

321056

P-30.888

File 3143



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 22 de Diciembre de 1965, con el nº 321.056

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de F M C CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 1617 Pennsylvania Boulevard, Filadelfia, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN METCDO PARA PREPARAR PARTICULAS CON FORMA PARA MATERIAL DE FILTRO DE CIGARRILLOS"

=====

Este invento se refiere a un material de filtro mejorado para cigarrillos y fluidos, es decir, líquidos y gases. Más particularmente, se refiere a esferas que contienen carbón activo que tienen propiedades filtrantes mejoradas.

5

Los gránulos de carbón activo se utilizan actualmente como auxiliares de filtro en cigarrillos. El desprendimiento de polvo de esta forma de carbón, y las dificultades de manejar tamaños y formas irregulares de estos gránulos constituyen problemas. El carbón activo producido en la for

10



ma de tacos cilíndricos tiene un pobre tiro y ofrece alta
resistencia a la circulación del humo. La combinación
de los gránulos de carbón activo y de elementos de filtro
fibrosos separan la mayor parte del sabor del humo del ta-
5 baco y dan como resultado un humo sin sabor o insípido.

Las partículas de carbón activo pueden ser unidas
entre sí con diversos agentes aglutinantes pero, en el pro-
ceso, pierden frecuentemente mucha de su capacidad de filtra-
ción.

10 Es un objeto de este invento crear formas en par-
tículas de bajo desprendimiento de polvo de carbón activo,
preferiblemente de forma esférica y de tamaño uniforme, que
tienen una filtrabilidad o capacidad de filtración mejora-
da, y a las que se puede añadir un agente de sabor o aroma
15 a tabaco.

Se logran este y otros objetos de acuerdo con es-
te invento por medio de unas partículas con forma de una
mezcla homogénea de 5 a 95%, preferiblemente de 10 a 90%
en peso de agragados de cristalitos de celulosa que tienen
20 un tamaño de partículas que oscila entre aproximadamente
0,1 a 375 micras, preferiblemente de no más de 150 micras,
y de 95 a 5%, preferiblemente de 90 a 10%, en peso de polvo
de carbón activo que tiene un tamaño de partículas que os-
cila entre 1 y 65 micras, preferiblemente de 3 a 20 micras,
25 teniendo dichas partículas con forma un diámetro medio que
oscila entre aproximadamente 0,1 y 25 mm, y que preferible-
mente no es de más de 8 mm.

Se obtienen a la vez alta resistencia y alto con-
tenido en carbono si los agregados de cristalitos de celulo-
30 sa están presentes en las partículas en una cantidad de al



menos aproximadamente 10%.

Este invento incluye también un método de preparar dichas partículas con forma que contienen carbono, formando una mezcla de los agregados de cristalitas de celulosa, de las partículas de carbono y de 100 a 200% de un líquido acuoso, basado sobre el peso del contenido en sólidos de la mezcla, configurando la mezcla en partículas con forma que tienen un diámetro medio, cuando están secas, entre 0,1 y 25 mm, y evaporando el líquido de las partículas.

Los agregados de cristalitas de celulosa son productos obtenidos por la hidrólisis controlada de celulosa, formándose una porción soluble en ácidos y una porción insoluble en ácidos. La última comprende un residuo o resto cristalino o remanente que es lavado y recuperado, siendo citado como agregados de cristalitas de celulosa o como celulosa de grado de polimerización nivelado, tal como se describe completamente en la patente USA núm. 2.978.446.

Si el precedente producto es sometido a desintegración mecánica, se produce un material cuya mayor parte o masa tiene un tamaño de partículas dentro del margen de aproximadamente 0,1 a 150 micras aproximadamente.

El carbón activo que se utiliza para este invento es preferiblemente un material de alto contenido en carbono, altamente activado. Sin embargo, puede tener características físicas variables incluyendo tamaño de partículas, densidad, porosidad, volumen de poros, índice de yodo, índice de fenol, e índice de melaza, de manera que proporciona cualesquiera propiedades deseadas de adsorción de gases o líquidos. El tamaño de partículas del carbono no es decisivo y dependerá en parte del diámetro medio deseado de las



20 P

partículas configuradas a preparar. De manera beneficiosa, el carbono es de un pequeño tamaño de partículas que oscila entre aproximadamente 1 micra y 65 micras.

5 Las partículas de este invento son configuradas mezclando los ingredientes en un molino de formación de bolas, o recipiente de mezcla en el que las paletas de mezcla se ajustan sustancialmente a la forma de los lados del recipiente. Se introduce suficiente cantidad de agua o de otro líquido en la mezcla seca para producir una pasta y se ajustan las paletas o mazas para el tamaño deseado de las bolas o esferas. Se pueden producir esferas de tamaños diferentes variando la separación entre las mazas y la pared del recipiente de mezcla. Primeramente, la mezcla en forma de pasta es aplanada o extendida a lo largo de las paredes del recipiente de mezcla pero eventualmente comienza a configurarse en la forma de pequeñas bolas o esferas. La mezcla prolongada convierte virtualmente toda la mezcla en esferas de tamaño uniforme. Después de que las esferas se forman, pueden ser secadas en aire o en un desecador para formar una masa libremente fluyente. Diversos aparatos de formación de bolas son conocidos que aplican el mismo principio anteriormente descrito para formar esferas.

10

15

20

Otra máquina utilizada para preparar partículas de forma generalmente esférica y tamaño uniforme era un recipiente de poco fondo, giratorio e inclinado, en el que se prepara una masa homogénea humedecida de agregados de crsitalitos de celulosa y de partículas de carbono para formar partículas esféricas por el denominado método de "formación de bolas de nieve".

25

30 Se puede emplear para este invento cualquier tipo



de aparato capaz de formar partículas con forma de tamaño uniforme a partir de mezclas homogéneas de los agregados de cristallitos de celulosa y de partículas de carbono.

5 Aunque el agua es un medio líquido preferido para ayudar en la formación de partículas con forma de carbono y cristallitos de celulosa, son útiles también otros medios líquidos, incluyendo mezclas de agua con líquidos polares o no polares, o combinaciones de los mismos. Ejemplos de líquidos no acuosos son alcoholes, hidrocarburos, éteres, ésteres, 10 ácidos, cetonas, aldehidos, aminas o sulfóxidos. El alcohol isopropílico y el benceno son líquidos no acuosos preferidos.

Después de la formación de las partículas que contienen carbono puede ser deseable en algunos casos activar 15 el producto, por ejemplo por tratamiento con vapor de agua. Por este método, el carbono puede ser configurado en forma de partículas y después activado con, y en presencia de, agregados de cristallitos de celulosa para proporcionar materiales de propiedades de adsorción variables.

20 Para el fin de utilizar las partículas con forma de este invento como material de filtro para cigarrillos se pueden añadir agentes de sabor a tabaco al líquido con el que se preparan las esferas o a las esferas previamente configuradas. El sabor a tabaco está disponible generalmente 25 como una dispersión miscible acuosa de solución o extracto de tabaco. El agente líquido para dar sabor puede ser añadido al líquido para preparar las esferas o a las esferas propiamente dichas en cantidades que corresponden a una proporción en peso de hasta una parte de agente de sabor a tabaco por una parte de esferas secadas. Sin embargo, se pre- 30



fiere que se utilice menos agente de sabor a tabaco para impregnar las esferas que contienen carbono.

5 Los siguientes ejemplos específicos se indican para demostrar la preparación de las partículas con forma de este invento.

EJEMPLO 1:

10 Se introdujeron 500 g de una mezcla de 50 partes en peso de agregados de cristallitos de celulosa secos, con un tamaño medio de partículas de 38 micras, y 50 partes en peso de polvo de carbón, teniendo el 90% un tamaño de partículas menor de 0,043 mm, y 750 cm³ de agua, en un mezclador planetario de 20 litros. Las cuchillas del mezclador fueron ajustadas aproximadamente a 2-5 mm. de los lados y del fondo del recipiente de mezcla y después comenzaron a girar a una velocidad de aproximadamente 40 r.p.m.

15 para formar una torta húmeda, y después a una velocidad de aproximadamente 80 r.p.m. Después de aproximadamente 30-60 minutos, comenzaron a formarse esferas cuando se evaporó el agua y se continuó el mezclado hasta que toda la mezcla se convirtió en bolas de tamaño uniforme de 1 mm de diámetro.

20 Entonces estas esferas fueron dejadas secar al aire. Las esferas secadas tenían el aspecto de carbon, y tenían excelentes características de bajo desprendimiento de polvo y de libre fluidez.

25 EJEMPLO 2:

Se produjeron esferas en la forma del ejemplo 1 excepto en que se cambió la mezcla de carbón y agregados de celulosa a 60 partes en peso de carbón por 40 partes en peso



de agregados de cristalitos de celulosa.

Las esferas secadas tenían las mismas excelentes características que las del Ejemplo 1.

EJEMPLO 3:

5 Se prepararon esferas de la misma forma que en el Ejemplo 1 excepto en que se cambió la mezcla de carbón y agregados de celulosa a 70 partes en peso de carbono por 30 partes en peso de agregados de cristalitos de celulosa. Estas esferas secadas tenían también las mismas excelentes propiedades de las del Ejemplo 1.

EJEMPLO 4:

10 Se efectuó un intento de preparar esferas de una forma similar a la del Ejemplo 1 enteramente con partículas de carbono.

15 Se formó en un mezclador planetario una torta húmeda de 100 g de polvo de carbón tal como se describe en el Ejemplo 1, y de 100 g de agua, y se mezcló como en el Ejemplo 1. No se formaron esferas y resultó sólomente polvo de carbón cuando se evaporó el agua.

EJEMPLO 5:

20 Se efectuó un intento de preparar esferas de una forma similar a la del Ejemplo 1 con una mezcla de partículas de arcilla y de carbono. Una cantidad de 100 g de 50 partes de arcilla coloidal y 50 partes de polvo de carbón, tal como se describe en el Ejemplo 1, fué preparada en una masa húmeda con 150 g de agua y fué elaborada tal como se describe en el Ejemplo 1. Resultó una mezcla pulverulenta con desprendimiento de polvo cuando se dejó evaporar



lentamente al agua.

EJEMPLO 6:

Se mezclaron juntamente en un amasador 100 g de las esferas de carbón activo y de agregados de celulosa del Ejemplo 1, y 20g de un agente líquido de sabor a tabaco. Las esferas absorbieron fácilmente el agente de sabor a tabaco líquido y resultaron enteramente libremente fluyentes después de reposar durante $\frac{1}{2}$ horas.

Las esferas de carbón y agregados de celulosa del Ejemplo 1 fueron mezcladas también con otras proporciones de agente líquido de sabor a tabaco hasta una proporción de 1:1 partes en peso. Todas las muestras resultaron libremente fluyentes al reposar o cuando fueron secadas en un desecador.

Se incorporaron esferas que tenían una proporción de 5 partes de agregados de celulosa y carbón por una parte de agente de líquido de sabor a tabaco en un filtro para cigarrillos y resultaron mejorar el sabor sin impedir u obstaculizar el tiro.

EJEMPLO 7:

Una cantidad de 100 g de 50 partes de agregados de cristalitos de celulosa tal como se describe en el Ejemplo 1 y 50 partes de carbón, de cuyas partículas el 90% eran menores que 0,043 mm de tamaño de partículas, fué vertida en un recipiente de aluminio de poco fondo que tenía un diámetro interior de 300 mm y una profundidad de 50 mm, inclinado a 45° de la horizontal, montado sobre un eje central, hecho girar a 60 r.p.m. y equipado con una paleta



5 rascadora de Teflon configurada para raspar el residuo desde las superficies inferiores y laterales del recipiente. Se pulverizó lentamente agua sobre la mezcla desde un aspirador hasta que aproximadamente a un nivel en sólidos del 45%, la masa húmeda comenzó a formar bolas, que por el continuo movimiento de caída en forma de cascada y de basculación resultaron firmes cuando se dejó evaporar el agua desde sus superficies.

10 El producto estaba constituido por partículas esféricas que no desprendían polvo caracterizadas por tener una distribución de tamaños de partículas como sigue:

Mayor de 1.680 micras	3%
De 841 a 1.680 micras	14%
De 297 a 841 micras	74%
15 Menos de 297 micras	8%

EJEMPLO 8:

20 500 g de polvo seco que contenían 50 g de agregados de cristallitos de celulosa tal como se describe en el Ejemplo 1 y 450 g de carbono, de cuyas partículas el 90% era de un diámetro menor de 0,043 mm, fueron agitadas en un mezclador planetario de 20 litros añadiéndose lentamente agua para constituir una torta húmeda que contenía 40% de sólidos. El mezclador fué accionado a una velocidad suficiente para formar esferas que fueron secadas al aire para producir bolas que variaban ligeramente en tamaño entre 2 y 5 mm.



EJEMPLO 9:

Se siguió el mismo procedimiento que en el Ejemplo 8 excepto en que se mezclaron 100 g de una mezcla de 5 g de agregados de cristallitos de celulosa y 95 g de partículas de carbono en un mezclador Hobart. Se desarrollaron partículas de forma irregular de tamaños entre 2 y 10 mm.

EJEMPLO 10:

44 g de agregados de cristallitos de celulosa del Ejemplo 1, 44 g de carbón tal como se describe en el Ejemplo 1 y 88 g de agua fueron mezclados en un mezclador Hobart de 3 litros para producir una torta húmeda. Se añadieron entonces 60 g de alcohol isopropílico a la masa y se continuó la mezcla hasta que comenzaron a formarse esferas. Se continuó la mezcla hasta que sustancialmente toda la mezcla fué convertida en partículas con forma de tamaño uniforme. El tamaño de partículas de las esferas secadas al aire osciló entre 841 y 1680 micras.

Se efectuaron experimentos similares con proporciones de agregados de cristallitos de celulosa a carbón de 1 a 2 y de 1 a 9 con proporciones de agua a alcohol de 1 a 2 y de 4 a 3, respectivamente.

En estos experimentos todas las esferas se formaron más rápidamente que con la utilización de agua sola a causa de la más rápida velocidad de evaporación. Todas las esferas producidas de esta manera, es decir, utilizando una mezcla de agua y de alcohol no desprendieron polvo y eran duras.



EJEMPLO 11:

44 g de agregados de cristalitos de celulosa como en el ejemplo 1, 44 g de carbón como en el ejemplo 1 y 88 g de agua fueron mezclados entre sí en un mezclador Hobart para formar una masa húmeda. Se añadieron a esta mezcla con agitación 133 g de benceno. Se continuó la agitación para formar esferas entre 30 y 60 minutos.

El producto consistía en partículas esféricas que no desprendían polvo con la siguiente distribución de tamaño de partículas:

10	Mayor de 1.680 micras	4%
	De 841 a 1.680 micras	23%
	De 297 a 841 micras	72%
	Menos de 297 micras	1%

15 Se efectuaron experimentos similares con proporciones de agregados de cristalitos de celulosa a carbón de 1 a 3 y de 1 a 9 con proporciones de agua a benceno de 1 a 1 y de 7 a 5, respectivamente. Se produjeron esferas que no desprendían polvo en cada caso aproximadamente en la mitad del tiempo necesario al utilizar agua sólomente como ingrediente líquido.

20 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 23 de Diciembre de 1964, con el número 420.815, se acoge a los beneficios del Art. 51 del
25 vigente Estatuto de Propiedad Industrial.



N O T A
=====

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Un método para preparar partículas con forma, en especial para la fabricación de filtros de cigarrillos, partículas que consisten en una mezcla homogénea de 5 a 95% preferiblemente de 10 a 90%, en peso, de agregados de cristallitos de celulosa, que tienen un tamaño de partículas desde aproximadamente 0,1 a 375 micras, preferiblemente no más de 10 150 micras; y de 95 a 5%, preferiblemente de 90 a 10%, en peso, de carbón que tiene un tamaño de partículas que oscila entre aproximadamente 1 y 65 micras, teniendo la partícula con forma un diámetro medio que oscila entre aproximadamente 0,1 y 25 mm., preferiblemente de no más de 8 mm.; cuyo método se caracteriza por formar una mezcla de agregados de cristallitos de celulosa y partículas de carbón teniendo de 100 a 200% de un líquido acuoso, basado sobre el peso del contenido de sólidos de la mezcla, configurar la mezcla en dichas partículas con forma, y evaporar el líquido de las partículas.

20 2.- Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque las partículas son esféricas.

 3.- Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido acuoso es todo agua.

 4.- Un método según la reivindicación 1, caracterizado porque el líquido acuoso es una mezcla de agua y un líquido polar o no polar.

5.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la mezcla es configurada en partículas esféricas.

5 6.- Un método para preparar partículas con forma para material de filtro de cigarrillos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina por una sólo cara.

Madrid, 29 DE ENERO DE 1945
P.A.

Alberto de Elzabur
Proprietario