

PATENTE DE INVENCION

=====
Ref: I.C.I. Case No. N. 19329

340685

340685



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la preparación de
carbohidrato modificado".

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad in-
glesa, residente en Imperial Chemical House, Mill-
bank, Londres, S.W. 1., Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento
para preparar una materia de carbohidrato modifi-
cado, apropiada como ingrediente de una mezcla de
tabaco para cigarrillos, cigarros, tabaco de pipa
y similares.

5.

18 MAY 1951
340685



Las mezclas para fumar consisten principalmente en tabaco natural o contienen una gran proporción del mismo y actualmente se tiene la opinión generalizada de que el fumar tabaco, especialmente en forma de cigarrillos, aumenta la incidencia del cancer de pulmón. Esto se ha atribuido a la presencia en el humo del tabaco de compuestos cancerigenos tales como el 3,4-benzopireno, pero los experimentos realizados con ratones pintándolos con "alquitrán" procedente del humo del tabaco sugieren que el "alquitrán" contiene otros constituyentes nocivos. Se considera que reduciendo el contenido de "alquitrán" se reduce correspondientemente el peligro que supone para la salud el hábito de fumar.

Hasta ahora se había propuesto reemplazar al menos parte del tabaco de las mezclas para fumar por celulosa de pasta de madera para obtener mezclas que dieran un humo con un contenido menor de materia cancerígena. No obstante, tales mezclas no han sido ampliamente aceptadas por los fumadores a causa de su objetable aroma y sabor.

Este invento tiene por objeto proporcionar un ingrediente de carbohidrato que se pueda usar como sustituto total o parcial del tabaco en las mezclas para fumar.

La materia de carbohidrato modificado del invento se obtiene sometiendo carbohidrato a un proceso de degradación catalítica a una temperatura comprendida entre 100 y 250°C hasta que el peso de la materia degradada sea menos del 90 % del peso del carbohidrato original. De preferencia, el tratamiento de degradación

340685



continúa hasta que el peso del carbohidrato modificado se halla entre un 50 y un 75 % del peso del carbohidrato original.

- El proceso de elaboración se puede catalizar mediante cualquiera de los reactivos que aceleren la degradación térmica o reduzcan la temperatura de degradación térmica de los carbohidratos. Los catalizadores preferidos comprenden ácidos minerales fuertes o sales de ácidos minerales fuertes con bases débiles. Estos catalizadores comprenden, por ejemplo, ácido sulfámico, sulfamato amónico, ácido fosfórico, fosfato diamónico, fosfato monoamónico, ácido sulfúrico, sulfato amónico, ácido clorhídrico y cloruro férrico. También se puede usar un hidróxido alcalino, que puede ser hidróxido sódico, o una sal alcalina de un ácido débil, como es el carbonato sódico, como catalizador de degradación, en el supuesto de que el carbohidrato degradado se lave prácticamente de estos catalizadores antes de combinarse en una mezcla para fumar. De preferencia, el catalizador se halla presente en una cantidad comprendida entre el 1 y el 20 % en peso del carbohidrato.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Los materiales de carbohidrato especialmente útiles comprenden, por ejemplo, α -celulosa, derivados de la celulosa tales como la metilcelulosa, mono y polisacáridos como son la glucosa y sucrosa, almidones como el arroz, almidón de patata y maiz, alginatos, pectina, gomas naturales tales como la goma de tragacanto, goma arábiga y goma de algarroBILLA.
- 25.

- Para preparar la materia de carbohidrato del invento, se puede tratar el carbohidrato en cualquier
- 30.

340685



forma conveniente, en polvo o en lámina. Cuando el car
bohidrato se halla en forma laminar, se puede impreg-
nar convenientemente con una solución del catalizador
aplicada mediante inmersión o pulverización y secado.

5. El carbohidrato en polvo puede mezclarse con una solu-
ción del catalizador y secarse. La mezcla de carbohidra
to y catalizador se trata térmicamente a una temperatu-
ra del orden preferente de 150 a 250°C por espacios de
tiempo comprendidos entre 1 minuto y 4 horas, dependien-
do de la temperatura del tratamiento, la concentración
10. de catalizador y la pérdida de peso deseada.

El proceso de degradación catalítica cambia el
color del carbohidrato a negro lo cual puede ser inde-
seable para formulaciones de mezclas para cigarrillos.

15. El color se puede alterar a un color pardo semejante
al del tabaco para cigarrillos mediante un tratamiento
del carbohidrato modificado con ácido nítrico, peróxi-
do de hidrógeno o amoníaco, preferiblemente a elevada
temperatura.

20. Cuando se usa un catalizador ácido, como es el
ácido sulfúrico, supone una ventaja neutralizar cual-
quier acidez residual en el carbohidrato degradado aña-
diendo la cantidad necesaria de amoníaco en esta etapa.
Esta etapa conduce a la obtención de una mejora en la
25. calidad del humo del producto final. Esta mejora se ob-
tiene también cuando se usa amoníaco para mejorar el
color según se ha indicado anteriormente.

- A continuación se ilustra adicionalmente el in-
vento mediante los ejemplos siguientes en los que to-
das las partes y porcentajes se exponen en peso.
30.

- 5 -
340685



Ejemplo 1

5. Se sumergió 1,0 partes de papel de α -celulosa en una solución acuosa al 6,0 % de sulfamato amónico y se comprimió el papel entre bloques secantes para dejar 1,0 parte de solución en el papel. El papel se secó al aire a 55°C y se calentó a 200 °C por espacio de 4 horas hasta que el peso del material degradado era un 57,6 % del peso original de la α -celulosa y sulfamato amónico. Durante el tratamiento el color del
10. papel cambió al negro.

Ejemplo 2

15. Se preparó relleno para cigarrillos según se describe en el Ejemplo 1 a excepción de que se usó una solución acuosa de sulfamato amónico al 2,5 % en lugar de la solución al 6 % descrita en el Ejemplo 1 y el papel impregnado se calentó a 246°C por espacio de 2 minutos en lugar de hacerlo a 200°C durante 4 horas. El peso del material degradado era del 58,6 % del peso original de la α -celulosa y sulfamato amónico.

Ejemplo 3

20. Se preparó relleno para cigarrillos cortado en hebras preparado como en el Ejemplo 1 a excepción de que se usó una solución acuosa al 5,0 % de ácido sulfámico en lugar de la solución acuosa de sulfamato amónico. El peso del material degradado era de un 62 % del peso original de la α -celulosa y el ácido sulfámico.
- 25.

Ejemplo 4

30. Se preparó relleno en hebra para cigarrillos según se describe en el Ejemplo 1, a excepción de que se usó una solución acuosa al 8,6 % de sulfato amónico



340685

5. en lugar de la solución acuosa de sulfamato amónico y el tratamiento térmico se llevó a cabo a 175°C en lugar de hacerlo a 200°C. El peso del material degradado era del 68 % del peso original de la α -celulosa y el sulfato amónico.

Ejemplo 5

10. Se batieron de una forma normal 1,5 partes de celulosa (pasta de madera al sulfito que contenía aproximadamente un 92 % de α -celulosa) en una pasta acuosa en 100 partes de agua. Después se añadieron 0,38 partes de carbonato cálcico y 400 partes de agua y se formó una lámina con la pasta acuosa de la forma acostumbrada y se secó entre bloques secantes a temperatura ambiente. La lámina que contenía aproximadamente un 15. 10 % en peso de carbonato cálcico se sumergió en una solución acuosa al 5,6 % de sulfemato amónico y se comprimó entre bloques secantes para dejar 1,5 partes en solución en la lámina. Entonces se secó la lámina a 20. temperatura ambiente, se calentó a 200°C durante 2 horas para dar un peso de material degradado del 61 % del peso original de la celulosa, carbonato cálcico y sulfamato amónico.

Ejemplo 6

25. Se preparó relleno en hebra para cigarrillos según se describe en el Ejemplo 5, a excepción de que la lámina contenía un 12,8 % de carbonato de magnesio en lugar de carbonato cálcico y también se añadió a la mezcla 0,008 partes de almidón catiónico con el fin de mejorar la retención del carbonato de magnesio. El peso del material degradado después del tratamiento tér- 30.

-340685



mico era del 63 % del peso original de la celulosa, carbonato de magnesio y sulfamato amónico.

Ejemplo 7

5. Se preparó relleno en hebra para cigarrillos según se describe en el Ejemplo 1, a excepción de que se usó una solución acuosa al 5 % de fosfato monoamónico en lugar de la solución acuosa de sulfamato amónico y se usó un 10 % de glicerol en lugar del 4 %.
10. En este ejemplo, el peso del material degradado era de un 75 % del peso original de la α -celulosa y fosfato monoamónico.

Ejemplo 8

15. Se preparó relleno en hebra para cigarrillos según se describe en el Ejemplo 7, a excepción de que se usó una solución acuosa al 5 % de fosfato diamónico en lugar de la solución acuosa de fosfato monoamónico. El peso del material degradado era de un 74 % del peso original de la α -celulosa y fosfato diamónico.

Ejemplo 9

20. Se preparó relleno para cigarrillos en hebra según se describe en el Ejemplo 2, a excepción de que se usó una solución acuosa al 5,6 % de ácido sulfúrico en lugar de solución acuosa de sulfamato amónico.
25. El peso del material degradado era del 53 % del peso original de la α -celulosa y ácido sulfúrico.

Ejemplo 10

30. Se preparó relleno en hebra para cigarrillos según se describe en el Ejemplo 2, a excepción de que se usó una solución acuosa al 6,5 % de ácido fosfórico



5. en lugar de una solución acuosa de sulfamato amónico. En este ejemplo el tratamiento térmico se realizó a 225°C durante 4 minutos en lugar de hacerlo a 246°C durante 2 minutos. El peso del material degradado era de un 73 % del peso original de la α -celulosa y ácido fosfórico.

Ejemplo 11

10. Se sumergió 1,0 parte de pasta de α -celulosa en hebras en una solución acuosa al 10,0 % de ácido sulfúrico y la pasta se comprimió entre rodillos para dejar 1,0 parte de la solución en la pasta. Se secó la pasta al aire a 45°C y después se calentó a 225°C durante 4 minutos lo que puso negra a la pasta. El peso del material degradado era de un 75 % del peso original de la α -celulosa y ácido sulfúrico. La lámina de pasta negra se dejó enfriar y después se molió reduciéndola a un polvo que pasaba un tamiz de 120 B. S. S.

Ejemplo 12

20. Se sumergió 1,0 parte de pasta de α -celulosa en una solución acuosa al 10,0 % de ácido sulfúrico y se comprimió la pasta entre rodillos para dejar 1,0 parte de la solución en la pasta. La pasta se secó al aire a 45°C y después se trató térmicamente a 225°C durante 4 minutos, lo que hizo que la pasta se tornara negra. El peso del material degradado era del 75 % del peso original de la α -celulosa y ácido sulfúrico. Se dejó enfriar la pasta negra y después se redujo a polvo que pasara por un tamiz de 120 B. S. S.

Ejemplo 13

30. Se preparó una pasta laminar negra termotratada

340685

5. sometiendo al tratamiento α -celulosa con ácido sulfúrico según se describe en el Ejemplo 11. Se sumergieron 20 partes de esta pasta negra en 20 partes de una solución acuosa al 35 % de ácido nítrico a 90°C por espacio de unos 30 segundos. Se lavó con agua el producto obtenido para librarlo del ácido nítrico y se secó a 50°C para obtener 15 partes de lámina con un color naranja-pardo semejante al del tabaco para cigarrillos.

10.

Ejemplo 14

Se preparó una pasta negra laminar termotrata-
da sometiendo al tratamiento α -celulosa con ácido sulfúrico según se describe en el Ejemplo 11. Se sumergieron 20 partes de esta pasta negra en 40 partes de una solución acuosa al 15 % de peróxido de hidrógeno durante 6 horas. El producto obtenido se lavó con agua para librarlo del peróxido de hidrógeno y se secó a 40°C para obtener 16 partes de lámina con un color naranja semejante al del tabaco para cigarrillos.

15.

20.

Ejemplo 15

Se expusieron a la acción de amoníaco gaseoso a presión atmosférica y temperatura ambiente durante 60 minutos, 20 partes de una pasta laminar negra termotrata-
da, preparada tratando α -celulosa con ácido sulfúrico según se describe en el Ejemplo 12. Se eliminó el exceso de amoníaco a presión reducida para obtener 2,4 partes de un material laminar de pasta color pardo oscuro.

25.

Ejemplo 16

30.

Se mezclaron 19,0 partes de goma de tragacanto



340685

- con 20,0 partes de una solución acuosa al 10 % de sulfamato amónico. La pasta húmeda resultante se secó al aire a 60°C y se calentó a 225°C durante 18 minutos para obtener un polvo negro que pesaba un 50 % del peso original de la goma de tragacanto y sulfamato amónico.
5. Se agitó el polvo negro con ácido nítrico al 35 % durante 3 minutos a 90°C, se filtró, se lavó con agua para eliminar el ácido y se secó a 50°C para obtener un polvo color pardo-naranja. Se molió el polvo hasta
10. pasar por un tamiz 120 B. S. S.

Ejemplo 17

- Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 17 a excepción de que se usó goma de algarroBILLA en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico a 225°C fue de 60 minutos. En este ejemplo el peso del polvo negro producido era del 70 % del peso original de la goma de algarroBILLA y sulfamato amónico.
- 15.

Ejemplo 18

- Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 16, a excepción de que se usó goma arábica en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico a 225°C era de 30 minutos. El peso del polvo negro producido era del 74 % del peso original de la goma arábica y sulfamato amónico.
- 20.
- 25.

Ejemplo 19

- Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 16, a excepción de que se usó D-glucosa en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico era de 12 minutos a 225°C.
- 30.

340685

El peso del polvo original producido era del 63 % del peso original de la D-glucosa y sulfamato amónico.

Ejemplo 20

5. Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 16, a excepción de que se usó metilcelulosa en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico era de 10 minutos a 225°C. El peso del polvo negro era del 63 % del peso original de metilcelulosa y sulfamato amónico.
- 10.

Ejemplo 21

15. Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 16, a excepción de que se usó almidón de arroz en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico era de 35 minutos a 225°C. El peso del polvo negro producido era del 60 % del peso original del almidón de arroz y sulfamato amónico.

Ejemplo 22

20. Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 16, a excepción de que se usó pectina en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico fue de 20 minutos a 225°C. El peso del polvo negro producido era del 60 % del peso original de la pectina y sulfamato amónico.

25. Ejemplo 23

30. Se prepararon cigarrillos según se describe en el Ejemplo 16, a excepción de que se usó ácido algínico en lugar de goma de tragacanto y la duración del tratamiento térmico fue de 23 minutos a 225°C. El peso del polvo negro producido era del 60 % del peso origi-

340685



nal del ácido algínico y sulfamato amónico.

Ejemplo 24

5. Se mantuvo lámina de celulosa por encima de la superficie de una solución de ácido clorhídrico concentrado en reflujo (aproximadamente 110°C) durante 2 horas y después se secó a 60°C. El peso del material negro parduzco producido era del 75 % del peso original de la celulosa. El material degradado se molió reduciéndolo a un polvo que pasara por un tamiz de 10. 120 B. S. S.

Ejemplo 25

15. Se prepararon cigarrillos como en el Ejemplo 11, a excepción de que se usó una solución al 10,0 % de cloruro férrico en lugar de ácido sulfúrico y la duración del tratamiento térmico a 230°C era de 20 minutos. El peso del material negro producido era de un 75 % del peso original de la α -celulosa y cloruro férrico.

Ejemplo 26

20. Se prepararon cigarrillos como en el Ejemplo 11, a excepción de que se usó una solución al 10 % de carbonato sódico en lugar de ácido sulfúrico, la duración del tratamiento térmico a 230°C era de 20 minutos y la pasta tratada térmicamente se lavó para liberarla prácticamente del carbonato sódico. El peso del material pardo oscuro producido era de un 73 % del peso original de α -celulosa y carbonato sódico. 25.

Ejemplo 27

30. Se prepararon cigarrillos como en el Ejemplo 11, a excepción de que se usó una solución al 7,5 % de

- 13 340685



5. hidróxido sódico en lugar de ácido sulfúrico, la duración del tratamiento a 230°C fué de 15 minutos y la lámina de pasta termotratada se lavó para librarla prácticamente del hidróxido sódico. El peso del material pardo oscuro producido era del 72 % del peso original de la α -celulosa e hidróxido sódico.

- N O T A -

10. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en
15. Inglaterra con fecha 19 de mayo de 1966, bajo el número 22270/66; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CARBOHIDRATO MODIFICADO"; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.

25. 1a.- "Procedimiento para la preparación de carbohidrato modificado", apropiado para mezclas para fumar, caracterizado porque comprende el degradar catalíticamente un carbohidrato, a una temperatura de 100 a 250°C durante un período de 1 minuto a 4 horas, hasta que el peso del carbohidrato degradado sea menor al 90 %, preferentemente entre un 50 y un 75 % del peso
30. del carbohidrato original.

340685



1967

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el catalizador de degradación comprende un ácido mineral fuerte o una sal de un ácido mineral fuerte con una base débil.

5. 3ª.- Procedimiento según la reivindicación 2ª, caracterizado porque el catalizador de degradación se elige del grupo consistente en ácido sulfámico, sulfamato amónico, ácido fosfórico, fosfato diamónico, fosfato monoamónico, ácido sulfúrico, sulfato amónico, ácido clorhídrico o cloruro férrico.

10. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el catalizador de degradación comprende hidróxido alcalino o una sal alcalina de un ácido débil tal como hidróxido sódico o carbonato sódico, y el carbohidrato degradado se lava para librarlo prácticamente del catalizador.

15. 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el catalizador se halla presente en una cantidad comprendida entre un 1 y un 20 % en peso del carbohidrato.

20. 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el carbohidrato comprende celulosa o α -celulosa, derivado de celulosa, mono- o polisacárido, almidón, alginato, pectina o goma natural.

25. 7ª.- Procedimiento según la reivindicación 6ª, caracterizado porque el carbohidrato comprende metilcelulosa, glucosa, goma de tragacanto, goma arábiga, goma de algarroBILLA, almidón de arroz, almidón de patata o almidón de maíz.
- 30.



340685

5. 8a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el carbohidrato se mezcla o impregna con una solución de catalizador y se seca antes de someterlo al proceso de degradación.

10. 9a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el carbohidrato degradado se trata, a elevada temperatura, con ácido nítrico, peróxido de hidrógeno o amoníaco para alterar el color del carbohidrato degradado.

10a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el carbohidrato degradado se trata con amoníaco para neutralizar cualquier ácido residual presente en el mismo.

15. 11a.- "Procedimiento para la preparación de carbohidrato modificado", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de 15 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid

MAY. 1961

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACENGO Y MODESTO