

5) 抽出容器の外形寸法を変えること、
によって向上させることができる。

【 0 0 4 7 】

システムに対して抽出及び交換容器を分離及び/又は付加するようにバルブ及び他のハードウェアを構成することができる。例えば、装置は、システムから溶質が枯渇したタバコを取り出し、システムに高溶質タバコを付加し、システムに溶質のない捕捉溶媒を付加し、及び/又はシステムから高溶質捕捉溶媒を取り出すように適合されたバルブ構成及びハードウェアを備えることができる。容器の付加及び/又は取り出しは、好ましくは容器が超臨界流体の流れから分離されている間に行われる。従って、抽出及び/又は交換工程

10

20

30

40

50

は、好ましくは容器のシステムに対する付加又は取り出しによって中断されない。複数容器システムにおける抽出及び交換容器の付加及び取り出しの技法は、米国特許第5,497,792号に記載されており、該特許は引用により全体が本明細書に組み込まれる。

【0048】

抽出及び交換サブシステム通る超臨界流体の流れを配向するバルブ構成の提供に加えて、流れシステムは、捕捉溶媒の流れを制限するために逆止弁、フィルタ、又は他の幾何学的手段を含むのが好ましい。交換容器は、好ましくは、捕捉溶媒を交換容器中に保持すると同時に、超臨界流体が交換容器を流れることが可能になる。例えば、超臨界流体は、超臨界流体及び捕捉溶媒が入口から出て交換容器に逆流するのを制限する一方向逆止弁を通して交換容器に流れることができる。別の実施例では、交換容器に入る入口配管は、交換容器の上方に最高点を有することができ、これは、入口から交換容器への超臨界流体及び捕捉溶媒の逆流を抑制することができる。

10

【0049】

内部容器の外形形状を利用して、捕捉溶媒の流れが交換容器の頂部から出るのを抑制することができる。超臨界流体中の捕捉溶媒のエントレインメントを低減するために、超臨界流体の軸方向流量を調整することができ、及び/又はエントレインメントフィルタを利用することができる。従って、超臨界流体から捕捉溶媒への溶質の分配後、本質的に溶質が枯渇し且つ実質的に捕捉溶媒がない超臨界流体は、該超臨界流体を抽出容器に再循環させることによって、抽出サイクルに戻すことができる。典型的な捕捉溶媒は通常の超臨界流体中で有限の溶解度を有するので、超臨界流体中で分解することができる捕捉溶媒は、交換容器を出て、システムを通して循環することができる。

20

【0050】

捕捉溶媒が超臨界流体よりも高い比重を有する場合の実施例では、超臨界流体は、底部から交換容器に流入して頂部から交換容器を出るのが好ましい。捕捉溶媒が超臨界流体よりも高い比重を有するときには、このより高い比重は、捕捉溶媒を交換容器中に保持するのを助けることができる。捕捉溶媒が超臨界流体よりも低い比重を有する場合の実施例では、超臨界流体は、頂部から交換容器に流入し、底部から交換容器を出るのが好ましい。

【0051】

好ましい実施形態では、超臨界流体は、タバコ中のニコチン、香味化合物、及び芳香化合物の実質的に全てを抽出システム内のタバコから取り出す。更に好ましい実施形態では、超臨界流体によって抽出されたタバコ溶質の実質的に全ては、超臨界流体から捕捉溶媒に分配される。

30

【0052】

捕捉溶媒に加えて、交換容器は、超臨界流体から捕捉溶媒へのタバコ溶質の交換効率を改善することができる不活性充填物又はパッキング材料を含有することができる。パッキング材料は、ステンレス鋼、チタニウム、又はHastalloyなどの金属、又は酸化アルミニウムなどのセラミックスで作ることができる。好ましくは、パッキング材料は、交換容器内部の圧力降下を低減するために、高度に多孔性（例えば多孔性が約90～99%容積）である。パッキング材料は、ウール、メッシュ、ニット、又は他の形態とすることができ、これらは、溶質を含む超臨界流体が捕捉溶媒を通して流れるときに、超臨界流体から捕捉溶媒へのタバコ溶質の移送を向上させることができる。

40

【0053】

交換容器に対する溶質を含む超臨界流体の供給率は、好ましくは交換容器からの溶質のない超臨界流体の排出率に実質的に等しい。

【0054】

超臨界流体から捕捉溶媒へのタバコ溶質の実質的に全てを移送するために、超臨界流体は、1つ又はそれ以上の交換容器を通して再循環することができる。上述のように、好ましくは溶質のない超臨界流体が交換サブシステムに戻されて、交換サブシステムを出た後にタバコ溶質を抽出する。

【0055】

50

超臨界流体が抽出サブシステムを通過して循環しているときには、超臨界流体はまた交換サブシステムを通過して循環するのが好ましい。

【0056】

超臨界流体及び／又は捕捉溶媒中のタバコ溶質の濃度は、工程中又は後で（例えば抽出容器の出口及び／又は交換容器の出口で）測定され、抽出及び／又は交換の効率を求めることができる。

【0057】

交換容器は、タバコから抽出されたタバコ溶質の本質的に全てを捕捉するのに十分な量の捕捉溶媒を含まなければならない。タバコに対する捕捉溶媒の比率（kg/kg）は、好ましくは約2よりも小さく、より好ましくは約1よりも小さい（例えば0.2、0.4、0.6、又は 0.8 ± 0.1 ）。好ましい実施形態では、超臨界流体は、タバコからタバコ中のタバコ溶質の大部分（例えば50重量%よりも多く、より好ましくは80重量%よりも多く）を抽出するのに使用される。

【0058】

ニコチンの大部分及び／又は香味及び芳香化合物の大部分をタバコから抽出した後、システムの温度と圧力はそれぞれほぼ室温とほぼ大気圧に戻すことができ、抽出されたタバコ及び溶質を含む捕捉溶媒をシステムから回収することができる。しかしながら、タバコ溶質及び交換溶媒は大部分の臨界流体で有限の溶解度を有するので、システムの温度及び／又は圧力を低下させる前に、最終交換ステップを利用して、超臨界流体からタバコ溶質及び／又は捕捉溶媒を実質的に取り出すことができる。好ましい最終交換ステップは、抽出中に使用された超臨界流体をシステムから解放すると同時に、新しい超臨界流体をシステムに加える段階を含む。システムから解放される超臨界流体は、最終の収集容器に解放することができる。新しい超臨界流体は、実質的に溶質がなく且つ抽出溶媒がない。最終交換中に、システムの温度及び圧力は、実質的に一定のままであるのが好ましい。最終交換で使用される新しい超臨界流体の容積（システムを洗浄するための）は、抽出工程で使用された超臨界流体の実質的に全てをシステムから取り出すのに有効な容積である。システムを洗浄するために使用される新しい超臨界流体の容積は、システムの総容積の少なくとも2倍、より好ましくはシステムの総容積の少なくとも4倍とすることができる。

【0059】

最終交換ステップ（例えば降下手順）の1つの利点は、システムの減圧前に実質的に溶質がなく且つ実質的に抽出溶媒がない超臨界流体にシステム内のタバコが露出される（すなわち覆われる）ことである。超臨界流体からタバコ溶質の実質的に全てと交換溶媒の実質的に全てを取り出すことによって、抽出タバコの品質を改善することができる。最終交換ステップに対する別の利点は、未交換（すなわち残存）溶質が超臨界流体から回収され、これによりシステムの全体効率を向上させることができる点である。

【0060】

別の好ましい実施形態では、捕捉溶媒中に溶解したタバコ溶質を含む捕捉溶媒が提供される。好ましくは冷凍下で保存された溶質を含む捕捉溶媒を用いて、タバコの準備／変性段階、及び／又はシガレットの製造段階においてタバコ溶質の1つ又はそれ以上を組み込むことができる。

【0061】

溶質を含む捕捉溶媒は、シガレット構成要素の特性（例えば官能的性質）を変性するのに有効な量のシガレットを作るために使用される成分に組み込むことができる。更に、溶質変性シガレット構成要素をシガレットに組み込むことによって、シガレットの官能的性質を制御することが可能である。例えば、香味及び芳香化合物を含むタバコ溶質は、Orientalタバコから抽出されて、捕捉溶媒（例えばポリプロピレングリコール）に移送された後、Burlleyタバコを含むシガレットに組み込まれ、BurlleyタバコのシガレットにOrientalタバコのオーバートーンを与えることができる。

【0062】

一実施形態によれば、溶質を含む捕捉溶媒中のニコチンの濃度は、シガレット製造又は

10

20

30

40

50

シガレット構成要素の製造に溶質を含む捕捉溶媒を導入する前に低下させることができる。溶質を含む捕捉溶媒中のニコチンの濃度は、少なくとも10、20、30、40、50、60、70、80、又は90%だけ低下させることができる。別の実施形態では、溶質を含む捕捉溶媒中のニコチンの実質的に全てを取り出すことができる（すなわちニコチンの濃度を約100%低下させることができる）。

【0063】

ある幾つかの工程を用いて、シガレット又はシガレットの構成要素（例えば、カットフィルター、シガレットフィルタ、ウェブ、マット、又はラッピングペーパーのようなシガレットペーパー）にタバコ溶質を含む捕捉溶媒を組み込むことができる。例えば、シガレットペーパーラッパなどのシガレットペーパーは、セルロース材料のウェブ、又は、繊維、フィブリル、又はマイクロ繊維のマットを含むことができる。

10

【0064】

シガレット構成要素は、溶質を含む捕捉溶媒を用いてスプレーコーティング又は浸漬コーティングすることができる。溶質を含む捕捉溶媒のマイクロビーズ、微粒子、繊維、又はフィルムをタバコカットフィルターなどのシガレット構成要素中に組み込むことができる。更に、溶質を含む捕捉溶媒は、他のタバコ香味付け製品に組み込むことができる。

【0065】

溶質を含む捕捉溶媒は、タバコ列の周りにシガレットラッパをラッピングする前に、シガレット製造機に供給されるか又は予備成形タバコ列に組み込まれるカットフィルタータバコ原料に付加することができる。溶質を含む捕捉溶媒が付加されたタバコカットフィルターは、抽出溶媒を用いて処理されていないタバコを含むことができ、又はタバコカットフィルターは、抽出溶媒を用いてタバコを処理した後にタバコの非溶解度残留物を含むことができる。一実施形態によれば、香味変性タバコを製造するための方法は、溶質を含む捕捉溶媒をタバコ（例えばタバコカットフィルター）にスプレーするステップを含む。香味変性タバコは、任意選択的に乾燥させてシガレットに加工することができる。

20

【0066】

抽出タバコ溶質をタバコに組み込むための別の手法は、再構成タバコを作るのに使用される材料のスラリーに溶質を含む捕捉溶媒を付加する段階を含む。溶質を含む捕捉溶媒は、好ましくはニコチン及び少なくとも1つの香味化合物及び/又は少なくとも1つの芳香化合物を含み、あらゆる好適な量でスラリーに付加することができる。スラリーは、再構成タバコシートに形成されて、タバコロッドの100%充填剤として組み込むための大きさに切断することができ、又は切断ストリップをタバコロッド充填材料及びタバコロッドに形成された混合物に付加することができる。

30

【0067】

抽出タバコ溶質は、シガレットペーパー内及び/又はシガレットペーパー上に組み込まれ、香味変性シガレットペーパーを形成することができる。香味変性シガレットペーパーは、ラッピングペーパー又は充填剤（例えばタバコカットフィルターに付加される細断香味変性シガレットペーパー）としてシガレットに組み込むことができる。タバコ溶質をシガレットペーパーに組み込むことによって、香味変性ペーパーを含むシガレットの官能的性質を制御することができる。シガレットは、香味変性シガレットペーパー及び/又は香味変性タバコカットフィルターを含むことができる。シガレットを形成するのに使用されるタバコカットフィルターは、10、20、30、40、50、60、70、80、90重量%又はそれ以上の香味変性タバコカットフィルターを含むことができる。

40

【0068】

更に別の実施形態では、実質的にニコチン濃度が低下し香味化合物及び芳香化合物の両方の濃度が低下したタバコカットフィルターが提供される。抽出サブシステムでの加工後、処理されたタバコは、未処理のタバコよりも少なくとも50%、より好ましくは少なくとも80%低い、ニコチン、香味化合物、及び芳香化合物の低下した濃度を有することができる。

【0069】

50

加工された（例えば抽出された）タバコは、シガレットに組み込むことができる。シガレットを作るための方法は、

（ i ）ニコチン、香味化合物、及び芳香化合物などのタバコ溶質をタバコから抽出して抽出タバコを形成する段階と、

（ i i ）シガレット製造機に抽出タバコを供給してタバコ列を形成する段階と、

（ i i i ）タバコ列の周りにシガレットラッパを配置して、シガレットのタバコロッドを形成する段階と、

（ i v ）任意選択的に、チップラッパを使用してタバコロッドにシガレットフィルタを取り付ける段階と、

を含む。抽出タバコは、好ましくは、未抽出タバコを更に含むシガレットで充填剤として使用される。

10

【 0 0 7 0 】

本発明を好ましい実施形態を参照しながら説明してきたが、当業者には明らかなように、変形形態及び修正形態を用いることができる点は理解されたい。このような変形及び修正形態は、添付の請求項により定義された本発明の目的及び範囲内になるとみなすべきである。

【 0 0 7 1 】

上述の参考文献の全ては、各個々の参考文献が引用により全体が本明細書に組み込まれるように具体的且つ個々に示された場合と同程度まで、引用により全体が本明細書に組み込まれる。

20

【図面の簡単な説明】

【 0 0 7 2 】

【図 1】タバコからタバコ溶質を抽出し溶媒を交換する装置を示す図である。

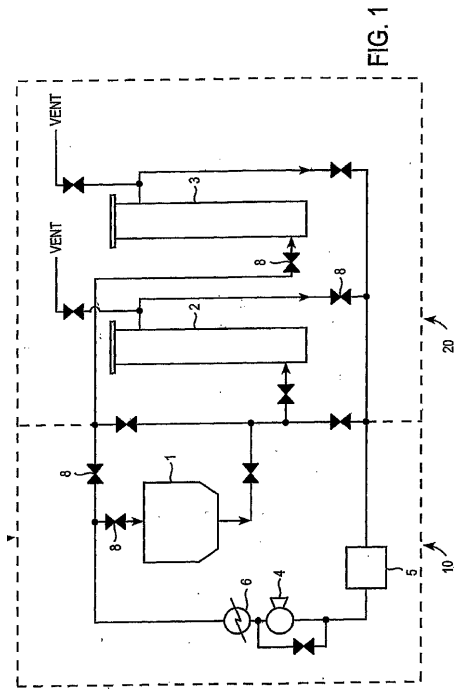
【符号の説明】

【 0 0 7 3 】

- 1 抽出容器
- 2 交換容器
- 3 交換容器
- 4 ポンプ
- 5 流量計
- 6 熱交換器
- 8 バルブ
- 1 0 抽出サブシステム
- 2 0 交換サブシステム
- 1 0 0 抽出及び交換装置

30

【図 1】



フロントページの続き

- (72)発明者 ホーウェル トニー エム
アメリカ合衆国 ヴァージニア州 2 3 1 1 3 ミッドロージャン ウィンターフィールド ロード 3 1 3 0
- (72)発明者 グリシク グレゴリー ジェイ
アメリカ合衆国 ヴァージニア州 2 3 1 1 4 ミッドロージャン ダウンウッド コート 1 3 2 7 7

審査官 杉山 豊博

- (56)参考文献 特開平 0 1 - 1 9 6 2 8 5 (J P , A)
特開平 0 6 - 0 0 9 9 8 6 (J P , A)
特開平 0 5 - 1 8 4 6 7 5 (J P , A)
特公昭 6 1 - 0 0 9 0 2 9 (J P , B 1)
米国特許第 0 5 0 7 4 3 1 9 (U S , A)
特許第 3 2 2 3 0 5 8 (J P , B 2)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

A24B 15/26

B01D 11/02