

431446

6 NOV. 1974

P.- 58.772

582-797

Spain

Int. Cl.: A24B

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

a nombre de PHILIP MORRIS INCORPORATED

entidad norteamericana

establecida en 100 Park Avenue, Nueva York, Nueva York
10017, Estados Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA EXPANDIR TABACO"

(Clase Internacional A24b)

FUNDAMENTO DEL INVENTO.

La técnica del tabaco ha admitido desde hace largo tiempo que es deseable expandir el tabaco para
5 aumentar la masa aparente o volumen del tabaco. Han existido diversas razones para expandir el tabaco. Una de las primeras finalidades de expandir el tabaco implica
ba reponer la pérdida de peso causada por el proceso de curado del tabaco. Otra finalidad fue la de mejorar las
10 características para fumar de componentes particulares del tabaco, a saber tallos de plantas de tabaco. Se ha deseado también aumentar el poder de relleno del tabaco de manera que se requeriría una menor cantidad de tabaco para producir un producto para fumar, tal como un ci
15 garrillo, que tendría la misma firmeza y además produciría menos alquitrán y menos nicotina que un producto para fumar comparable hecho de tabaco no expandido, que tenga un relleno de tabaco más denso.

Se han propuesto diversos métodos para expan
20 dir tabaco, que incluyen la impregnación de tabaco con un gas bajo presión y la subsiguiente reducción de la presión, con lo cual el gas provoca la expansión de las células de tabaco para aumentar el volumen del tabaco tratado. Otros métodos que han sido empleados o sugeri
25 dos han incluido el tratamiento de tabaco con diversos

líquidos, tales como agua o líquidos orgánicos relativamente volátiles, para impregnar el tabaco con el mismo, después de lo cual los líquidos son expulsados y eliminados para expandir el tabaco. Métodos adicionales que han sido sugeridos, han incluido el tratamiento de tabaco con materiales sólidos que, cuando son calentados, se descomponen para producir gases que sirven para expandir el tabaco. Otros métodos incluyen el tratamiento de tabaco con líquidos que contienen gas, tales como agua que contiene dióxido de carbono, bajo presión para incorporar el gas dentro del tabaco y, cuando el tabaco impregnado con el mismo es calentado o la presión existente sobre el mismo es reducida, expandir de este modo el tabaco. Se han desarrollado técnicas adicionales para expandir tabaco, que implican el tratamiento de tabaco con gases que reaccionan para formar productos de reacción químicos sólidos dentro del tabaco, los cuales productos de reacción sólidos pueden luego descomponerse por calor para producir gases dentro del tabaco, que provocan la expansión del tabaco al ser liberados. Más específicamente :

Una patente concedida a Wilford J. Hawkins, a saber la patente de los Estados Unidos 1.789.435, concedida en 1931, describe un método y un aparato para expandir y aumentar el volumen de tabaco con el fin de

reponer la pérdida de peso causada en el curado de hoja de tabaco. Para lograr este objeto, el tabaco curado y acondicionado es puesto en contacto con un gas, que puede ser aire, dióxido de carbono o vapor de agua, bajo presión, y luego se reduce la presión, con lo cual el tabaco tiende a expandirse. La patente indica que el volumen del tabaco puede ser aumentado, mediante tal procedimiento, en una extensión de alrededor de 5 a 15%.

Un documento de custodia de propiedad extranjera número 304.214 de Joachim Bohme, de fecha 1943, indica que el tabaco puede ser expandido utilizando un generador de alta frecuencia, pero que existen limitaciones en cuanto al grado de expansión que puede lograrse sin afectar a la calidad del tabaco.

Una patente concedida a Frank J. Sowa, a saber la patente de los Estados Unidos 2.596.183, concedida en 1952, menciona un método para aumentar el volumen del tabaco desmenuzado añadiendo al tabaco agua adicional para hacer que dicho tabaco se hinche, y luego calentando el tabaco que contiene humedad, con lo cual la humedad se evapora y el vapor de humedad resultante provoca la expansión del tabaco.

Una serie de patentes concedida a Roger Z. de la Burde, uno de los inventores conjuntos de la presente solicitud, concedidas en 1968, específicamente las

patentes de los Estados Unidos 3.409.022, 3.409.023, 3.409.027 y 3.409.028, se refieren a diversos procedimientos para acrecentar la utilidad de tallos de tabaco para utilizarlos en productos para fumar, sometiendo a los tallos a operaciones de expansión por utilización de diversos tipos de tratamiento por calor o con energía de microondas.

Una patente concedida a John D. Hind, a saber la patente de los Estados Unidos 3.425.425, concedida en 1969, que está cedida al mismo cesionario que el del presente invento, se refiere a la utilización de carbohidratos para mejorar el hinchamiento de tallos de tabaco. En este procedimiento, tallos de tabaco son sumergidos e impregnados en una solución acuosa de carbohidratos y luego son calentados para hinchar los tallos. La solución de carbohidratos puede contener también ácidos orgánicos y/o ciertas sales que son utilizadas para mejorar las propiedades de sabor, aroma y fumatorias de los tallos.

Una publicación aparecida en el "Tobacco Reporter" de Noviembre de 1969, por P. S. Meyer, describe y resume métodos o investigaciones de hinchamiento o expansión de tabaco con el fin de expandir y manipular tabaco para el propósito de reducir los costos y también en cuanto a los medios para reducir el conteni

do de "alquitrán" mediante reducción en el suministro de humo. En esta publicación se hace mención del hinchamiento de tabaco por medio de diferentes métodos, que incluyen la utilización de hidrocarburos halogenados, de trabajo a baja presión o en vacío, o de tratamiento con vapor de agua a alta presión que provoca la expansión de las hojas desde dentro de las células cuando en la presión del exterior se reduce bruscamente. Se hace mención también en esta publicación al hecho de secar por congelación el tabaco que puede ser empleado también para obtener un aumento de volumen.

Desde que se publicó el artículo del "Tobacco Reporter" arriba mencionado, se han descrito en patentes y/o en solicitudes de patente publicadas un cierto número de técnicas de expansión de tabaco, incluyendo algunas de las técnicas descritas en dicho artículo. Por ejemplo:

La patente de los Estados Unidos 3.524.452, concedida a Glenn P. Moser y otros, y la patente de los Estados Unidos 3.524.451 concedida a James D. Fredericksen, ambas concedidas en 1970, se refieren a la expansión de tabaco utilizando un líquido orgánico volátil, tal como un hidrocarburo halogenado.

La patente de los Estados Unidos 3.734.104,

concedida a William M. Buchanan y otros, que está cedi-
da al mismo cesionario que el del presente invento,
concedida en 1973, se refiere a un procedimiento par-
ticular para la expansión de tallos de tabaco.

5 La patente de los Estados Unidos 3.710.802,
concedida a William H. Johnson, concedida en 1973, y
la memoria de patente británica 1.293.735 concedida a
American Brands Inc., publicada en 1972, se refieren
ambas a métodos de secado por congelación para expan-
10 dir tabaco.

 Las solicitudes surafricanas 70/8291 y 70/8282
de R. J. Reynolds Tobacco Company, ambas concedidas en
1970, se refieren a la expansión de tabaco empleando
compuestos químicos que se descomponen para formar un
15 gas, o con soluciones inertes de un gas bajo presión pa-
ra mantener al gas en solución hasta que éste impregne
al tabaco.

 Una patente concedida a Robert G. Armstrong
y otros, a saber la patente de los Estados Unidos
20 3.771.533, concedida en 1973, que está cedida al mismo
cesionario que el del presente invento, implica un tra-
tamiento de tabaco con dióxido de carbono y gases amo-
niacales, con lo cual el tabaco es saturado con estos
gases y se forma "in situ" carbonato de amonio. Después
25 de ello el carbonato de amonio es descompuesto por ca-

lor para liberar los gases dentro de las células de tabaco y para provocar la expansión del tabaco.

5 A pesar de todos los progresos arriba descritos en la técnica, no se ha encontrado ningún procedimiento que sea completamente satisfactorio. La dificultad que aparece con las diversas sugerencias antes mencionadas para expandir tabaco consiste en que, en muchos casos, el volumen es aumentado sólo de manera ligera y en el mejor de los casos sólo moderadamente, anotándose por ejemplo una expansión de 15% como el máximo logrado mediante secado por congelación; este tipo de trabajo tiene las desventajas de requerir equipos complicados y costosos, y costos de trabajo muy sustanciales. Con respecto a la enseñanza de utilizar energía de calor, energía de infrarrojos o energía radiante de microondas para expandir tallos de tabaco, la dificultad consiste en que si bien los tallos de tabaco responden a estos métodos de calentamiento, generalmente no se ha encontrado que la hoja de tabaco responda efectivamente a este tipo de procedimientos.

10

15

20

La utilización de agentes de expansión especiales, por ejemplo hidrocarburos halogenados, tales como los que se mencionan en la publicación de Meyer para expandir tabaco, tampoco es completamente satisfactoria, ya que generalmente se requiere que estas sustancias se

25

volatilicen, o se requiere eliminar las sustancias después de que el tabaco se haya expandido. La introducción, en concentración considerable, de materiales que son extraños al tabaco, plantea el problema de eliminar el agente de expansión después de que se haya completado el tratamiento con el fin de evitar que queden afectados el aroma y otras propiedades del humo debido a sustancias extrañas al sistema utilizadas o desprendidas de la combustión del tabaco tratado.

10 No se ha encontrado que sea satisfactoria la utilización de sustancias químicas sólidas para producir un gas después de descomposición posiblemente debido al hecho de que las sustancias químicas no pueden ser incorporadas en las células del tabaco.

15 La utilización de agua carbonatada tampoco se ha encontrado que sea eficaz.

Si bien el método en que se emplean amoníaco y dióxido de carbono gaseoso es una mejora con respecto a los métodos descritos con anterioridad, no es completamente satisfactorio y puede dar como resultado, en ciertas circunstancias, una deposición indeseable de carbonato de amonio durante el proceso.

20 El presente procedimiento que emplea dióxido de carbono líquido, tal como se describe seguidamente, se ha encontrado que supera las desventajas de los pro

cedimientos de la técnica anterior y proporciona un método mejorado para expandir tabaco.

5 El dióxido de carbono ha sido utilizado en la industria alimenticia como refrigerante y, más recientemente, ha sido sugerido como agente de extracción de sabores y aromas para alimentos. También ha sido descrito en la memoria de publicación alemana 2.142.205 (día de solicitud 23 de agosto de 1.971) para utilizarse, en forma gaseosa o líquida, para extraer materiales aromáticos desde el tabaco. Sin embargo, no ha habido ninguna sugere-
10 rencia, en relación con estas utilizaciones, de usar dióxido de carbono líquido para la expansión de dichos materiales.

15 RESUMEN DEL INVENTO.

Se crea un procedimiento para expandir tabaco que emplea dióxido de carbono líquido en calidad de agente de expansión. El tabaco es puesto en contacto con dióxido de carbono líquido para impregnar a fondo el tabaco con el dióxido de carbono líquido, preferiblemente en con-
20 diciones con las que no se permite que se congele la humedad en el tabaco. El tabaco impregnado con dióxido de carbono es mantenido a una temperatura no inferior a aproximadamente -2°C , y en condiciones de temperaturas y presio-
25 nes elevadas tales que todo o sustancialmente todo el dió-

xido de carbono que está en contacto con el tabaco se encuentra en forma líquida. Después de que se ha completado la impregnación, se puede eliminar del tabaco cualquier cantidad de dióxido de carbono líquido en exceso que pueda estar presente junto con el tabaco. La elevada presión es reducida luego con el fin de convertir al dióxido de carbono líquido en dióxido de carbono sólido dentro de la estructura del tabaco. El resultante tabaco que contiene dióxido de carbono sólido es sometido luego a condiciones de temperatura y presión, preferiblemente a un calentamiento rápido a la presión atmosférica, que dan como resultado la evaporación del dióxido de carbono sólido y la consiguiente expansión del tabaco para proporcionar un tabaco de menor densidad y de volumen acrecentado.

Se crea también un aparato para llevar a cabo el procedimiento arriba descrito, incluyendo dicho aparato un recipiente de presión en el cual se efectúa la impregnación del tabaco, siendo provisto el recipiente de presión con dispositivos para controlar la introducción y retirada desde él de tabaco y de dióxido de carbono líquido, para ventilar el recipiente con el fin de convertir el dióxido de carbono líquido en dióxido de carbono sólido, y opcionalmente medios para efectuar la evaporación del dióxido de carbono sólido con el fin de efectuar la expansión del tabaco.

DESCRIPCION DETALLADA DEL INVENTO

El presente invento se refiere de modo amplio a un procedimiento para expandir tabaco empleando un agente de expansión relativamente barato, no combustible y no tóxico, fácilmente asequible, y más particularmente se refiere a la producción de un producto de tabaco expandido con densidad sustancialmente reducida producido impregnando tabaco baja presión con dióxido de carbono líquido, convirtiendo el dióxido de carbono líquido en dióxido de carbono sólido "in situ", lo cual se puede efectuar disminuyendo rápidamente la presión, y después de ello haciendo que el dióxido de carbono sólido se evapore y expanda al tabaco, lo cual puede lograrse sometiendo al tabaco impregnado a calor, a energía radiante, o a condiciones generadoras de energía similares, que harán que el dióxido de carbono sólido que se encuentra dentro del tabaco se evapore con rapidez.

Para llevar a cabo el procedimiento del invento, puede someterse a tratamiento hoja de tabaco curada entera, tabaco en forma cortada o picada o partes seleccionadas de la planta de tabaco, tales como tallos de tabaco, o puede ser tabaco reconstituido. En forma desmenuzada, el tabaco que ha de ser impregnado puede tener un tamaño de partículas de desde aproximadamente malla 20 a malla 100, pero preferiblemente no es menor que aproxima-

damente malla 30. El material tratado puede estar en forma relativamente seca, o puede tener el contenido natural de humedad del tabaco o incluso más. Generalmente, el tabaco que ha de ser tratado tendrá al menos aproximadamente 3% de humedad (en peso) y menos de aproximadamente 50% de humedad.

El tabaco será colocado generalmente en un recipiente de presión de una manera tal que pueda ser sumergido o puesto en contacto apropiadamente con dióxido de carbono líquido. Por ejemplo se puede utilizar una jaula o plataforma de alambre.

Luego, el recipiente de presión que contiene tabaco es purgado preferiblemente con dióxido de carbono gaseoso, exigiendo la operación de purgado en general de aproximadamente 1 a 4 minutos. La etapa de purgado puede ser suprimida sin detrimento para el producto final. Los beneficios del purgado son la eliminación de gases que interfieren con un procedimiento de recuperación de dióxido de carbono y el barrido de gases extraños que pueden interferir con la plena penetración del dióxido de carbono líquido.

El dióxido de carbono líquido que es empleado en el procedimiento de este invento se obtendrá en general a partir de un recipiente de almacenamiento en donde es mantenido a una presión de aproximadamente

15,05 hasta 21,35 kg/cm² manométricos y a temperaturas de desde -20 a 0°C. El dióxido de carbono líquido puede ser introducido en el recipiente de presión a presiones entre 15,05 y 22,40 kg/cm² manométricos y desde -20 a 0°C, pero preferiblemente es previamente calentado, por ejemplo mediante serpentines calefactores apropiados alrededor de la conducción de alimentación, a una temperatura de aproximadamente 0 a 25°C, y a una presión de aproximadamente 34,3 hasta 63,42 kg/cm² manométricos, antes de ser introducido en el recipiente de presión. El calentamiento previo es preferido, ya que se desarrolla la mejor presión de trabajo dentro del margen de 42 a 63 kg/cm² manométricos y el calentamiento previo hará mínimo el ciclo de calentamiento en el recipiente de presión. En el momento en que el dióxido de carbono líquido sea introducido dentro del recipiente de presión, el interior de dicho recipiente, incluyendo el tabaco que ha de ser sometido a tratamiento, estará generalmente a una temperatura de 0 a 25°C y a una presión al menos suficiente para mantener al dióxido de carbono en un estado líquido.

El dióxido de carbono líquido es introducido en el recipiente de manera tal que se permite que entre completamente en contacto con el tabaco, y se emplea suficiente cantidad de dióxido de carbono líquido para sa-

turar de modo completo el tabaco. Generalmente esto comprenderá utilizar alrededor de 1 a 10 partes en peso de dióxido de carbono líquido por cada parte de tabaco. El dióxido de carbono líquido en exceso dará pérdidas pero desarrollará servicio. La temperatura del tabaco, durante el contacto con dióxido de carbono líquido, deberá ser al menos de -2°C y no deberá ser mayor de 31°C . Si bien los inventores no desean quedar ligados a ninguna teoría particular, creen que las condiciones del contacto entre el tabaco y el dióxido de carbono líquido, de acuerdo con el presente invento, son tales que la humedad no fijada en el tabaco no es congelada después del contacto, ya que esto impediría una saturación apropiada del tabaco por el dióxido de carbono, y que la temperatura del tabaco en el recipiente es mantenida en un nivel de -2°C o por encima de la misma o es llevada a este nivel en el espacio de 2 a 4 minutos después de la introducción del dióxido de carbono en el tabaco. Por lo tanto, se cree que es deseable tener condiciones con las cuales haya una retención simultánea de la totalidad o sustancialmente de la totalidad de la humedad no fijada que está presente en el tabaco en forma líquida. Se cree que manteniendo condiciones tales que no se forme hielo mientras que el dióxido de carbono líquido se encuentra en contacto con el tabaco, se asegura una pe-

netración adecuada en el tabaco por parte del dióxido de carbono líquido.

5 No deberá permitirse durante esta etapa de impregnación, que la temperatura del dióxido de carbono líquido exceda de aproximadamente 31°C, ya que éste debe estar en su estado líquido para ser eficaz.

10 La presión durante la etapa de puesta en contacto es mantenida preferiblemente en alrededor de 42 a 63 kg/cm² manométricos mediante calentamiento del recipiente, utilizando serpentines calefactores o elementos similares.

El tabaco y el dióxido de carbono pueden ser mantenidos en contacto en tales condiciones durante un período de tiempo de 0,5 a 60 minutos.

15 Después de que se ha permitido que el dióxido de carbono líquido sature el tabaco, generalmente durante un período de tiempo total de desde aproximadamente 0,5 a 60 minutos y preferiblemente de desde aproximadamente 2 a aproximadamente 4 minutos, cualquier exceso
20 de dióxido de carbono líquido que pueda estar presente es evacuado del recipiente, preferiblemente mientras se mantienen las condiciones de temperatura y presión en los mismos niveles que existen durante la etapa de puesta en contacto.

25 Luego, la presión en el recipiente es reduci-

da, ventilando y retirando los gases, con el fin de llevar el contenido del recipiente a la presión atmosférica. Esta ventilación deberá requerir de 0,75 a 50 minutos, dependiendo del tamaño del recipiente, pero preferiblemente no exigirá más de 3 minutos, después de lo cual la temperatura en el recipiente estará entre aproximadamente -85 y -95°C y el dióxido de carbono líquido existente en el tabaco será convertido en dióxido de carbono sólido. La presión no necesita ser reducida a la atmosférica, sino que sólo necesita ser disminuida por debajo de aproximadamente $4,2 \text{ kg/cm}^2$ manométricos. Evidentemente, esto no resulta tan preferible desde un punto de vista comercial.

Después de que el dióxido de carbono existente dentro del tabaco es convertido en su forma sólida, el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido es expuesto luego a condiciones de expansión sometiendo el producto tratado a calor o a energía equivalente, con el fin de evaporar y eliminar el dióxido de carbono sólido desde el tabaco. Esto puede comprender la utilización de superficies calientes, o de una corriente de aire caliente, de una mezcla de gas y vapor de agua, o la exposición a otros manantiales de energía tal como energía radiante de microondas o radiación de infrarrojos. Un método conveniente de expandir el tabaco que

5 contiene dióxido de carbono sólido consiste en colocarlo o arrastrarlo en una corriente de gas caliente, tal como vapor de agua recalentado o colocarlo en una corriente de aire turbulento mantenida, por ejemplo, a una temperatura de desde aproximadamente 150°C a aproximadamente 260°C (tan baja como 100°C y tan alta como 370°C), durante un período de tiempo de aproximadamente 0,2 a 10 segundos. El tabaco impregnado puede ser calentado también colocándolo sobre una cinta transportadora en movimiento y exponiéndolo a calentamiento por infrarrojos, 10 por exposición en un secador ciclónico, por contacto en una torre con vapor de agua recalentado, o con una mezcla de vapor de agua y aire, o por medios similares. Cualquiera de dichas de puesta en contacto no deberá elevar la temperatura de la atmósfera, con la que se encuentra en contacto el tabaco, hasta más de aproximadamente 370°C, 15 y preferiblemente deberá ser de aproximadamente 100°C hasta aproximadamente 300°C, y del modo más preferible de 150°C a 260°C cuando se lleva a cabo a la presión 20 atmosférica.

Tal como es bien sabido en el tratamiento de cualquier material orgánico, un calentamiento excesivo puede causar deterioro o daño, en primer término para el color, tal como un oscurecimiento indebido y, finalmente, hasta el extremo de producir carbonización. La 25

temperatura necesaria y suficiente y el tiempo de exposición asimismo necesario y suficiente para la expansión sin que se produzca dicho daño es una función de estas dos variables así como del estado de subdivisión del tabaco. Por lo tanto, para evitar un daño indeseable en la etapa de calentamiento, el tabaco impregnado no deberá ser expuesto a niveles de temperatura más elevados, por ejemplo a 370°C, más que durante unas cuantas décimas de segundo.

Un método para provocar la expansión de las células del tabaco consiste en utilizar los métodos de radiación descritos en las patentes de los Estados Unidos 3.409.022 o 3.409.027. Otro método implica la utilización de una pistola de aire caliente tal como la pistola de aire caliente de Dayton o un aparato equivalente, que trabaja con una temperatura del aire de salida de 190-344°C durante un período de tiempo desde aproximadamente 0,2 segundos a 4 minutos, estando establecidos, desde luego, los tiempos más cortos para las temperaturas más elevadas. En esta operación, el tabaco jamás alcanza una temperatura por encima de alrededor de 140°C, siendo enfriado por el rápido desprendimiento de gases. La presencia de vapor de agua durante el calentamiento ayuda a obtener resultados óptimos.

Otro sistema, preferido de modo usual, consis-

te en utilizar un secador por dispersión, por ejemplo uno que es alimentado con vapor de agua sólo o con éste en combinación con aire. Un ejemplo de tal secador es el secador por dispersión de Proctor & Schwartz PB. La temperatura en el secador puede oscilar desde aproximadamente 121 a 371°C con un tiempo de contacto en el secador de aproximadamente 4 minutos a la temperatura más baja hasta aproximadamente 0,1 a 0,2 segundos a la temperatura más elevada. En general, se utiliza un tiempo de contacto de 0,1 a 0,2 segundos cuando la temperatura del gas caliente es de 260-315°C o algo más elevada. Como arriba se ha indicado, pueden utilizarse otros tipos conocidos de medios de calefacción, siempre que éstos sean capaces de hacer que el tabaco impregnado se expanda sin un oscurecimiento excesivo. Deberá hacerse observar que cuando está presente un elevado porcentaje de oxígeno en los gases calientes, éste contribuirá al oscurecimiento, de manera que si se emplea una mezcla de vapor de agua y gas caliente, se prefiere una elevada proporción (por ejemplo superior a 80% en volumen) de vapor de agua. La presencia de una atmósfera de vapor de agua en 20% o más de la composición total de gas caliente ayuda a obtener la mejor expansión.

El presente procedimiento se puede llevar a cabo en diversas formas de realización específicas de

aparatos de las cuales se efectuará posteriormente una descripción detallada en esta memoria descriptiva.

5 Es importante que el aparato en el que el tabaco que contiene dióxido de carbono líquido es convertido en tabaco que contiene dióxido de carbono sólido es capaz de contener gases a presiones elevadas, tan altas como de 70 kg/cm^2 manométricos o mayores. Este recipiente es empleado preferiblemente para el contacto inicial del dióxido de carbono líquido con el tabaco; no
10 obstante, dicho contacto podría efectuarse en un recipiente separado, si se desease, y el tabaco que contiene dióxido de carbono líquido podría ser colocado luego en el recipiente de presión. Puede haber numerosas disposiciones del recipiente de presión. No obstante, deberá haber preferiblemente una entrada provista con válvula desde un manantial de dióxido de carbono líquido y una salida provista con válvula en el fondo del recipiente, con lo cual se puede evacuar el líquido; podría agregarse una segunda salida provista con válvula cerca de
15 la parte superior, para la ventilación o evacuación y podría ser introducida, si se desease, como parte de la conducción de entrada colocada entre el recipiente y la válvula de entrada. Se necesitan unos medios para calentar el recipiente, tales como serpentines calefactores
20 externos. El hecho de soportar el recipiente sobre una
25

pila o celda piezoeléctrica simplifica grandemente la dosificación de la carga de dióxido de carbono. Un recipiente suplementario, equipado de modo similar, con medios pesadores y serpentines calefactores, es ventajoso, si bien no esencial, ya que permite calentar previamente una carga de dióxido de carbono líquido desde su baja temperatura de almacenamiento usual de -20°C (que puede estar a aproximadamente $15,05 \text{ kg/cm}^2$ manométricos). Esta disposición ayuda a evitar la formación de dióxido de carbono sólido al cargar el recipiente principal, y acorta el tiempo durante el que el tabaco puede ser mantenido por debajo del punto de congelación de su humedad. En trabajo, el material de relleno puede ser colocado en el recipiente de presión principal en un elemento de sostén apropiado, tal como una cesta de alambre, suspendido por encima del fondo del recipiente. El recipiente cerrado puede luego ser purgado con dióxido de carbono gaseoso y las salidas pueden ser cerradas, luego se puede introducir dióxido de carbono líquido del almacenamiento, por ejemplo, a $17,5 \text{ kg/cm}^2$ manométricos, en una cantidad suficiente para cubrir a todo el tabaco presente en el recipiente. La temperatura es aumentada sin retardo, a saber en el espacio de 3 a 20 minutos, por los medios calefactores, por ejemplo serpentines calefactores, para llevar al tabaco a una temperatura de al me

nos -2°C , pero menor de 31°C (la temperatura crítica del dióxido de carbono) y este estado es mantenido preferiblemente durante 1 a 20 minutos al tiempo que tiene lugar la impregnación. Luego el dióxido de carbono líquido en exceso es evacuado abriendo la salida inferior del recipiente hacia un depósito apropiado o sistema de evacuación similar y, cuando se ha retirado todo el líquido en exceso desde el recipiente, dicho recipiente es ventilado hasta la presión atmosférica. El tabaco, que contendrá ahora generalmente de alrededor de 5 a 25% de dióxido de carbono sólido en peso, es sometido luego a una operación para volatilizar el dióxido de carbono sólido, preferiblemente retirando del recipiente el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido y haciéndolo pasar a través de uno cualquiera de varios sistemas de calentamiento rápido existentes, para lograr la expansión. Tal como se ha indicado con anterioridad en la memoria descriptiva, son máximamente satisfactorios para este procedimiento de expansión sistemas que proporcionan un contacto rápido y turbulento con el gas o vapor caliente. Con un control apropiado de la temperatura y del tiempo de exposición, el producto puede ser recuperado en el estado expandido con un contenido de humedad deseado, tal como de 8 a 12 %, de modo que se requiere poca o ninguna reordenación, tal como ocurre con productos procedentes de muchos procedimientos de expansión.

Formas de realización representativas de aparatos que pueden utilizarse en la práctica del presente invento se describen en los dibujos, en los cuales:

5 La figura 1 es una vista en alzado con porciones suprimidas de una forma de aparatos en la que puede ser expandido tabaco de acuerdo con los principios del presente invento.

La figura 2 es una vista en sección tomada a lo largo de la línea II-II de la figura 1.

10 La figura 3 es una vista en alzado de una cesta de alambre en la que puede ser alojado tabaco, estando alojada la cesta a su vez dentro del aparato mostrado en la figura 1.

15 Las figuras 4 y 4a son vistas en alzado, respectivamente frontales y terminales, y describen una forma algo diferente de un aparato en el que el recipiente de presión está montado para girar alrededor de un eje fijo con el fin de facilitar un mezclado íntimo del dióxido de carbono líquido y del tabaco durante la impregnación, así como la evaporación del dióxido de carbono sólido durante la expansión del tabaco.

20 La figura 5 es una forma alternativa adicional de un aparato en el que una unidad mezcladora está incorporada en el recipiente de presión con el fin de facilitar una distribución uniforme del dióxido de carbono

líquido y un mezclado íntimo del mismo con el tabaco, estando provisto el árbol del mezclador además con un pasaje central y con lumbreras de distribución para el suministro de vapor de agua y de aire caliente a su través durante la operación de expansión.

A todo lo largo de la siguiente descripción, se utilizan número de referencia iguales para designar partes iguales en los dibujos.

Refiriéndose ahora a las figuras 1 a 3, se describe una forma de aparato 10 en el que puede ser expandido tabaco de acuerdo con los principios del presente invento. El aparato 10 incluye un recipiente de presión 12 equipado con una cubierta articulada con bisagra 14 en la parte superior, y provista además con conexiones provistas con lumbreras 16 y 18 cerca de la parte superior así como conducciones de entrada y de salida 20 y 22 respectivamente en la parte inferior, las cuales conexiones provistas con lumbreras y las cuales conducciones permiten purgar el interior del recipiente 12 con un medio gaseoso así como introducir y retirar dióxido de carbono líquido desde el mismo. El tabaco que ha de ser expandido puede ser cargado en los miembros de jaula 24 (figura 3), y las jaulas 24 están dispuestas a su vez alojadas de modo desmontable en una estructura de bastidor 26 apropiada, dentro del recipiente 2 en cualquier

disposición conveniente, tal como por ejemplo en la agrupación circular descrita en la figura 2. Luego la cubierta 14 es cerrada estancamente sobre el recipiente 12. El interior del recipiente puede ser purgado luego de cualquier residuo gaseoso existente en el mismo, mediante la ayuda de dióxido de carbono gaseoso que fluye a través de la entrada dentro de la conducción 20 y de la salida a través de la lumbrera 16. La conducción 18 y las lumbreras 16, 18 son luego cerradas y el recipiente es llenado con dióxido de carbono líquido a través de la conducción 16, siendo llenada la unidad hasta que el tabaco contenido en la jaula 24 esté completamente sumergido en el dióxido de carbono líquido, siendo cerrada luego la conducción 16. La presión existente en el interior del recipiente es llevada a un margen de presiones deseado, por ejemplo dentro del margen de 31,5 a 59,5 kg/cm² manométricos. Después de un período de difusión y de impregnación apropiado, el dióxido de carbono líquido es evacuado del recipiente (a través de la conducción 22) y el interior del recipiente es ventilado a la atmósfera abriendo la lumbrera 18, para convertir de este modo el dióxido de carbono líquido que queda en el tabaco a un estado sólido. Una mezcla de vapor de agua o de aire caliente es hecha circular luego a través de la conducción 22 con ventilación continua a través de la lumbrera 18 para efectuar la

tacto con la superficie de pared interior 54 calentada.

La figura 5 describe otra forma adicional del aparato 70, que incluye un recipiente de presión 72 alargado, preferiblemente dispuesto en posición horizontal, 5 equipado con un cierto número de lumbreras 74, 76, 78, 80 utilizadas en conexión con el purgado y el suministro y la retirada de dióxido de carbono líquido, una compuerta de llenado 82 y una compuerta de retirada 84, a través de la cual puede ser movido el tabaco fuera del recipiente después de la expansión. 10

Dispuestos en el exterior alrededor de la periferia del recipiente de presión 72, se encuentran una serie de serpentines calefactores 86, que pueden ser utilizados en conjunción con el aumento de la presión del dióxido de carbono líquido, pero más particularmente para mantenerlo a una temperatura entre aproximadamente 15 -2°C y 31°C durante la impregnación. El recipiente 72 está provisto también con medios mezcladores 90 en la forma de un árbol 92 dispuesto axialmente y alargado, que 20 lleva una disposición de paletas mezcladoras 94, estando provisto el árbol además con un pasaje central 96 y una serie de pasajes 98 conectados y dirigidos radialmente, que comunican con la superficie exterior del árbol. El tabaco es introducido a través de la compuerta de llenado 25 82, y después de haber llenado el recipiente con tabaco,

la compuerta es cerrada. Luego el interior del recipiente 72 es purgado con dióxido de carbono gaseoso a través de las lumbreras 76 y 80. Después de purgar se introduce dióxido de carbono líquido a través de la lumbrera 80 y hasta que se alcanza una presión apropiada (por ejemplo de 42 kg/cm² manométricos). Luego, el árbol 92 es hecho girar para facilitar el logro de un mezclado íntimo del tabaco y del dióxido de carbono líquido. Después de un tiempo de contacto apropiado se detiene el mezclado y el dióxido de carbono líquido es evacuado del recipiente a través de la lumbrera 78, y después de esto el interior del recipiente es ventilado a la atmósfera, por ejemplo a través de la lumbrera 74, para convertir a forma sólida el dióxido de carbono líquido que queda en el tabaco. Luego se introduce vapor de agua y/o aire caliente a través del pasaje central 92 y de los ramales radiales 98 del árbol para efectuar la expansión del tabaco. Además de ello, el árbol es hecho girar para facilitar el contacto del tabaco impregnado con el vapor de agua y/o con aire caliente. Después de completarse la operación de expansión, el tabaco es retirado a través de la compuerta 84.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos:

EJEMPLO 1

Diez kilogramos de partículas de tabaco bri-

llante de tamaño de relleno normal, que tienen un contenido de humedad de aproximadamente 12% en peso, fueron colocadas en una jaula de alambre y ésta fue colocada en un recipiente de presión. Luego el recipiente fue

5 purgado haciendo circular dióxido de carbono gaseoso a través del mismo a la temperatura ambiente durante un período de tres minutos, después de lo cual se introdujo dióxido de carbono líquido dentro del recipiente procedente de un recipiente de presión, en donde había sido

10 mantenido a una presión de aproximadamente 14 kg/cm² manométricos y a una temperatura de -18°C. Se utilizó suficiente cantidad de dióxido de carbono líquido para cubrir la muestra de tabaco. Esto comprendía aproximadamente 30 kilogramos de dióxido de carbono líquido por

15 cada kilogramo de tabaco. Luego la presión existente en el recipiente fue aumentada desde 21 kg/cm² manométricos hasta aproximadamente 49 kg/cm² manométricos calentando el recipiente hasta una temperatura de 14°C, y seguidamente esta presión fue mantenida durante alrededor de tres minutos. El exceso de dióxido de carbono líquido fue eliminado desde el tabaco evacuándolo del

20 tabaco, y el gas existente en el recipiente fue ventilado rápidamente desde el recipiente (tiempo de ventilación 45 segundos), con lo cual se formó dióxido de carbono sólido en la estructura de tabaco. Se tomaron dos

25

muestras del tabaco tratado. La primera muestra (aproximadamente cinco kilogramos) fue calentada en una torre con aire caliente a 220°C. La segunda muestra (aproximadamente cinco kilogramos) fue calentada en una torre
5 con vapor de agua recalentado a una temperatura de 220°C.

En cada una de ellas se midió el porcentaje de materiales volátiles de horno (% de V.H.). Esto es una medida del contenido de humedad más una fracción secundaria de otros componentes, y es determinado del siguiente modo: V.H. % = $\frac{\text{Pérdida de peso de la muestra después de 3 horas a } 100^{\circ}\text{C}}{\text{Peso de la muestra}}$
10

El poder de relleno de cada muestra fue determinado asimismo, en forma de $\text{cm}^3/10 \text{ g}$ por el siguiente método: 10 g de relleno son colocados en un cilindro graduado y son sometidos a una carga conocida de 1860 g. El volumen después de depresión es medido como un reflejo del poder de relleno del material de relleno tal como se utiliza en cigarrillos. Un testigo, que consiste en 10 g de partículas de tabaco no tratadas, tomadas de la misma tanda de partículas de tabaco brillante que el kilogramo de partículas de tabaco fue tratado tal como
15
20 arriba se describe.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

25

27.10.74

<u>Muestra</u>	<u>Poder de relleno</u> <u>cm³/10 gramos</u>	<u>% de V. H.</u>	<u>Poder de relleno</u> <u>corregido con</u> <u>12% de V.H.</u>
Testigo	33	13,2	38
A 220°C	78	8,3	51
Vapor de agua reca- lentado	97	8,5	71

Se observará a partir de los datos que anteceden, que la expansión debida a la evaporación de dióxido de carbono fue considerable, y que la baja pérdida de V.H. disminuye la necesidad de una etapa de reordenación del tabaco antes de utilizarlo en un producto para fumar, y que parece necesario vapor de agua recalentado para obtener la mejor expansión posible.

EJEMPLO 2

Cinco kilogramos de material de relleno de tabaco brillante, que tiene un contenido de humedad de 12% en peso, fueron impregnados con dióxido de carbono líquido tal como se describe en el Ejemplo 1. Una muestra de dos kilogramos del tabaco tratado fue expandida mediante un flujo de vapor de agua saturado (a 160°C) tal como se describe en el Ejemplo 1. Muestras de un kilogramo del material de relleno no expandido (testigo) y del material de relleno expandido con dióxido de carbono, fueron evaluadas en cuanto

a humedad (V. H.) como en el Ejemplo 1.

Los resultados del análisis se indican seguidamente:

	<u>Análisis</u>	<u>Muestra testigo</u>	<u>Muestra de ensayo expandida con dióxido de carbono</u>
5	Humedad (V.H.)	12,5%	12,5%
	Alcaloides totales *	2,1%	1,9%
	Azúcares reductores *	12,1%	11,8%

10 * Análisis por el método descrito en "Tobacco Science", volumen 13, páginas 13-15 (1969).

15 Se verá que el material de relleno expandido con dióxido de carbono muestra poco cambio con respecto al testigo, y que la composición original del tabaco es conservada esencialmente durante el proceso de expansión.

EJEMPLO 3.

20 Una serie de muestras de 10 kilogramos de material de relleno de tabaco brillante que tenía un contenido de humedad de 12% en peso, fueron impregnadas con dióxido de carbono líquido tal como se describe en el Ejemplo 1, a presiones que variaban de 28 a 63 kg/cm² manométricos. El relleno impregnado fue calentado en una torre con vapor de agua recalentado a 270°C.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

25

	<u>Presión</u> <u>kg/cm² ma</u> <u>nométricos</u>	<u>% de V.H.</u>	<u>Poder de relleno</u> <u>no cm³/10 gramos</u>	<u>Poder de relleno</u> <u>corregido con</u> <u>12% de V. H.</u>
	28	8,9	61,1	43,3
5	35	8,6	69,3	45,9
	42	6,4	104,5	65,4
	49	6,0	114,8	68,0
	56	6,5	130,8	72,5
	63	6,4	130,9	71,2

10

Puede observarse que, para el fin de obtener un producto óptimo, la presión durante la impregnación deberá ser superior a 42 kg/cm² manométricos y preferiblemente superior a 49 kg/cm² manométricos.

15

EJEMPLO 4.

20

Otra serie de muestras de tabaco brillante fueron impregnadas como en el Ejemplo 1. El tiempo de ventilación (tiempo de liberación y disminución de la presión gaseosa) fue aumentado gradualmente desde 49 segundos hasta 420 segundos. El material de relleno impregnado fue calentado en una torre mediante vapor de agua recalentado a 270°C. Los resultados se especifican seguidamente.

25

	<u>Tiempo de ventila-</u> <u>ción, segundos</u>	<u>% de V.H.</u>	<u>Poder de relle-</u> <u>no a la salida d</u> <u>de la torre V.H.</u> <u>cm³/10 gramos</u>	<u>Poder de relle-</u> <u>no corregido</u> <u>con 12% de</u> <u>V. H.</u>
5	49	3,8	121,2	65,5 (±3,6)
	65	4,0	116,5	69,2
	148	4,1	95,9	60,0
	195	4,4	112,7	72,1
	247	4,2	101,4	61,6
10	420	4,6	116,7	67,7

Los resultados indican que la velocidad de disminu-
ción de presión no afecta a la calidad del producto.

EJEMPLO 5.

15

Una tercera serie de muestras de material de relleno
de tabaco brillante fueron impregnadas como en el Ejemplo 1.
Los tiempos de impregnación y difusión (tiempo de contacto
del material de relleno con el dióxido de carbono líquido)
fueron hechos variar desde 60 segundos hasta 869 segundos. El
material de relleno impregnado fue calentado en una torre con
vapor de agua recalentado a 270°C, con una velocidad del gas de
30 metros por segundo.

20

Se obtuvieron los siguientes resultados.

25

Tiempo de impregnación, segundos	% de V. H.	Poder de relleno a la salida de la torre V.H. $\text{cm}^3/10$ gramos	Poder de relleno no corregido con 12% de V.H.
60	3,5	109, 3	59,7
180	4,2	110, 0	62,1
300	3,0	112, 1	60,0
600	3,2	117, 3	62,2
869	3,6	111, 4	60,9

10 Puede observarse de los datos antedichos que la expansión del material de relleno impregnado con dióxido de carbono no es cambiada por la duración del contacto con dióxido de carbono líquido durante la etapa de impregnación.

15 En otra serie, de ensayos se hicieron variar las humedades de entrada desde 8% a 19% de V.H., y el relleno fue impregnado como en el Ejemplo 1. El relleno impregnado fue calentado en una torre a 240°C, con una velocidad del gas de 30 m/segundo, en una atmósfera de vapor de agua saturado.

20 Se obtuvieron los siguientes resultados:

25

27.10.74

	<u>% de V.H. a la entrada</u>	<u>Poder de relleno cm³/10 gramos</u>	<u>% de V.H.</u>	<u>Corrección a 12% de V.H. cm³/10 gramos</u>
	8,0	57,1	5,8	37,2
5	11,5	97,7	7,4	63,6
	13,4	127,6	7,8	67,3
	16,5	124,9	7,6	71,2
	17,2	115,4	8,0	73,2
	19,0	93,3	9,6	67,3

10

Los resultados indican que la humedad a la entrada del material de relleno deberá ser superior a 8%, y que las humedades de 13 a 19% son beneficiosas para obtener una buena expansión con una buena humedad a la salida de la torre, de manera que se requiere menos "reordenación" (rehumidificación).

15

Se llevó a cabo también el siguiente experimento.

EXPERIMENTO 1.

20

Un kilogramo de material de relleno cortado brillante con 12% de V.H. fue impregnado con dióxido de carbono gaseoso a una presión de 63 kg/cm² manométricos. Después de un tiempo de equilibrado de 10 minutos, el gas fue ventilado a la atmósfera y se retiró la muestra. Una porción del material de relleno fue calentada a 66°C en una

25

corriente de aire a baja velocidad. Una segunda porción fue dejada llegar a las condiciones de temperatura ambiente (21°C). Los resultados se enumeran más abajo.

	<u>Temperatura</u>	<u>Poder de relleno</u> <u>cm³/10 gramos</u>	
5			
	Muestra 1	66°C	37
	Muestra 2	21°C	34
	Testigo	--	32

10

Los resultados indican que la inmersión del material de relleno en el dióxido de carbono líquido parece ser necesaria y que la oclusión de dióxido de carbono bajo presión seguida por la liberación y disminución de la presión no ejerce suficiente fuerza para efectuar la expansión.

15

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, el 12 de Febrero de 1974, bajo el Nº 441.767, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

25

27.10.74

REIVINDICACIONES

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

1.^a.- Un procedimiento para expandir tabaco, que comprende impregnar el tabaco con un agente de expansión volatilizable y luego calentar el tabaco impregnado para eliminar dicho agente de expansión, con lo cual se expande el tabaco, caracterizado porque el agente de expansión con el cual se pone en contacto el tabaco para impregnarlo es dióxido de carbono mantenido en forma líquida bajo presión, manteniéndose la temperatura del tabaco durante su impregnación en un valor no inferior a aproximadamente -2°C , quitándose la presión de dicho dióxido de carbono líquido al completarse la impregnación del tabaco con él, para convertir el dióxido de carbono líquido que impregna el tabaco en dióxido de carbono sólido antes que el tabaco im

pregnado sea sometido a calentamiento para vaporizar el dióxido de carbono y provocar la expansión del tabaco.

5 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque durante el contacto del tabaco con dicho dióxido de carbono líquido, el dióxido de carbono líquido se mantiene a una presión de entre 34,3 y 63,42 kg/cm².

10 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª ó 2ª, caracterizado porque el tabaco contiene de 8% a 50% en peso de agua, y se pone en contacto con al menos 1 parte en peso, por parte de tabaco, de dióxido de carbono líquido durante la impregnación.

15 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª ó 3ª, caracterizado porque el tabaco se pone en contacto con dicho dióxido de carbono líquido, durante un período de 0,5 a 10 minutos y porque durante tal período el dióxido de carbono líquido se encuentra a una temperatura entre 5°C y 31°C, y porque el dióxido de carbono sólido que contiene tabaco se calienta a una temperatura de 100°C a 360°C durante un período de 0,2 a 20 segundos mientras se encuentra a una presión de 0 a 0,7 kg/cm².

25 5ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 3ª ó 4ª, caracterizado porque el tabaco se pone en con-

tacto con 5 a 10 partes en peso de dióxido de carbono líquido por parte de tabaco.

6ª.- Un procedimiento para expandir tabaco.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

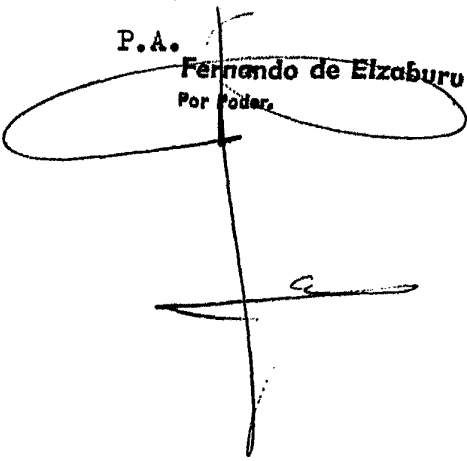
Esta Memoria consta de cuarenta y una hojas escritas a máquina por una sola cara.

10

Madrid, 10. MAY 1976

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.

A large, stylized handwritten signature or scribble is drawn over the typed name and extends downwards. It consists of a large loop at the top, a vertical line, and a horizontal line at the bottom.

19-4-76
EBL/JAR.

P58772

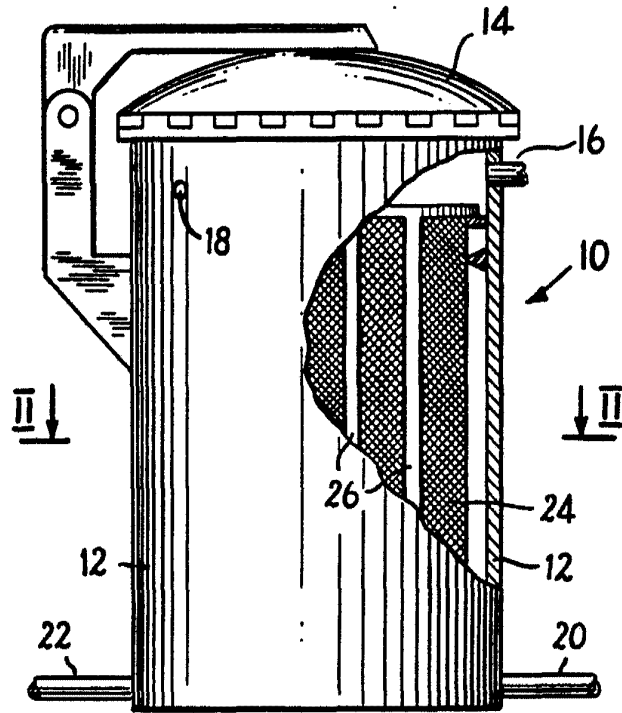


FIG. 1

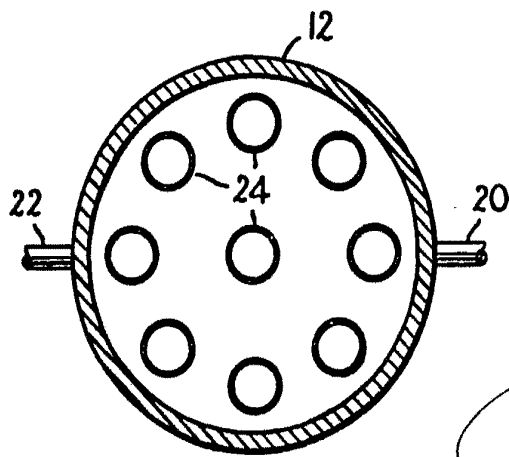


FIG. 2

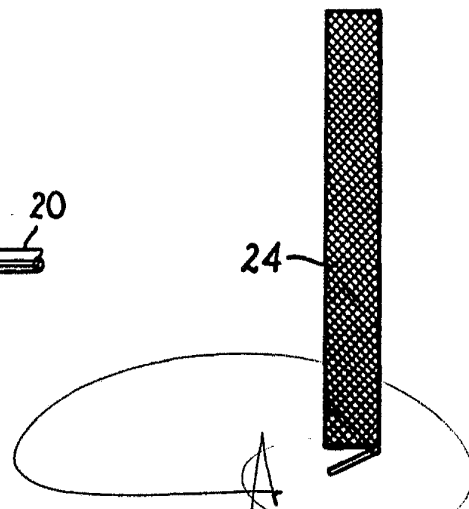


FIG. 3

Fernandez
Per Fournes

958772

FIG. 4

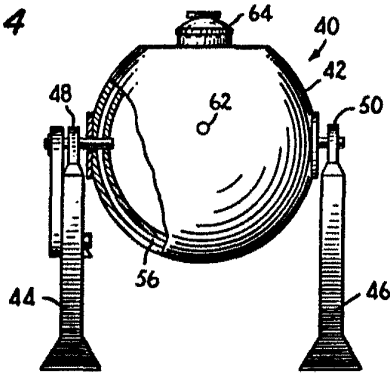


FIG. 4a

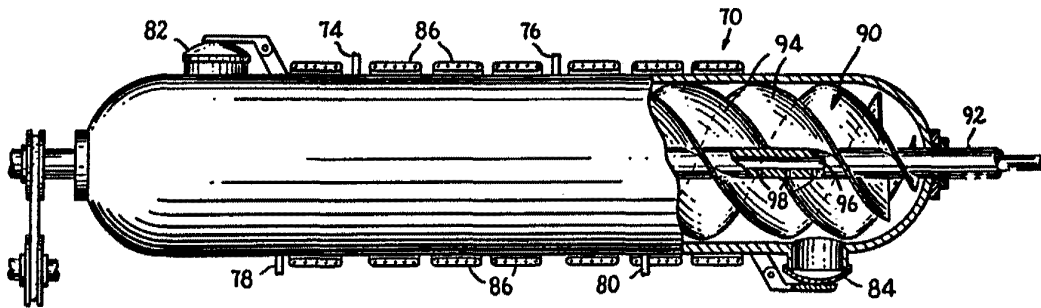
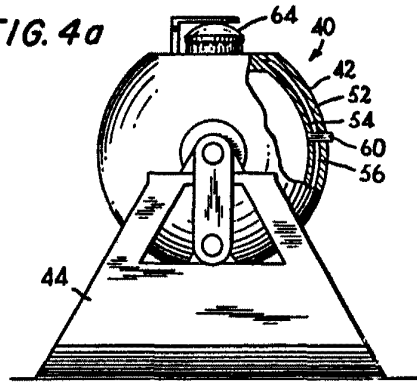


FIG. 5

