

PATENTE DE INVENCION

=====
ICI CASE Dt 24284 - SPAIN.

406480



Memoria Descriptiva

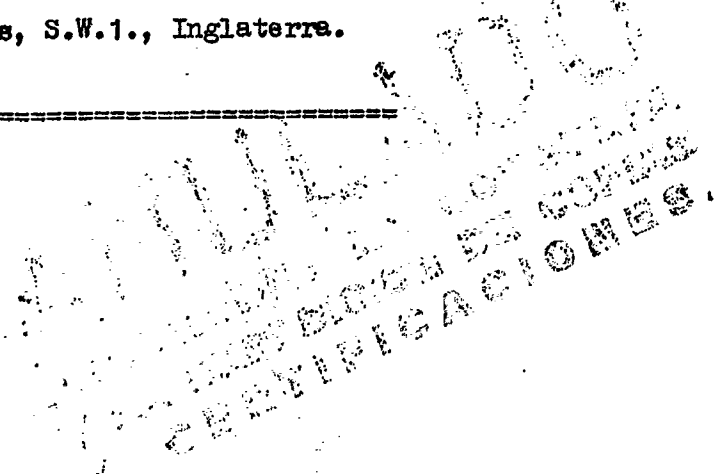
sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE MEZCLAS PARA FUMAR

=====

Solicitante IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====



Este invento se refiere a mezclas para fumar y,
de un modo más particular a mezclas para fumar reforzadas
con nicotina.

5. El humo producido por las mezclas para fumar for
talecidas con nicotina, particularmente cuando se emplean



en cigarrillos es inaceptablemente irritante. Para distinguir del tipo de irritación producida por la acroleína y sustancias similares en el humo de los cigarrillos, la irritación producida por el refuerzo de nicotina, esta última se denominará en adelante "sofocación". La nicotina en el humo del tabaco curado al humo de Virginia por si solo no produce este efecto de sofocación.

5.

Un método para medir el pH del humo del tabaco se describe en un artículo de Sensabaugh y Cundiff en "Tobacco Science. VI", página 25, y un método similar se puede emplear para el humo de otros sustratos. Por las investigaciones realizadas empleando dicho método hemos llegado a asociar un efecto de sabor "sofocante" cuando se añade nicotina a sustratos para fumar con una tendencia alcalina en el pH del humo de los mismos y hemos descubierto que si este humo "sofocante" se vuelve más ácido se observa una reducción o desaparición del efecto "sofocante".

10.

15.

Por lo tanto, según el invento una mezcla para fumar mejorada comprende un sustrato productor de humo fortalecido con nicotina y que contiene también una sustancia que, al fumar la mezcla, produce materia ácida en el humo, para reducir su efecto de "sofocación".

20.

El invento tiene importancia con sustratos naturales o artificiales productores de humo o mezclas de los mismos. Es particularmente importante para sustratos productores de humo que contengan carbohidrato modificado fabricado por el procedimiento descrito y reivindicado en nuestra patente británica No. 1.113.979, v.g., sometiendo carbohidrato a un proceso de degradación catalizada, por

25.

30.



- ejemplo a una temperatura de 100 a 250°C hasta que el peso del carbohidrato degradado sea inferior al 90 % del peso del carbohidrato original. De un modo más particular, el invento tiene importancia especial con sustratos productores de humo que contengan celulosa modificada fabricada calentando una α -celulosa a 100-250°C en presencia de sulfamato amónico. Otro sustrato importante para emplearse con el invento es el que se describe y reivindica en nuestra patente británica No. (Solicitud No. 22270/69) que
5. comprende un condensado sólido producido por condensación catalizada ácida o básica de un compuesto de la fórmula $R^1COCH_2CH_2COR^2$ (I) (producida a discreción in situ a partir de un precursor de la misma), donde R^1 y R^2 , que pueden ser iguales o diferentes, representan cada uno hidrógeno o
10. un grupo alquilo, hidroalquilo o formilo, fabricándose dicho condensado con la ayuda de un agente peliculígeno en una forma de la que se puede producir una materia que simula al tabaco. Otros sustratos productores de humo que se pueden emplear en el invento son aquellos basados en varios
15. carbohidratos, v.g., celulosa, o basados en carboximetilcelulosa o celulosa oxidada como combustible. Similarmente se pueden emplear tabacos reforzados con nicotina adicional.
20. El invento tiene importancia particular con sustratos que comprenden mezclas de tabaco con sustratos artificiales productores de humo porque éstos exigen frecuentemente un refuerzo con nicotina para que el fumador pueda recibir un grado de satisfacción comparable con el que recibe del propio tabaco. Las mezclas que contienen hasta un
25. 80 % de tabaco son particularmente idóneas.
- 30.



- En una modalidad del invento, la sustancia que produce materia ácida en el humo es un ácido orgánico que es volátil o volátil al vapor de agua y, por lo tanto, pasa al humo directamente, o piroliza al calentarse para producir un ácido volátil o volátil al vapor de agua. Los ácidos volátiles son, por ejemplo, ácido fórmico, acético, propiónico, n-caprónico, iso-caprónico y n-heptílico. Los ácidos que pirolizan para producir ácidos volátiles son, por ejemplo, ácido láctico, málico y maléico. La pirolisis de los ácidos láctico y málico se describe en un artículo de K.R. Geisinger, T.C. Jones I.Schmeltz, Tobacco Science 89, p. 65-66, Junio 1970.
- 5.
- 10.

- En una segunda modalidad del invento, la sustancia que produce materia ácida es una sustancia neutra que piroliza para producir materia ácida. Como ejemplos de dichas sustancias neutras se citan el almidón, fructosa, glucosa y ésteres, particularmente ésteres glicerílicos, v.g., mono-, di- o triacetato, tributirato, trioleato, tripalmitato de glicerol.
- 15.

- En una tercera modalidad del invento, la sustancia que produce materia ácida es una sal de una base nitrogenada débil (v.g., amoniaco) con un ácido fuerte (v.g., ácido sulfúrico o clorhídrico).
- 20.

- Aunque todas las sustancias que, al ser fumadas en la mezcla, producen dicha materia ácida en el humo, son eficaces para reducir la sofocación producida por la nicotina empleada para reforzar el sustrato, es conveniente a veces emplear como dicha sustancia una mezcla que contenga combinaciones para evitar la introducción de otras propiedades de sabores u olores desagradables. Así, se pueden em-
- 25.
- 30.



plear mezclas de sulfato amónico y ácido láctico.

5. Para conseguir una eficacia total, la cantidad de la sustancia productora de materia ácida deberá ser suficiente para contrarrestar el efecto de la nicotina de sofocación, resultando evidente que la cantidad necesaria dependerá directamente de la cantidad de nicotina añadida en la mezcla para fumar y, en aquellos casos en que sea necesaria la pirolisis, hasta el grado en que ésta tiene lugar al fumar. Generalmente, la proporción de la sustancia productora de materia ácida no excederá del doble de la proporción en peso de la nicotina reforzante. Las proporciones en peso de nicotina reforzante no excederán normalmente del 5 %.
- 10.

15. La mezcla para fumar según el invento puede contener, si se desea, otras materias que sean componentes comunes de las mezclas para fumar, por ejemplo catalizadores promotores de la combustión o incandescencia, materias para mejorar la cohesión de la ceniza y el color, aromatizantes y medicamentos.

20. Los cigarrillos, cigarros y tabacos de pipa de la mezcla para fumar mejorada del invento producen menos sofocación que los productos correspondientes de mezclas para fumar comparables que no contienen la sustancia productora de materia ácida en el humo. Empleando las combinaciones preferidas de sustancias, la sofocación se puede eliminar completamente sin introducir otras características de sabores desagradables.
- 25.

30. El invento se ilustra mediante los ejemplos que siguen, pero no queda limitado por los mismos; en los ejemplos todas las partes y porcentajes se dan en peso.



En los dibujos adjuntos las Figuras 1-6 proporcionan cada una representaciones gráficas de los perfiles del pH, bocanada a bocanada, mientras se fuman cigarrillos fabricados con mezclas descritas en ejemplos particulares.

5. El método empleado para llegar a estas ilustraciones gráficas se describe en un artículo de Sensabaugh y Gundiff en Tobacco Science VI, páginas 25 a 30. Este procedimiento es empírico y los resultados son comparativos solamente. Por esta razón no se ha marcado una escala de pH absoluto en las figuras. La línea horizontal representa en cada caso el pH de equilibrio del electrodo. La acidez aumenta en sentido ascendente.

10. Algunos de los ejemplos comprenden también mediciones de pH absoluto llevadas a cabo en materias volátiles recogidas del humo por el método de Y. Mikami et al, Documentos Científicos de la Japan Monopoly Corporation 1967, Volumen III, páginas 173-177. En estas mediciones se empleó agua destilada.

EJEMPLO 1

20. Se mezclaron 1160 partes de una materia preparada por tratamiento térmico de una α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 16.160 partes de agua y la mezcla se molió en un desintegrador; se añadieron a la mezcla agitada 388 partes de glicerol seguido de 227 partes de nicotina en 2000 partes de agua. Entonces se añadió una mezcla seca consistente en 708 partes de carbonato cálcico, 216 partes de bentonita y 91 partes de sulfato amónico, seguido de 517 partes de carboximetilcelulosa sódica y 1230 partes de magnesita y la suspensión resultante se agitó durante
- 25.
30. una hora por lo menos. La suspensión se depositó entonces



en una secadora para formar una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

5. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con tabaco curado al humo para dar mezclas que contenían 70 %, 60 % y 50 % de tabaco. Las mezclas se emplearon en cigarrillos y se valoró el sabor de estos cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".

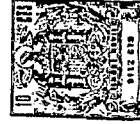
10. La Figura 1 ilustra perfiles de pH comparativos, bocanada a bocanada, del humo de las tres mezclas descritas anteriormente y del propio tabaco.

Se elaboraron mezclas similares del mismo tabaco y una composición de otro modo idéntica pero que no contenía sulfato amónico. Estas mezclas produjeron, todas ellas, humos irritantes sofocantes.

15. La Figura 2 ilustra perfiles de pH comparativos, bocanada a bocanada, del humo de estas tres mezclas. Comparando la Figura 1 con la Figura 2, se observará que el sulfato amónico vuelve el humo más ácido, contrarrestando así la alcalinidad debida a la nicotina añadida.

20. EJEMPLO 2

25. Se mezclaron 1160 partes de una materia preparada tratando termicamente una α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 16.160 partes de agua y se molió la mezcla en un desintegrador. Se añadieron a la mezcla 388 partes de glicerol seguido de 227 partes de ácido láctico y 227 partes de nicotina en 2000 partes de agua, que se habían mezclado previamente. Entonces se añadió una mezcla seca consistente en 626 partes de carbonato cálcico, 216 partes de bentonita y 91 partes de sulfato amónico, seguido
30. de 517 partes de carboximetilcelulosa sódica y 1088 partes



de magnesita y la suspensión resultante se agitó por lo menos durante 1 hora. La suspensión se moldeó entonces en una secadora para formar una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

5. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con tabaco curado al humo para dar una mezcla que contenía un 50 % de tabaco. Se elaboraron cigarrillos con la mezcla y se probó el sabor de estos cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".

10. La Figura 3 ilustra un perfil de pH, bocanada a bocanada, del humo de esta mezcla. Los valores de pH absolutos determinados en partes del humo fueron:

Fase particulada	6,1
Fase gaseosa	5,5
Vapor de agua secundario	8,5

15.

Una mezcla similar 50:50 de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin sulfato amónico y ácido láctico dió un humo irritante sofocante.

EJEMPLO 3

20.

Se mezclaron 1160 partes de una materia preparada tratando termicamente una α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 16.160 partes de agua y se molió la mezcla en un desintegrador. Entonces se añadieron a la mezcla 388 partes de glicerol seguido de 227 partes de ácido láctico y 227 partes de nicotina en 2000 partes de agua que se habían mezclado previamente. Después se añadió una mezcla seca consistente en 663 partes de carbonato cálcico,

25.

216 partes de bentonita por 517 partes de carboximetilcelulosa sódica y 1139 partes de magnesita y la suspensión resultante se agitó por espacio de una hora por lo menos. La

30.



suspensión se moldeó entonces en una secadora para obtener una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

5. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con tabaco curado al humo para dar una mezcla que contenía un 50 % de tabaco. La mezcla se empleó para elaborar cigarrillos y se probó el sabor de estos cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".

10. Una mezcla 50:50 similar de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin ácido láctico dió un humo irritante sofocante.

EJEMPLO 4

15. Se mezclaron 5,1 partes de una materia preparada tratando termicamente α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 60 partes de agua y la mezcla se molió en un desintegrador. Se añadieron a la mezcla agitada 1,7 partes de glicerol seguido de 1 parte de nicotina y 1 parte de triacetato de glicerol en 20 partes de agua. Entonces se añadió una mezcla seca consistente en 2,92 partes de carbonato cálcico, 0,95 partes de bentonita seguido de 2,3 partes de carboximetilcelulosa sódica y 5,0 partes de magnesi-
20. ta y la suspensión resultante se agitó durante 1 hora por lo menos. La suspensión se moldeó entonces para dar una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

25. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con tabaco curado al humo para dar una mezcla que contenía un 50 % de tabaco. La mezcla se elaboró en cigarrillos y se probó el sabor de los cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".

30. La Figura 4 ilustra un perfil de pH, bocanada a bocanada, del humo de esta mezcla. Los valores de pH abso-



lutos determinados en partes del humo fueron:

Fase particulada	6,16
Fase gaseosa	5,5
Vapor de agua secundario	8,5

5. Una mezcla similar 50:50 de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin triacetato de gliceril dió un humo irritante sofocante.

EJEMPLO 5

10. Se mezclaron 5,02 partes de una materia preparada tratando termicamente α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 60 partes de agua y la mezcla se molió en un desintegrador. Entonces se añadieron a la mezcla agitada 1,7 partes de glicerol seguido de 1 parte de nicotina en 20 partes de agua. Una mezcla seca consistente en 2,92 partes de carbonato cálcico, 0,95 partes de bentonita y 2 partes de almidón se añadió después seguido de 2,3 partes de carboximetilcelulosa sódica y 4,12 partes de magnesita y la suspensión resultante se agitó durante 1 hora por lo menos. La suspensión se moldeó para obtener una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

15. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con tabaco curado al humo para obtener una mezcla que contenía un 50 % de tabaco. Se elaboraron cigarrillos con la mezcla y se probó el sabor de los cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".
20. La misma composición pero sin almidón dió un humo irritante sofocante.

EJEMPLO 6

25. Se mezclaron 98,8 partes de una materia preparada tratando termicamente α -celulosa en presencia de sulfamato
- 30.



- amónico con 1600 partes de agua y la mezcla se molió en un desintegrador. Se añadieron a la mezcla 22,0 partes de glicerol seguido de 14 partes de nicotina y 18 partes de ácido málico en 200 partes de agua. Entonces se añadió una mezcla
5. seca consistente en 60,4 partes de carbonato cálcico, 18,4 partes de bentonita y 0,8 partes de sulfato amónico, seguido de 55,2 partes de carboximetilcelulosa amónica y 105,2 partes de magnesita y la suspensión resultante se agitó durante 1 hora por lo menos.
10. La suspensión se moldeó entonces en una secadora para obtener una película con un peso en seco de 48-52 g/m².
La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con partes iguales de tabaco curado al humo y se elaboraron cigarrillos con la misma. Se probó el sabor de estos
15. cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".
La Figura 5 ilustra un perfil de pH, bocanada a bocanada, del humo de esta mezcla.
Una mezcla 50:50 similar de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin ácido málico y sulfato amónico dió un humo irritante sofocante.
- 20.

EJEMPLO 7

- Se mezclaron 98,8 partes de una materia preparada tratando termicamente α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 1600 partes de agua y la mezcla se molió
25. en un desintegrador. Se añadieron a la mezcla 22,0 partes de glicerol seguido de 14 partes de nicotina y 18 partes de ácido maleico en 200 partes de agua. Se añadió una mezcla seca consistente en 60,4 partes de carbonato cálcico, 18,4 partes de bentonita y 8 partes de sulfato amónico se-
30. guido de 55,2 partes de carboximetilcelulosa amónica y



105,2 partes de magnesita. La suspensión resultante se agitó durante 1 hora por lo menos y después se moldeó en una secadora para formar una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

5. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con una parte igual de tabaco curado al humo y se elaboraron cigarrillos. Se probó el sabor de estos cigarrillos. No se recibieron informes de sofocación.

10. La Figura 6 ilustra un perfil de pH, bocanada a bocanada, del humo de esta mezcla.

Una mezcla 50:50 similar de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin ácido maléico y sulfato amónico dió un humo irritante sofocante.

EJEMPLO 8

15. Se mezclaron 5,02 partes de una materia preparada tratanto termicamente α -celulosa en presencia de sulfato amónico con 60 partes de agua y la mezcla se molió en un desintegrador. Entonces se añadieron a la mezcla 1,7 partes de glicerol seguido de 1 parte de nicotina y 1 parte de fructosa en 20 partes de agua. Entonces se añadió una mezcla seca consistente en 2,92 partes de carbonato cálcico y 10,95 partes de bentonita seguido de 2,3 partes de carboximetilcelulosa sódica y 4,12 partes de magnesita y la suspensión resultante se agitó durante una hora por lo menos.
20. La suspensión se moldeó entonces en una secadora para dar una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

25. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con partes iguales de tabaco curado al humo. La mezcla se empleo para elaborar cigarrillos y se probó el sabor de estos cigarrillos. No se recibieron informes de "sofocación".
- 30.



Una mezcla 50:50 similar de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin fructosa dió un humo irritante sofocante.

EJEMPLO 9

5. Se mezclaron 96,8 partes de ácido alginico con 1600 partes de agua y la mezcla se molió en un desintegrador. Entonces se añadieron a la mezcla 24,4 partes de glicerol, 14,4 partes de citrato potásico seguido de 20 partes de nicotina y 20 partes de ácido láctico. Después se añadió una mezcla seca consistente en 69,2 partes de carbonato cálcico y 120,8 partes de magnesita seguido de 34,4 partes de carboximetilcelulosa sódica y la suspensión resultante se agitó durante 1 hora por lo menos. La suspensión se moldeó entonces para obtener una película con un peso en seco de 48-52 g/m².
- 10.
- 15.

La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con un peso igual de tabaco curado al humo que se empleó para elaborar cigarrillos y se probó el sabor de estos cigarrillos. No se recibieron informes de sofocación.

20. Una mezcla 50:50 similar de tabaco con una composición de otro modo idéntica pero sin ácido láctico dió un humo sofocante.

EJEMPLO 10

25. Se mezclaron 102,4 partes de una materia preparada tratando termicamente α -celulosa en presencia de sulfamato amónico con 1600 partes de agua y se molió en un desintegrador. Se añadió a la mezcla 34,4 partes de glicerol seguido de 20 partes de nicotina, 20 partes de ácido fórmico en 200 partes de agua. Entonces se añadió una mezcla seca consistente en 58,0 partes de carbonato cálcico,
- 30.



19,2 partes de bentonita seguido de 45,6 partes de carboximetilcelulosa sódica y 100,4 partes de magnesita y la suspensión resultante se agitó durante 1 hora por lo menos. La suspensión se moldeó en una secadora Sandvik para formar una película con un peso en seco de 48-52 g/m².

5. La película se cortó en hebras y la hebra se mezcló con un peso igual de tabaco curado al humo cortado en hebras y la mezcla se empleó para elaborar cigarrillos. Se probó el sabor de estos cigarrillos y no se recibieron informes de "sofocación".

10. Una mezcla 50:50 similar con una composición de otro modo idéntica pero sin ácido fórmico dió un humo sofocante.

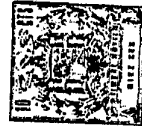
N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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 Inglaterra con el nº 41921/71 de 8 de septiembre de 1971, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años, en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE MEZCLAS PARA FUMAR; caracterizándose por lo siguiente:

20. 1.- Procedimiento para la obtención de mezclas para fumar, caracterizado porque comprende agregar a un sustrato productor de humo, reforzado con nicotina, una

25.

30.



sustancia que, al fumarse la mezcla, produce materia ácida en el humo, para reducir de este modo su irritación sofocante.

5. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el sustrato productor de humo contiene materia artificial.

10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el sustrato productor de humo contiene un carbohidrato modificado manufacturado sometiendo carbohidrato a un proceso de degradación catalizada, tal como a una temperatura de 100 a 250°C hasta que el peso del carbohidrato degradado sea inferior al 90 % del peso del carbohidrato original.

15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el sustrato productor de humo contiene una celulosa modificada elaborada calentando α -celulosa a 100-250°C en presencia de sulfamato amónico.

20. 5.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sustrato productor de humo contiene hasta un 80 % en peso de tabaco.

25. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sustrato que produce materia ácida en el humo es un ácido orgánico que es, o bien volátil, o volátil al vapor de agua, o que pirolyza al calentarse para producir un ácido volátil o volátil al vapor de agua.

7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el ácido orgánico es ácido fórmico, acético, propiónico, n-caprónico, iso-caprónico ó n-heptílico.

30. 8.- Procedimiento según la reivindicación 6, ca-



racterizado porque el ácido orgánico es ácido láctico o málico.

5. 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1-5, caracterizado porque la sustancia que produce materia ácida en el humo es una sustancia neutra que piroliza para producir materia ácida.
10. 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la sustancia neutra es almidón, fructosa o glucosa.
10. 11.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque la sustancia neutra es un éster de glicerol que puede ser mono-, di- o tri-acetato, tributirato, trioleato o tripalmitato de glicerol.
15. 12.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la sustancia que produce materia ácida es una sal de una base nitrogenada débil con un ácido fuerte.
20. 13.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque dicha sal es sulfato amónico.
20. 14.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la sustancia que produce materia ácida es una mezcla de sulfato amónico y ácido láctico.
25. 15.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la proporción de la sustancia que produce materia ácida no excede del doble de la proporción en peso de la nicotina reforzante.
30. 16.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se agregan otras materias componentes de mezclas para fumar, tal como



catalizadores promotores de la combustión, materias para mejorar la cohesión de la ceniza y el color, aromatizantes y medicamentos.

5. 17.- Procedimiento para la obtención de mezclas para fumar, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 17 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 8 SET. 1972

10.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

L. GOMEZ ACEBO Y MODEX
p. p. Firmado: L. Gacia Fernández