

Die Kapillarpresse, eine Rauchmaschine zur Gewinnung von nativem Rauchkondensat

2. Mitteilung: Die automatische Kapillarpresse*

von F. Seehofer und D. Hanßen

B·A·T Cigaretten-Fabriken GmbH Hamburg, Forschung und Entwicklung

1. EINLEITUNG

In einer früheren Mitteilung (1) berichteten wir über eine Kapillarpresse zum Abrauchen einer Cigarette pro Abrauchvorgang, die mit Vorkolben und Dichtungsventilen arbeitete (1, 2). Bei der Entwicklung der automatischen Kapillarpresse zum Abrauchen einer größeren Anzahl von Cigaretten sollten gleichzeitig Ausbeute und Reproduzierbarkeit verbessert werden. Dabei stellte die Dichtung zur Cigarette und zur Kapillare ein technisches Problem dar.

2. KONSTRUKTION UND ARBEITSWEISE DER AUTOMATISCHEN KAPILLARPRESSE

Die automatische Kapillarpresse ist auch für den Dauerbetrieb geeignet, so daß bei 15 Cigaretten je Abrauchvorgang bis zu 500 Cigaretten pro Tag verraucht werden können. Sie besteht aus einer einfach wirkenden Kolbenpumpe, die mit einem modifizierten B·A·T-30er Rauchkopf (3) verbunden ist.

Der Rauchzug erfolgt durch Kolbenhub (2 sec), die Kompression durch Kolbenshub (2 sec). Infolgedessen können bei Einhaltung der Abrauchnorm von 1 Zug pro Minute nur 15 Cigaretten pro Abrauchvorgang verraucht werden. Aus diesem Grunde wurde im 30er Rauchkopf jede zweite Bohrung verschlossen, so daß bei der Kompression der Rauchkanal durch die nunmehr verschlossene Bohrung im Rauchteller abgedichtet wird. Die plangeschliffenen Grundplatten des Rauchkopfes und der Auflage dienen zusätzlich der Abdichtung zur Cigarette während der Kompression.

Die Kolbenbewegung wird durch einen Elektromotor erzeugt und über einen Exzenter gesteuert. Die Maschine arbeitet gegenüber den früheren Typen ohne Federkraft, ohne Dichtung und ohne Vorkolben.

Da während des Rauchzuges 5 ml Luft durch die Kapillaröffnung eintreten, muß das Zugvolumen des Kolbens — zur Einhaltung der Rauchnorm von 35 ml — 40 ml betragen. Der Kompressionsdruck beträgt ca. 1 atü.

Über die Auswahl geeigneter Kapillaren wurde bereits berichtet (1). Die hier verwendete Kapillare hat einen Innendurchmesser von 0,5 mm und eine Länge von 40 mm.

Der in der Kapillare koagulierte Rauch wird auf beliebigen, nicht starr montierten Vorlagen aufgefangen (in unserer Versuchsanordnung auf Uhrgläsern).

* Firma Heinrich Borgwaldt, 2 Hamburg 50, Friesenweg 4

3. VERSUCHSBEDINGUNGEN

Die Abrauchbedingungen entsprechen den *Einheitlichen Vorschriften des Verbandes der Cigarettenindustrie* (4). Danach betragen die Zugfrequenz 1 Zug/min, die Zugdauer 2 sec und das Zugvolumen 35 ml.

Die Kennzahlen der Versuchscigaretten finden sich in Tab. 1. Variationen der Abrauchparameter und Abrauchbedingungen sind bei den Ergebnissen vermerkt. Für Untersuchungen an Cigaretten mit unterschiedlicher Ausgangsfeuchtigkeit (F_0) wurde das Probenmaterial in einer Klimabox mit Luftumwälzung konditioniert. Die Feuchtigkeitsbestimmung für F_0 erfolgte nach der Trockenschrankmethode (4). Beim Vergleich der Rauchausbeuten zwischen elektrostatischer Rauchniederschlagung und Kapillarpresen-Koagulation erfolgte die elektrostatische Rauchniederschlagung hinter einer normalen B·A·T-30er Rauchmaschine (3).

TABELLE 1 Kennzahlen der Versuchscigaretten

Cigarettentyp		A	B
Mischung		Straight Virginia	Schwarz
Länge	(mm)	70	70
Durchmesser	(mm)	8,10	8,80
Gesamtgewicht	(mg)	1150	1080
Papiergewicht	(mg)	45	45
Luftdurchlässigkeit des Cigarettenpapiers (ml/cm ² ·min·dmWS)		8,8	60
Tabakfeuchtigkeit bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit (%)		12,0	12,0
Nikotin im Tabak (%)		1,61	1,29
Glimmggeschwindigkeit (mm/min)		3,39	4,28
Zugwiderstand (mmWS)		74	40

Soweit nicht anders vermerkt, wurden die Analysen der untersuchten Rauchinhaltsstoffe nach den *Einheitlichen Vorschriften des Verbandes der Cigarettenindustrie* (4) durchgeführt.

Benzpyren wurde nach *Grimmer* (5) bestimmt, Phenole nach einer modifizierten Methode von *Sawicki* und Mitarbeitern (6), bei der etwa 90% der wasserdampflichten Phenole erfaßt werden. In der Bestimmung der Säuren durch Titration nach *Buyske* und Mitarbeitern (7) erfolgte die Berechnung als Essigsäure.

4. ERGEBNISSE

4.1 Reproduzierbarkeit

Die Reproduzierbarkeit der Ausbeuten an Hauptrauchkondensat und Hauptrachnikotin mit der Kapillarpresse wurde aus 12 Analysen errechnet. Der Variationskoeffizient beträgt für Hauptrauchkondensat 2,3% und für Hauptrachnikotin 2,4% (Tab. 2).

4.2 Vergleich der Rauchausbeuten bei verschiedenen Rauchniederschlagsmethoden

Als Ergebnis des Vergleiches zwischen elektrostatischer Rauchniederschlagung und Kapillarpresen-koagulation ergaben sich für die einzelnen Rauchinhaltsstoffe die in Tabelle 3 aufgeführten Werte.

TABELLE 2 Reproduzierbarkeit der Rauchausbeute mit der Kapillarpresse Cigarettentyp A

Analysennummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	s
Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	30,2	30,8	31,3	30,7	31,3	31,9	31,4	32,9	31,4	30,9	30,2	31,2	2,3%
Nikotin (mg/Cig)	1,89	1,91	1,92	1,87	1,86	1,88	1,78	1,94	1,91	1,87	1,84	1,85	2,4%
Zugzahl	9,3	9,2	9,4	9,0	9,1	9,2	9,2	9,5	8,9	9,0	8,5	9,0	—

Vergleich der Ausbeute von Rauchinhaltsstoffen bei Rauchniederschlagung durch die Kapillarpresse mit der bei elektrostatischer Rauchniederschlagung

Cigarettentypen A und B

Cigarettentyp	A				B			
	Elektrostatik	Kapillarpresse			Elektrostatik	Kapillarpresse		
		Auswaage	Auswaage	$\frac{i_K \cdot 100}{i_E}$		$\frac{[i_K] \cdot 100}{[i_E]}$	Auswaage	Auswaage
Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	33,5	31,0	92,5	100,0	25,4	22,5	88,6	100,0
Trockenes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	29,9	28,4	95,0	102,6	23,0	20,4	88,7	100,1
H ₂ O im Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	3,6	2,6	72,4	78,1	2,4	2,1	87,5	98,9
Nikotin (mg/Cig)	2,08	1,88	90,3	97,6	1,62	1,48	91,4	103,1
Phenole (mcg/Cig)	208	187	89,9	97,1	135	132	97,8	110,5
Säuren (mcg/Cig)	963	1330	138,1	149,8	412	587	141,0	161,1
1,2-Benzpyren (nicg/Cig)	0,0191	0,0153	80,2	87,0	—	—	—	—
3,4-Benzpyren (mcg/Cig)	0,0354	0,0294	83,0	91,2	—	—	—	—
Zugzahl	9,0	9,2	—	—	8,5	8,5	—	—

i bzw. [i] siehe Waltz und Häusermann (8)
K = Kapillarpresse
E = Elektrostatik

TABELLE 4

Vergleich der Ausbeute von Rauchinhaltsstoffen bei Rauchniederschlagung in der Kapillare mit der bei Rauchniederschlagung auf einem Cambridge-Filter an Stelle der Kapillare

Cigarettentyp A

Rauchniederschlagung	Cambridge-Filter	Kapillare
Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	33,2	31,0
Nikotin (mg/Cig)	2,03	1,88
Phenole (mcg/Cig)	192	187
Zugzahl	9,2	9,2

In den Werten $\frac{[i_K] \cdot 100}{[i_E]}$ lassen

sich für Wasser und Säuren bei den Tabaktypen A und B sowie für Nikotin und Phenole am Tabaktyp B Hinweise auf Selektivität finden.

Für den Vergleich verschiedener Niederschlagsmethoden an der Kapillarpresse wurde die Kapillare der Kapillarpresse durch ein Cambridge-Filter ersetzt. Tabelle 4 zeigt eine Gegenüberstellung der Rauchausbeuten.

Zur Rauchausbeutebilanz der Kapillarpresse wurde in fünf Abrauchgängen mit Cigaretten des Typs A das nicht in der Kapillare koagulierte Rauchaerosol auf einem Cambridge-Filter niedergeschlagen. Der Ausbeuteverlust beträgt 10%. Die Aufgliederung des Ausbeuteverlustes ergibt sich aus Tabelle 5.

Ausbeutebilanz der Kapillarpresse

TABELLE 5

Cigarettentyp A

Kapillarpresse	Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	Anteile in %
Kapillare	30,7	89,5
Cambridge-Filter hinter der Kapillare	2,4	7,0
Niederschlag in der Maschine	1,2	3,5
Gesamtniederschlag	34,3	100,0

TABELLE 6

Pro-Zug-Rauchanalyse der Rauchinhaltsstoffe – Vergleich der Rauchniederschlagung durch die Kapillarpresse mit der elektrostatischen Rauchniederschlagung

Cigarettentyp A

Rauchniederschlagung	Kapillarpresse					Elektrostatik		
	Zugnummer	Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	Trockenes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	H ₂ O (mg/Cig)	Nikotin (mg/Cig)	Phenole (mcg/Cig)	Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	Nikotin (mg/Cig)
1	1,6	1,5	0,1	0,09	5,5	1,5	0,10	3,9
2	2,3	2,1	0,2	0,14	12,0	2,7	0,18	13,9
3	2,5	2,2	0,3	0,17	16,2	2,8	0,19	18,0
4	2,9	2,5	0,4	0,19	18,1	3,1	0,21	20,7
5	3,1	2,7	0,4	0,21	22,4	3,2	0,22	24,2
6	3,3	3,0	0,3	0,22	23,5	3,5	0,23	24,8
7	3,4	3,0	0,4	0,22	24,8	3,5	0,23	25,7
8	3,6	3,2	0,4	0,24	27,9	3,8	0,25	30,6
9	3,8	3,3	0,5	0,26	29,8	3,9	0,27	33,5
10	4,3	3,7	0,6	0,28	34,2	4,5	0,30	36,6
Gesamtausbeute	30,8	27,2	3,6	2,02	214,4	32,5	2,18	231,9

4.3 Pro-Zug-Rauchausbeuten bei verschiedenen Rauchniederschlagsmethoden

Die Abbildungen 1–4 zeigen, daß Pro-Zug-Ausbeuten am Mundstück bei elektrostatischer Rauchniederschlagung und Kapillar-Koagulation den nach der Formel von *Waltz* und *Häusermann* (8) gegebenen Gesetzmäßigkeiten folgen.

$$\log Q_n = \beta \cdot \log n + \log Q_1$$

$$Q_n = Q_1 \cdot n^\beta$$

Q_n = Stoffmenge am Mundstück nach dem n-ten Zug

Q_1 = Stoffmenge am Mundstück nach dem 1. Zug (siehe Tabelle 6)

β = Steigung der Kurve für Pro-Zug-Rauchausbeuten am Mundstück im doppeltlogarithmischen Koordinatensystem (siehe Abb. 1–4)

n = Zugzahl

Die Untersuchungsergebnisse verschiedener Rauchniederschlagsmethoden zeigten in Pro-Zug-Analysen für feuchtes Hauptrauchkondensat, Nikotin und Phenole den gleichen Trend (Abb. 1–3 und 5–7).

TABELLE 7

Einfluß der Cigarettenausgangsfuchtigkeit F_0 auf die Ausbeute der Rauchinhaltsstoffe bei Rauchniederschlagung durch die Kapillarpresse und bei elektrostatischer Rauchniederschlagung

Cigarettentyp A

Ausgangsfuchtigkeit F_0 (%)	5		12		18	
	Kapillarpresse	Elektrostatik	Kapillarpresse	Elektrostatik	Kapillarpresse	Elektrostatik
Feuchtes Hauptrauchkondensat (mg/Cig)	30,1	30,1	30,1	33,5	31,0	29,2
Nikotin (mg/Cig)	1,95	2,24	1,85	2,04	1,65	1,78
Phenole (mcg/Cig)	217	243	187	208	157	172

4.4 Einfluß der Ausgangsfeuchtigkeit von Zigaretten auf die Rauchausbeuten bei verschiedenen Rauchniederschlagsmethoden

Der Einfluß der Ausgangsfeuchtigkeit F_0 auf die Rauchausbeute wurde bei verschiedenen Rauchniederschlagsmethoden an Zigaretten des Typs A untersucht. Tabelle 7 zeigt die Ausbeuten der untersuchten Rauchinhaltsstoffe bei elektrostatischer Rauchniederschlagung und Kapillarpresen-koagulation. Die Änderungen des Nikotin- und Phenolgehaltes durch die Ausgangsfeuchtigkeit zeigen bei beiden Rauchniederschlagsmethoden den gleichen Trend. Für feuchtes Hauptrauchkondensat ergeben sich geringere Verschiebungen durch unterschiedliche Wassergehalte im Rauchkondensat.

5. DISKUSSION

Die Strömungsbedingungen während des Rauchprozesses und der Niederschlagung sind in den bisher bekannten Rauchmaschinen der Anordnung Rauchkopf-Niederschlagsteil-Pumpe oder Pumpe-Rauchkopf-Niederschlagsteil durch die Abrauchbedingungen determiniert. In der Kapillarpresse – einem neuen Typ automatischer Rauchmaschinen – sind durch die Anordnung Rauchkopf-Pumpe-Niederschlagsteil die Abrauchparameter vom Niederschlagssystem getrennt. Dieser Vorteil der Kapillarpresse erlaubt eine Variation des Niederschlagsteiles, wobei die Kapillare durch Kühlfallen, Elektrostatik, Cambridge-Filter oder andere Niederschlagssysteme ersetzt werden kann.

Der in der Kapillare koagulierte Rauch kann für chemische Untersuchungen direkt aus der Kapillare in eine zweckentsprechende Vorlage oder Lösung tropfen bzw. in biologischen Tests direkt appliziert werden. Hierbei kann es sich um kontinuierliches Verrauchen ganzer Abrauchserien (15 Zigaretten pro Abrauchvorgang vom ersten bis zum letzten Zug gemeinsam), gestaffeltes sowie um zugweises Verrauchen und Applizieren handeln.

Das gestaffelte Abrauchen ermöglicht das Auffangen und Applizieren des Rauchkondensates aufeinanderfolgender Züge (etwa 1. + 2., 3. + 4., 5. + 6. Zug . . .) bis zum Gesamtkondensat einer ganzen Zigarette. Damit kann man bei gleichzeitigem Verrauchen von 15 Zigaretten 15mal das Kondensat einer Zigarette auffangen.

Für Pro-Zug-Untersuchungen wird die Vorlage nach jedem Zug oder nach einem Umlauf des Rauchkopfes gewechselt (eine Zugnummer einer Zigarette oder eine Zugnummer von 15 Zigaretten).

Im gestaffelten Verrauchen erfolgt das Anzünden und Nachfüllen jeder weiteren Zigarette nach einer Umlaufwartezeit von 64 sec.

6. ZUSAMMENFASSUNG

Konstruktion und Arbeitsweise einer automatischen Kapillarpresse zur Gewinnung nativen Rauchkondensates von 15 Zigaretten in einem Abrauchvorgang werden dargelegt. Zugweise und gestaffelte Rauchkondensatherstellung ist möglich. Die Maschine eignet sich zum Abrauchen größerer Zigarettenmengen (500/Tag).

Ausbeuten an Hauptrauchkondensat, Nikotin, Phenolen, Wasser, Säuren und Benzpyren werden mitgeteilt. Änderungen der Ergebnisse von Gesamt- und Pro-Zug-Ausbeuten werden in Abhängigkeit von der Ausgangsfeuchtigkeit und der Niederschlagsmethode dargelegt. Die Reproduzierbarkeit der Nikotin- und Rauchkondensatausbeuten, ausgedrückt durch die relative Standardabweichung, beträgt 2,5 %. Im Vergleich zur elektrostatischen Rauchniederschlagung beträgt die Ausbeute 90 %.

SUMMARY

Construction and working principle of an automatic capillary press, a smoking machine for preparing instant smoke condensate of 15 cigarettes per smoking procedure, are presented. The smoking capacity is 500 cigarettes per day. Condensate production by means of total puffs smoking, in echelons as well as by means of individual puffs is possible. The reproduceability of smoke condensate and smoke nicotine yields is 2.5 % R.S.D. Compared with electrostatic precipitation the smoke yield is 90 %.

The yields of condensate, nicotine, phenols, water, acids, and benzopyrene are reported. Changes of the results of total puffs yields and individual puff yields as a function of initial tobacco moisture as well as different precipitation procedures are indicated.

RÉSUMÉ

La structure et le mode de fonctionnement d'une presse capillaire, c'est-à-dire d'une machine à fumer pour la production de condensat natif de 15 cigarettes par un seul procès de fumage sont décrits. L'appareil permet la production de condensats de fumée par bouffées individuelles ainsi que par échelons et se prête au fumage de quantités relativement grandes de cigarettes (500 par jour).

Les rendements en condensat, nicotine, phénols, eau, acides et benzopyrène sont indiqués. Il est présenté à quel point les rendements totaux et les rendements par bouffées individuelles varient par les influences de l'humidité initiale du tabac et de la méthode de précipitation employée. La reproductibilité des rendements de fumée exprimée en écart-type relatif se monte à 2,5%. En comparaison de résultats obtenus moyennant la précipitation électrostatique le rendement s'élève à 90%.

LITERATUR

1. Seehofer, F., und Hanßen, D.: Beiträge zur Tabakforschung 2 (1964) 303.
2. Seehofer, F., und Hanßen, D.: CORESTA, Groupe Fumée, Wien 1964.
3. Seehofer, F., Miller, H., und Elmenhorst, H.: Beiträge zur Tabakforschung 3 (1965) 75.
4. Wissenschaftliche Forschungsstelle im Verband der Cigarettenindustrie: Beiträge zur Tabakforschung 1 (1962) 307.
5. Grimmer, G.: Beiträge zur Tabakforschung 1 (1961) 107.
6. Sawicki, E., Johnson, H., Stanley, T. W., Pfaff, J. D., und Taft, B. A.: 14th Meeting, Am. Chem. Soc., New York, Sept. 1963; Division of water and waste chemistry, Abstr. Pap. 22 W, No. 54.
7. Buyske, D. A., Wilder, P., und Hobbs, M. E.: Anal. Chem. 29 (1957) 105.
8. Waltz, P., und Häusermann, M.: CORESTA, Groupe Fumée, Wien 1964.

Anschrift der Verfasser:

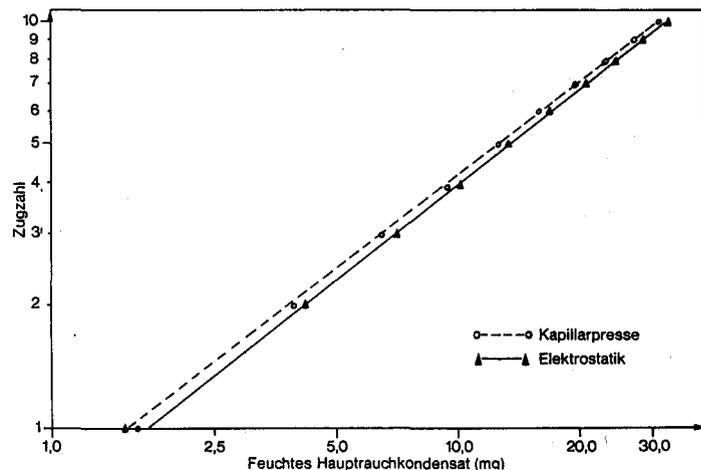
*B·A·T Cigaretten-Fabriken GmbH Hamburg, Forschung und Entwicklung,
2 Hamburg 36, Esplanade 39*

ABBILDUNG 1

**Pro-Zug-Ausbeute am Mundstück
(feuchtes Hauptrauchkondensat)**

Vergleich der Rauchniederschlagung durch die Kapillarpresse mit der elektrostatischen Rauchniederschlagung

Cigarettentyp A
(Doppeltlogarithmisches Koordinatensystem)



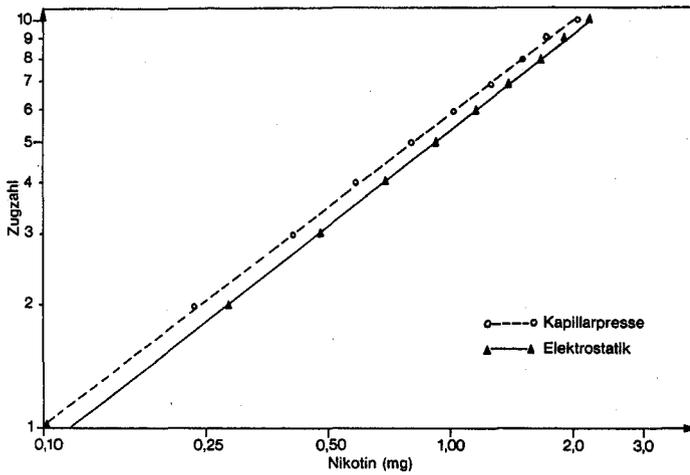


ABBILDUNG 2

Pro-Zug-Ausbeute am Mundstück (Nikotin)

Vergleich der Raumniederschlagung durch die Kapillarpresse mit der elektrostatistischen Raumniederschlagung

Cigarettentyp A

(Doppeltlogarithmisches Koordinatensystem)

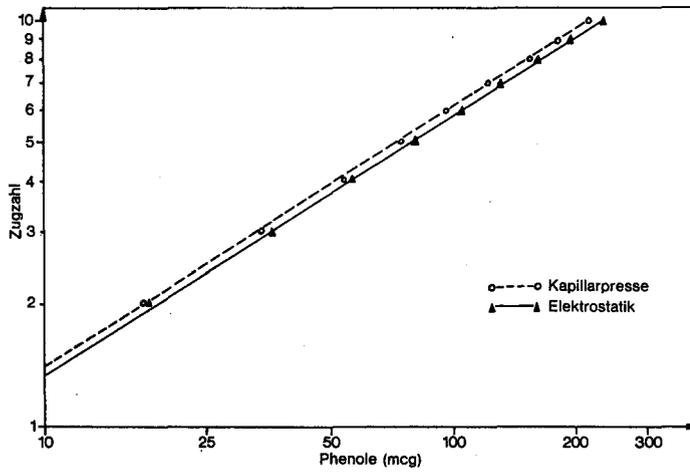


ABBILDUNG 3

Pro-Zug-Ausbeute am Mundstück (Phenole)

Vergleich der Raumniederschlagung durch die Kapillarpresse mit der elektrostatistischen Raumniederschlagung

Cigarettentyp A

(Doppeltlogarithmisches Koordinatensystem)

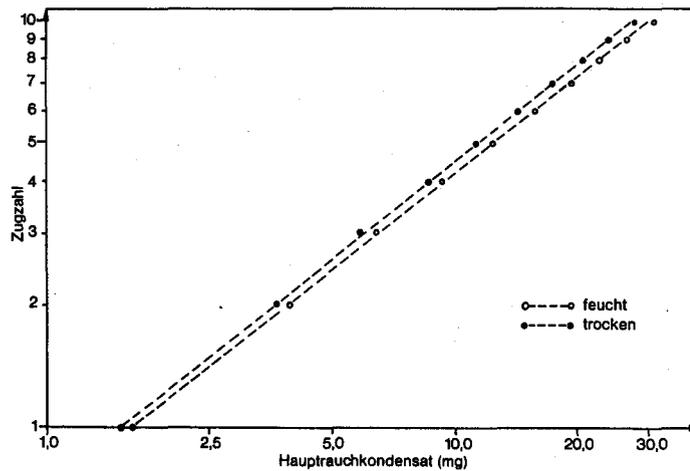


ABBILDUNG 4

Pro-Zug-Ausbeute am Mundstück (feuchtes und trockenes Hauptrauchkondensat)

Raumniederschlagung durch die Kapillarpresse

Cigarettentyp A

(Doppeltlogarithmisches Koordinatensystem)

ABBILDUNG 5

Pro-Zug-Rauchanalyse (feuchtes Hauptrauchkondensat)

Vergleich der Rauchniederschlagung durch die Kapillar-
presse mit der elektrostatischen Rauchniederschlagung
Cigarettentyp A

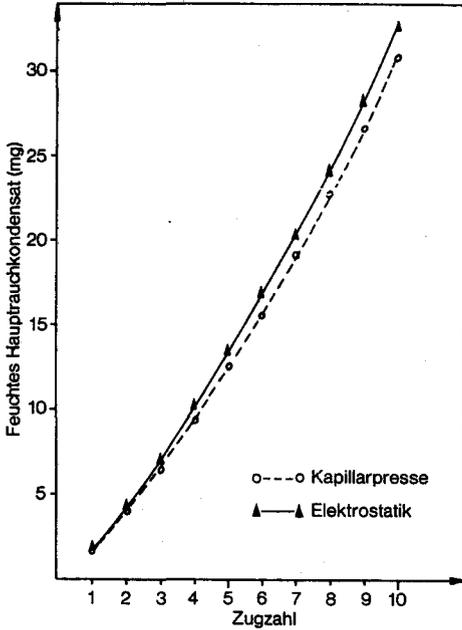


ABBILDUNG 7

Pro-Zug-Rauchanalyse (Phenole)

Vergleich der Rauchniederschlagung durch die Kapillar-
presse mit der elektrostatischen Rauchniederschlagung
Cigarettentyp A

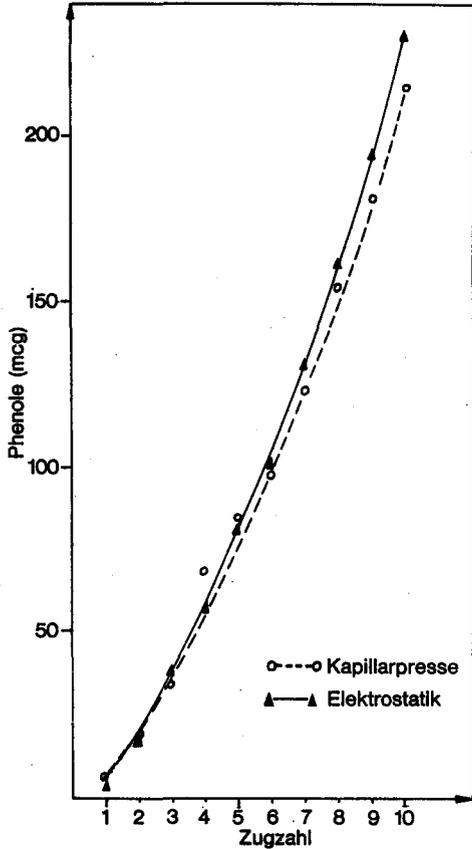


ABBILDUNG 6

Pro-Zug-Rauchanalyse (Nikotin)

Vergleich der Rauchniederschlagung durch die Kapillar-
presse mit der elektrostatischen Rauchniederschlagung
Cigarettentyp A

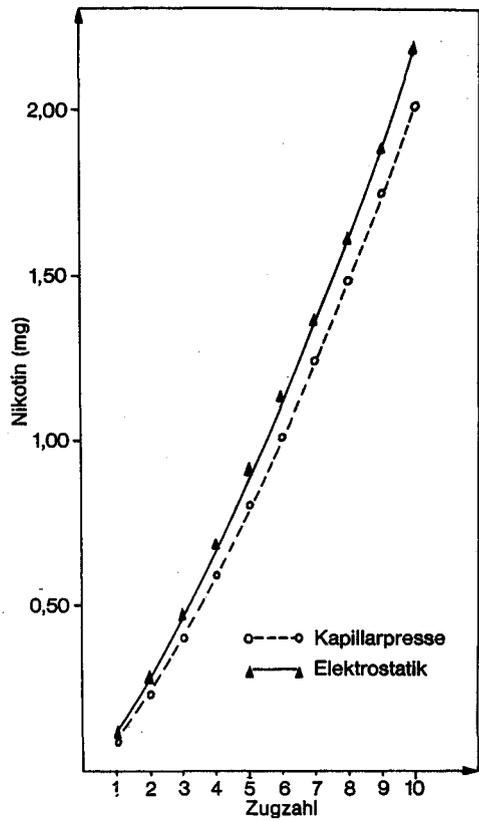


ABBILDUNG 8

Pro-Zug-Rauchanalyse (feuchtes und trockenes Hauptrauchkondensat)

Rauchniederschlagung durch die Kapillar-
presse Cigarettentyp A

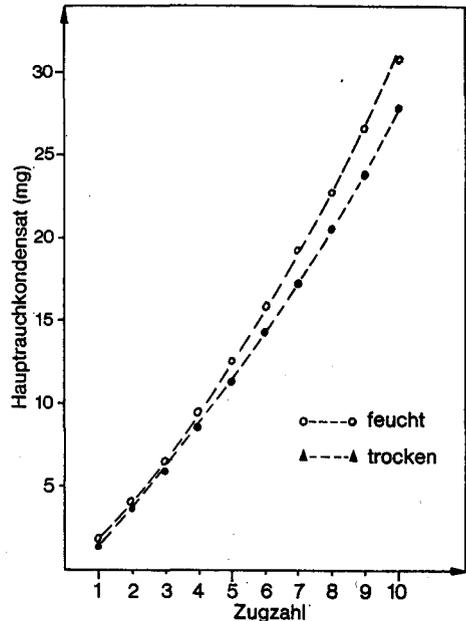


ABBILDUNG 9

Gesamtansicht
der automatischen Kapillarpresse

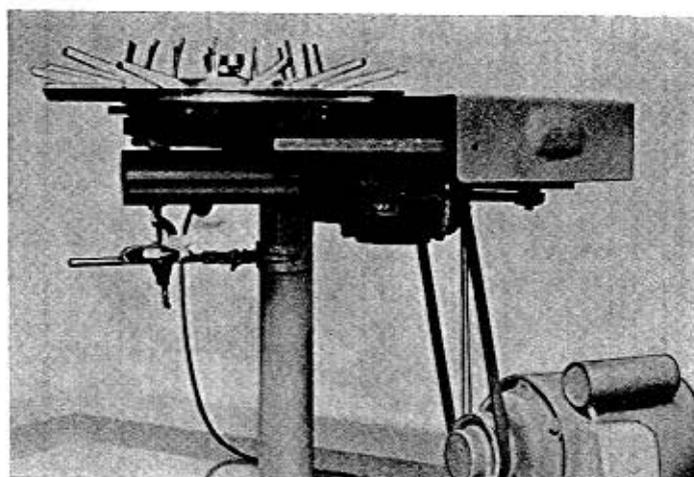


ABBILDUNG 10

Gesamtansicht
der automatischen Kapillarpresse

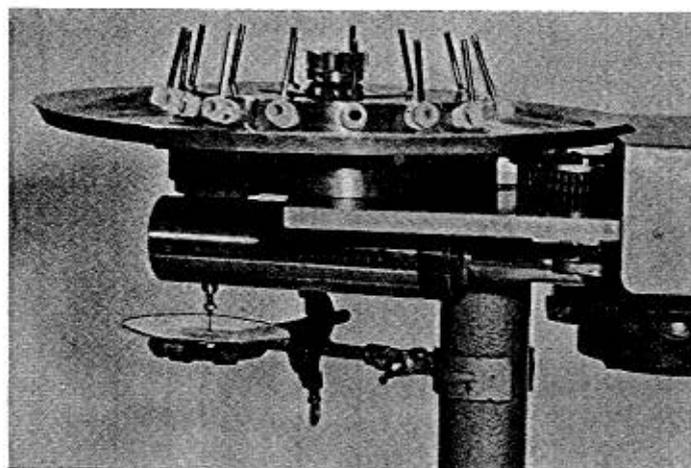
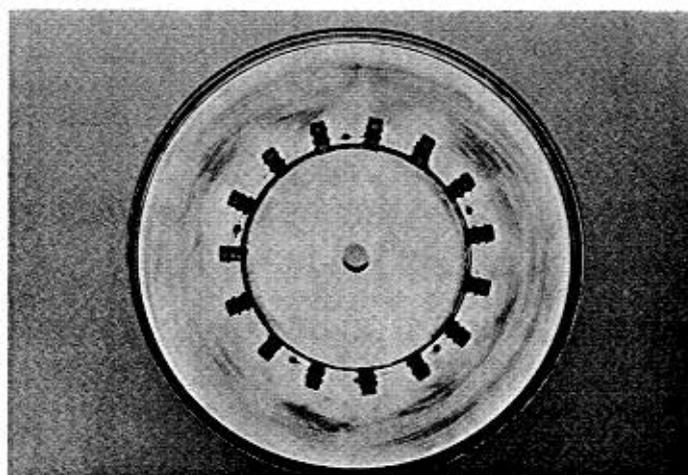


ABBILDUNG 11

Ansicht der Oberseite
der automatischen Kapillarpresse
(15er Rauchkopf)



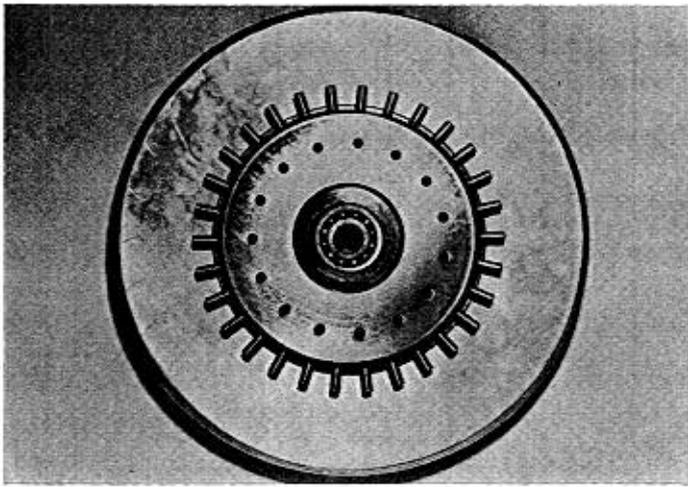


ABBILDUNG 12

Ansicht der Unterseite
der automatischen Kapillarpresse
(15er Rauchkopf, 30 Mitnehmer)

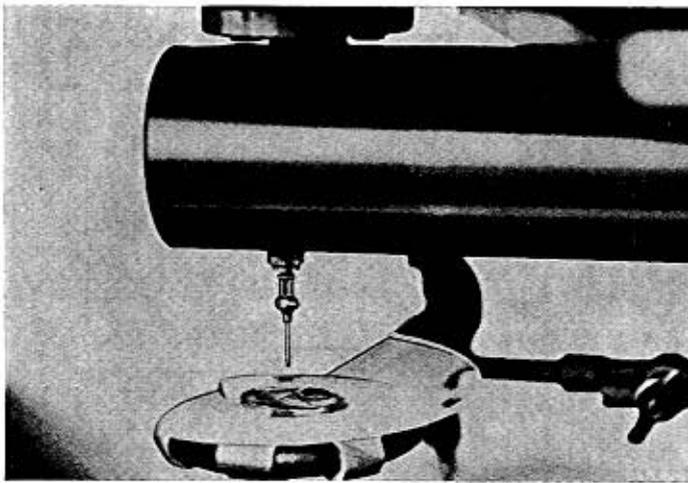


ABBILDUNG 13

Ansicht des Niederschlagsteiles
der automatischen Kapillarpresse

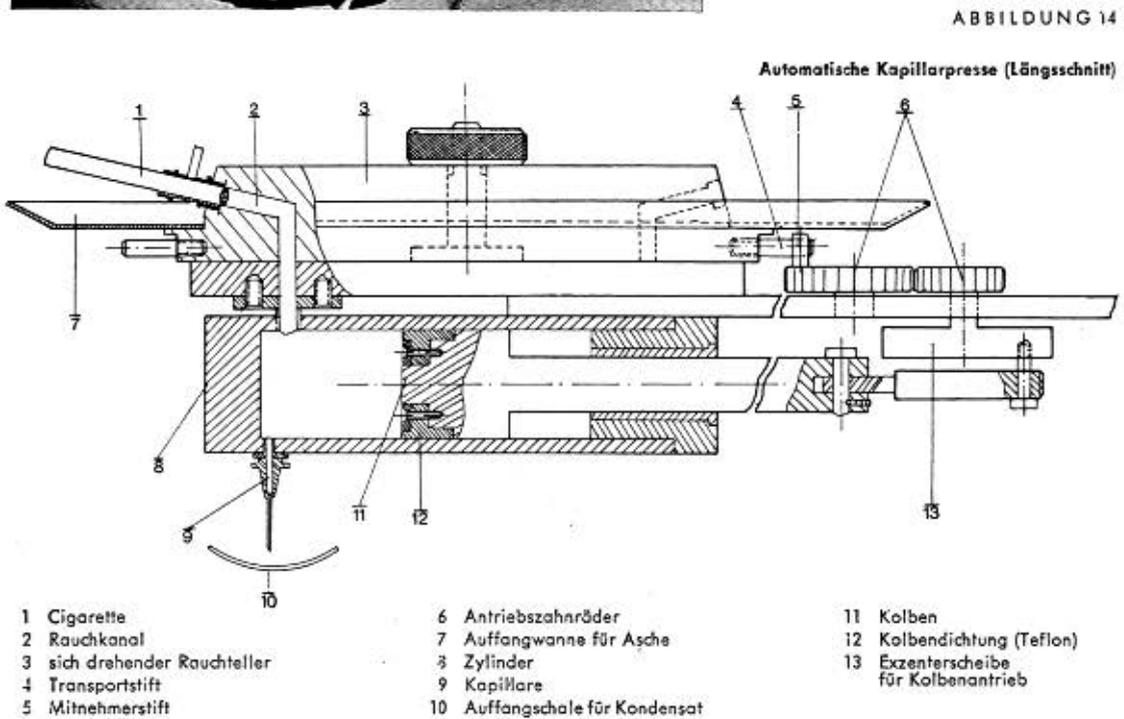


ABBILDUNG 14