

Int. Cl.: A24 B, D//108B

~~PATENTE DE INVENCION~~

Ref: ICI CASE Dt. 25414-SPAIN.

# Memoria Descriptiva

418357

sobre:

Procedimiento de obtención de materiales para fumar.

=====

*Solicitante:*

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad británica, residente en Imperial Chemical House, Millbank, London, S.W.1.,

=====

La presente invención se relaciona con la producción de un material para fumar, para cigarrillos, cigarros, pipas y similares.

5. Se sabe que los carbohidratos pierden peso por calentamiento, con la formación de anhídrosazúcares



más simples y/o la descomposición completa a pequeñas moléculas orgánicas tales como acetaldehído, formaldehído, ácido fórmico, metano, óxidos de carbono, agua y otros. En particular, la celulosa desprende unidades anhidro glucosa, particularmente levoglucosano.

5.

La patente británica Nº 1.113.979 de la misma solicitante describe y reivindica un procedimiento para la preparación de un carbohidrato modificado que es apropiado para mezclas para fumar, que comprende someter carbohidrato a un procedimiento de degeneración catalizado a una temperatura de 100 a 250°C, hasta que el peso del carbohidrato degenerado es menor del 90 % del peso del carbohidrato original.

10.

La degeneración que se produce en un procedimiento de esta clase es enteramente diferente del que se produce por calentamiento de un carbohidrato en ausencia de un catalizador, y los productos de ambos procedimientos son bastante diferentes.

15.

Se había considerado hasta ahora que si se calentaba un carbohidrato por encima de 250°C, aún en presencia de un catalizador, la degeneración conduciría por lo menos en parte a la producción de moléculas más pequeñas como las que se obtienen en ausencia de cualquier catalizador. Sin embargo no es así. Se ha comprobado que la degeneración a anhidroazúcar y unidades más pequeñas, no se produce en absoluto en ninguna medida significativa cuando se calienta un carbohidrato en presencia de un catalizador, aún a una temperatura superior a 250°C.

20.

25.

En el dibujo que se acompaña, la Curva A muestra la pérdida de peso que se puede lograr al calentar  $\alpha$ -celulosa a temperaturas crecientes, y la Curva B muestra la pérdida de

30.



peso que se puede lograr calentando  $\alpha$ -celulosa a las mismas temperaturas en presencia de un catalizador (sulfamato de amonio, 5 % en peso).

5. De acuerdo con la presente invención, se provee un procedimiento para la producción de un material para fumar, que comprende someter material de carbohidrato a una degeneración térmica catalizada a una temperatura superior a 250°C, de preferencia 250 a 300°C, hasta que el peso del residuo sólido es 50 a 90 %, y de preferencia 65 a 90 %, del peso del material de carbohidrato original, opcionalmente blanquear el residuo, combinarlo con un aglomerante y someterlo a manufactura de modo de producir un material que simula tabaco.

10. Cuando se opera a las temperaturas relativamente elevadas que se utilizan en el presente procedimiento, resulta cada vez más importante limitar la duración del calentamiento de manera que el peso del residuo no disminuya por debajo del 50 %, y de preferencia 65 %, del peso del material de carbohidrato original. La duración del calentamiento dependerá considerablemente de la eficacia del catalizador de degeneración que se utiliza. En general, será necesario emplear períodos de calentamiento solamente breves, que varían desde unos pocos minutos (por ejemplo aproximadamente 5 min.) a 250°C, hasta solamente unos pocos segundos a 300°C. Los tiempos más breves de calentamiento constituyen una ventaja técnica con respecto al procedimiento de la patente británica Nº 1.113.979 de la misma solicitante, puesto que permite mantener mayores regímenes de producción de un material igualmente satisfactorio en una operación continua. A las temperaturas más elevadas, por ejemplo por encima de 270°C, puede resultar deseable operar en ausencia de oxígeno.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- El material de carbohidrato utilizado en el presente procedimiento es de preferencia celulosa. Además de la celulosa misma, otros ejemplos de material de carbohidrato que se puede utilizar son derivados de la celulosa tales como metil
5. celulosa. Otros ejemplos de material de carbohidrato que se pueden utilizar son el almidón, por ejemplo almidón de arroz, patata y maíz, alginatos, pectina, gomas naturales tales como goma tragacanto, goma arábiga y goma de semillas de algarrobo y carbohidratos más simples que incluyen monosacáridos y
10. disacáridos, por ejemplo glucosa y sacarosa.

- Los catalizadores utilizados en la etapa de degeneración térmica pueden ser de naturaleza ácida o básica, aunque de preferencia la primera. Catalizadores preferidos son ácidos fuertes, y sales de ácidos fuertes con bases débiles. Estos catalizadores incluyen ácido sulfámico, ácido fosfórico,
15. ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido perclórico, ácido tricloracético, fosfato diamónico, fosfato monoamónico, sulfato de amonio, cloruro férrico, cloruro de cinc, cloruro estánnico, cloruro de aluminio y especialmente sulfamato de amonio.
- 20.

Los catalizadores básicos incluyen hidróxidos alcalinos, por ejemplo hidróxido de sodio y de potasio, y sales alcalinas de ácidos débiles, por ejemplo, carbonatos, acetatos y lactatos de sodio y potasio.

- Para asegurar que no hay una magnitud sustancial de degeneración del tipo representado por la Curva A en el dibujo que se acompaña, deberá convenientemente estar presente por lo menos 1 % en peso de catalizador, siendo la cantidad preferida de 2,5 a 20 % en peso del material de carbohidrato.
- 25.
30. Se puede someter el material de carbohidrato al pro-



cedimiento de la presente invención en cualquier forma conveniente, por ejemplo en forma de polvo o en forma de hoja. En lo que se refiere al procedimiento de la patente británica N<sup>o</sup> 1.113.979, se puede primeramente impregnar el material de carbohidrato, en forma de hoja, con una solución del catalizador aplicada por inmersión o pulverización, y luego secarlo; o se puede mezclar material de carbohidrato en polvo con una solución del catalizador y luego secarlo.

Al someterlo al procedimiento de la presente invención, el material de carbohidrato degenera hasta un material negro. En el caso que se considerara indeseable el color negro en materiales para fumar, se podrá sin embargo aclarar el color hasta castaño, asemejándose al del tabaco de cogarrillos, por tratamiento con ácido nítrico, amoníaco o peróxido de hidrógeno, de preferencia a temperatura elevada.

Se manufactura entonces el material de carbohidrato térmicamente degenerado, opcionalmente después de aclarar su color, de modo de darle una forma que simula tabaco, con ayuda de un aglomerante. Se puede llevar a cabo esta etapa del procedimiento mediante las técnicas descritas en la patente británica N<sup>o</sup> 1.113.979. Por ejemplo, se puede desmenuzar el material hasta la forma de un polvo, mezclarlo con una solución de un aglomerante, por ejemplo un derivado de celulosa soluble en agua, tal como metil celulosa o etil celulosa, carboximetil celulosa o una sal de la misma, almidón, alginato, pectina, gomas naturales tales como goma guar o goma de semillas de algarrobo, dándole entonces la forma de una película y secándolo. También se puede expulsar en forma de filamento o de cinta una mezcla del material de carbohidrato térmicamente degenerado y aglomerante. Se puede entonces cor



5. tar en hebras la película, filamento o cinta, de modo de producir un material que simula tabaco. Se puede acondicionar ventajosamente este material en una atmósfera húmeda hasta un contenido de humedad de 5 a 15 % en peso, de manera de hacerlo más apropiado para el uso en la producción de cigarrillos o para pipas.
10. Los materiales para fumar, manufacturados mediante el procedimiento de la presente invención, así como los preparados mediante el procedimiento de la patente británica N<sup>o</sup> 1.113.979, son superiores por la calidad y gusto del humo con respecto a los correspondientes materiales para fumar producidos con carbohidratos no tratados, y proporcionan un humo más suave y menos irritante. El humo que producen contiene menos "alquitrán" que el humo del tabaco. También se puede variar
15. más ampliamente la composición de estas mezclas para fumar, y por consiguiente las propiedades de su humo, que las mezclas que contienen carbohidratos no tratados, y aún que las mezclas que contienen solamente tabaco, Por ejemplo, mediante la incorporación de aditivos suministradores de gusto y
20. aromatizante, se puede variar el gusto y aroma del humo de manera de adaptarlos a una gama más amplia de preferencia del consumidor. Se puede también ajustar ampliamente, de acuerdo con las preferencias, la proporción de nicotina que es un constituyente deseable de las mezclas para fumar.
25. Se comprenderá que los materiales para fumar de la presente invención pueden comprender, además del carbohidrato modificado, otros materiales que son constituyentes normales de los materiales para fumar como por ejemplo tabaco, carbohidrato no tratado u otro material orgánico productor de
30. humo y, de acuerdo con lo que se desea, cualquier otro agente



modificador comúnmente utilizado en mezclas de esta clase.

5. Por ejemplo, los materiales para fumar pueden comprender catalizadores activantes de la incandescencia, materiales para mejorar la coherencia de la ceniza, y colores, nicotina, aromatizantes o medicamentos. Se pueden incluir numerosos materiales aromatizantes benéficos. Estos incluyen extractos de tabaco, ésteres orgánicos, aceites esenciales, mentol, haba tonca o vanilina. Humectantes convenientes son la glicerina y los glicoles, como por ejemplo glicol etilénico y glicol dietilénico, trietilénico y tetraetilénico.

10. Si así fuera conveniente, se puede incorporar también materiales de carga inorgánicos deseados a los materiales para fumar de la presente invención. Es particularmente conveniente incorporar 40 a 65 % en peso de material de carga inorgánico a un material de esta clase, eligiéndose dicho material de carga de tal manera que se comunica un régimen de combustión aceptable a la mezcla, de acuerdo con lo descrito en la patente británica N<sup>o</sup> 1.299.296 de la misma solicitante. De esta manera se reduce todavía más la cantidad de ingredientes perjudiciales del humo que llegan al fumador.
15. Para esta finalidad se puede utilizar convenientemente mezclas de carbonato de calcio y magnesio.

20. Se ilustra la presente invención, aunque sin limitarla, mediante los siguientes ejemplos en los cuales las partes son en peso.

25. Ejemplo 1

30. Se sumerge 1,0 parte de pulpa de  $\alpha$ -celulosa en hoja en una solución acuosa al 5 % de sulfamato de amonio y se prensa la pulpa entre rodillos de modo que quede 1 parte de la solución en la pulpa. Se seca la pulpa y se la trata con



5. calor durante 100 s a 270°C. Este procedimiento hace negra a la pulpa. El peso de material degenerado es 75 % del peso original de  $\alpha$ -celulosa y sulfamato de amonio. Con el material degenerado se produce entonces una película y cigarrillos, de acuerdo con lo descrito en el ejemplo 12 de la patente británica N<sup>o</sup> 1.113.979.

10. Los humos desprendidos y los directamente inhalados, producidos por estos cigarrillos son más suaves y menos irritantes para los ojos y la garganta que los provenientes de un cigarrillo de tabaco común.

Ejemplo 2

15. Se impregna 1,0 parte de pulpa de  $\alpha$ -celulosa con una solución acuosa al 7,0 % de sulfamato de amonio y se la comprime de modo que quede 1 parte de la solución en la celulosa. Se seca la celulosa a 165°C y se la calienta entonces con aire a 265°C durante 2 min. hasta que el peso del material es 73 % del peso original y el color haya cambiado a negro.

20. Se mezcla 26,9 partes del material negro con 6,7 partes de glicerina, 9,6 partes de carboximetil celulosa sódica, 21,3 partes de carbonato de calcio y 35,5 partes de magnesita, y se trata la mezcla de modo de producir una película de acuerdo con lo descrito en el ejemplo 6 de la patente británica N<sup>o</sup> 1.299.296. Se corta la película en hebras y se produce con ellas cigarrillos. Tanto el humo desprendido como el directamente inhalado, es más suave y menos irritante para los ojos y la garganta que el de un cigarrillo de tabaco común.

30. Al pirolizar el material negro proveniente del proceso de calentamiento en una manera común a 600°C y al barrer



los productos de pirólisis a un cromatograma de gas, los rendimientos de acetaldehído y acroleína, que son dos especies particularmente irritantes, son sustancialmente menores que los rendimientos de la celulosa original. Los rendimientos comparativos, en unidades arbitrarias (alturas de las crestas en los trazos del registrador), de acetaldehído y acroleína, son:

5.

	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
Celulosa	más de 250	148
10. Producto del Ejemplo 2	80	45

Se obtiene un material negro similar al repetir el ejemplo 2 a 300°C durante 1 1/2 min en vez de 165°C durante 2 min.

Ejemplo 3

15.

Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 2, con la excepción de que la solución acuosa contiene ácido sulfúrico. La temperatura del aire es 280°C, el tiempo de calentamiento es 1 1/2 min y el peso del material es 75 %.

20.

También en este caso, los cigarrillos resultan menos irritantes para los ojos y la garganta.

Rendimientos comparativos de acetaldehído y acroleína son:

25.

	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
Celulosa	más de 250	148
Producto del ejemplo 3	95	40

Ejemplo 4

30.

Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 2, con la excepción de que la solución acuosa contiene hidróxido de sodio. La temperatura del aire es 275°C, el tiempo de calentamiento es 3 min y el peso del material es 80 % del peso



original.

También en este caso los cigarrillos son menos irritantes para los ojos y la garganta.

Los rendimientos comparativos de acetaldehído y acroleína, después de pirólisis a 600°C, son:

5.

	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
Celulosa	más de 250	148
Producto del ejemplo 4	130	41

Ejemplo 5

10.

Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 2, con la excepción de que la solución acuosa contiene 10 % de carbonato de sodio. La temperatura del aire es 270°C, el tiempo de calentamiento es 4 min y el peso del material residual es 70 % del peso original de la celulosa.

15.

También en este caso los cigarrillos resultan menos irritantes para los ojos y la garganta.

Los rendimientos comparativos de acetaldehído y acroleína, después de pirólisis a 600°C, son:

20.

	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
Celulosa	250	148
Producto del ejemplo 5	125	40

Ejemplo 6

25.

Se mezcla 20 partes de sacarosa con 20 partes de solución acuosa al 10 % de sulfamato de amonio. Se seca a 60°C la pasta húmeda resultante y se la calienta entonces con aire a 280°C durante 5 minutos, después de lo cual el peso del material es 71 % del peso original de la sacarosa.

30.

Se prepara cigarrillos en la manera descrita en el ejemplo 2, que también en este caso resultan menos irritantes para los ojos y la garganta.



Los rendimientos comparativos de las especies irritantes acetaldehído y acroleína, después de pirólisis a 600°C, son:

	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
5. Sacarosa	mas de 250	160
Producto del ejemplo 6	110	47

Ejemplo 7

Se repite el procedimiento descrito en el ejemplo 6, con la excepción de que el carbohidrato es glucosa. La temperatura del aire calentado es 280°C, el tiempo de calentamiento es 5 minutos y el peso es 73 % del peso original de glucosa.

Los cigarrillos son menos irritantes para la nariz y la garganta.

15. Los rendimientos comparativos de acetaldehído y acroleína, después de pirólisis a 600°C, son:

	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
Glucosa	mas de 250	150
Producto del ejemplo 7	100	45

20. Ejemplo 8

Se repite el procedimiento del ejemplo 6, con la excepción de que el carbohidrato es almidón. La temperatura del aire calentado es 275°C, el tiempo de calentamiento es 5 minutos y el peso es 75 % del peso original del almidón.

25. Los cigarrillos resultan menos irritantes para la nariz y la garganta.

Los rendimientos comparativos de acetaldehído y acroleína, después de pirólisis a 600°C, son:

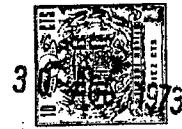
	<u>Acetaldehído</u>	<u>Acroleína</u>
30. Almidón	mas de 250	155
Producto del ejemplo 8	95	40



- N O T A -

5. 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 Inglaterra, con fecha 31 de agosto de 1972, bajo el número 40324/72, acogándose 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:
10. PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE MATERIALES PARA FUMAR; caracterizándose por lo siguiente:
15. 1ª.- Procedimiento de obtención de materiales para fumar, caracterizado porque comprende someter material de carbohidrato a una degeneración térmica catalizada a una temperatura superior a 250°C hasta que el peso del residuo sólido es 50 a 90 % del peso del material de carbohidrato original,
20. aclarar opcionalmente el color del residuo, combinarlo con un aglomerante y manufacturarlo de modo de producir un material que simula tabaco.
25. 2ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque se lleva a cabo la degeneración térmica catalizada a una temperatura de 250 a 300°C.
- 3ª.- Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el peso del residuo sólido es 65 a 90 % del peso del carbohidrato original.
30. 4ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el mate-

Rey



rial de carbohidrato es celulosa.

5ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el material de carbohidrato es almidón.

5. 6ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el catalizador utilizado en la degeneración térmica es un ácido fuerte o una sal de un ácido fuerte con una base débil.

10. 7ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado porque el catalizador utilizado es sulfamato de amonio.

15. 8ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el catalizador está presente en la etapa de degeneración térmica en una cantidad comprendida entre 1 y 20 % en peso del material de carbohidrato.

20. 9ª.- Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se impregna primeramente el material de carbohidrato, en forma de hoja o de polvo, con una solución del catalizador y se le seca.

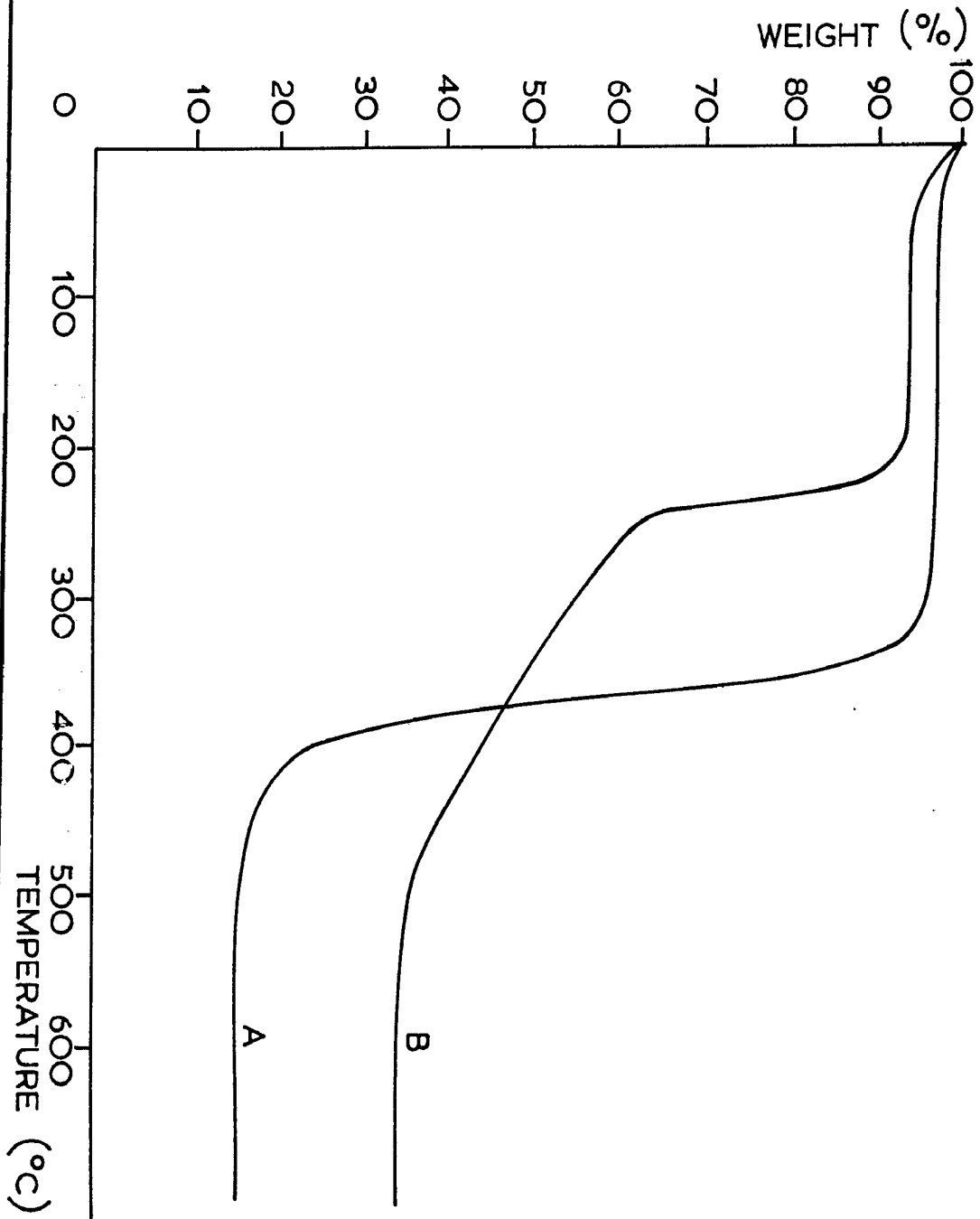
10ª.- Procedimiento de obtención de materiales para fumar, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

25. Esta Memoria consta de 13 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 30 AGO. 1973

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MOJER  
p. p. Firmador L. García Fernández



Madrid 28 SET 1972

GONZALEZ IZQUIERDO Y CAÑADA  
p. p. Firmado: L. GONZALEZ FERNANDEZ