



ESPAÑA

(10) ES	(11) NUMERO 472.412	(10) A1
	(21) FECHA DE PRESENTACION 7-8-1978	

**PATENTE DE INVENCION**

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
<del>NO REGISTRADA ESTA PRIORIDAD - NO REGISTRADA ESTA PRIORIDAD - NO REGISTRADA ESTA PRIORIDAD</del>		
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL A 24 B	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(54) TITULO DE LA INVENCION "UN METODO MEJORADO DE EXPANDIR TABACO"		
(71) SOLICITANTE (S) PHILIP MORRIS INCORPORATED (582-876 Spain)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE 100 Park Avenue, Nueva York, Nueva York 10017, EE.UU.		
(72) INVENTOR (ES) Larry M. Sykes y Ray G. Snow		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-69.687)		

jga

Se han propuesto varios procedimientos para expandir tabaco. Por ejemplo, se ha puesto en contacto el tabaco con un gas bajo una presión algo superior a la atmosférica, seguido por un cese de la presión, con lo que las células del tabaco se expanden aumentando el volumen del tabaco tratado: Otros métodos que se han empleado o sugerido han incluido el tratamiento de tabaco con varios líquidos, tales como agua o líquidos orgánicos relativamente volátiles, para impregnar el tabaco con los mismos, tras lo cual los líquidos se expulsan para expandir el tabaco. Otros métodos adicionales que se han sugerido han incluido el tratamiento del tabaco con materiales sólidos que, cuando se calientan, se descomponen produciendo gases que sirven para expandir el tabaco. Otros métodos incluyen el tratamiento del tabaco con líquidos que contienen gases, tales como agua que contiene dióxido de carbono, bajo presión, para incorporar el gas al tabaco, y cuando el tabaco impregnado con ellos se calienta o se reduce la presión sobre el mismo, se expande el tabaco. Se han desarrollado técnicas adicionales para expandir tabaco que implican el tratamiento del tabaco con gases que reaccionan formando productos sólidos de reacción química en el tabaco, productos sólidos de reacción que pueden descomponerse después por calor produciendo gases en el tabaco que causan la expansión del tabaco al desprenderse. Más específicamente:

Una patente concedida a Wilford J. Hawkins en 1931, la patente de los EE.UU. nº 1.789.435, describe un método y un aparato para expandir el volumen del tabaco para compensar la pérdida de volumen causada por el curado de la hoja de tabaco. Para conseguir este fin, el tabaco

curado y acondicionado se pone en contacto con un gas, que puede ser aire, dióxido de carbono o vapor de agua, bajo una presión de alrededor de  $1,4 \text{ kg/cm}^2$ , y la presión se cesa después, con lo que el tabaco tiende a expandirse. La patente indica que el volumen del tabaco puede aumentarse, por tal procedimiento, en una magnitud de alrededor de 5 a 15%.

Un documento de custodia de propiedad ajena, nº 304.214, concedido a Joachim Bohme, fechado en 1943, indica que el tabaco puede expandirse usando un generador de alta frecuencia, pero que hay limitaciones en el grado de expansión que puede lograrse sin afectar a la calidad del tabaco.

Una patente concedida en 1952 a Frank J. Sowa, la nº 2.596.183 de los EE.UU., describe un método para aumentar el volumen de tabaco picado añadiendo agua adicional al tabaco para hacer que éste se hinche, y calentando después el tabaco que contiene humedad, con lo que la humedad se evapora y el vapor de humedad resultante causa la expansión del tabaco.

Una serie de patentes concedidas en 1968 a Roger Z. de la Burde, las patentes de los EE.UU. 3.409.022, 3.409.023, 3.409.027 y 3.409.028, se refieren a varios procedimientos para mejorar la utilidad de los tallos de tabaco para uso en productos para fumar sometiendo los tallos a operaciones de expansión, empleando varios tipos de tratamiento térmico o energía de microondas.

Una patente concedida en 1969 a John D. Hind, la patente de los EE.UU. nº 3.425.425, que está cedida al mismo cesionario que el de la presente invención, se refiere

re al uso de hidratos de carbono para mejorar el hincha-  
miento de tallos de tabaco. En ese procedimiento, se embe-  
ben tallos de tabaco en una disolución acuosa de hidratos  
de carbono y después se calientan para hinchar los tallos.  
5 La disolución de hidratos de carbono puede contener tam-  
bién ácidos orgánicos y/o ciertas sales que se usan para  
mejorar las cualidades de aroma y formación de humo de los  
tallos.

Una publicación en el "Tobacco Reporter" de  
10 noviembre de 1969, por P. S. Meyer, describe y resume pro-  
cedimientos de expansión o hinchamiento de tabaco, o inves-  
tigaciones para expandir y manipular el tabaco con fines  
de reducir costes, y también como medio de reducir el con-  
tenido de "alquitrán" por reducción en la producción de  
15 humo. En esta publicación se menciona el hinchamiento de  
tabaco por diferentes procedimientos, que incluyen el uso  
de hidrocarburos halogenados, una operación a baja presión  
o a vacío, o el tratamiento con vapor a alta presión, que  
causan la expansión de la hoja desde el interior de la cé-  
20 lula cuando cesa repentinamente la presión exterior. Tam-  
bién se cita en esta publicación la liofilización del ta-  
baco, que puede emplearse también para lograr un aumento  
de volumen.

Desde que se publicó el artículo antes cita-  
25 do en el "Tobacco Reporter", se han descrito varias técni-  
cas de expansión de tabaco, incluyendo algunas de las téc-  
nicas descritas en el artículo, en patentes y/o sollicitu-  
des de patente publicadas. Por ejemplo, la patente de  
los EE.UU. 3.524.452, de Glenn P. Moser y otros, y la pa-  
30 tente de los EE.UU. 3.524.451, de James D. Frederickson,

-ambas expedidas en 1970, se refieren a la expansión del ta  
baco usando un líquido orgánico volátil, tal como un hidro  
carburo halogenado.

5 La patente de los EE.UU. nº 3.734.104, conce-  
dida a William M. Buchanan y otros, que está cedida al mis-  
mo cesionario que el de la presente invención, expedida en  
1973, se refiere a un procedimiento particular para la ex-  
pansión de tallos de tabaco.

10 La patente de los EE.UU. nº 3.710.802, de Wi-  
lliam H. Johnson, expedida en 1973, y la Memoria descripti-  
va de la Patente Británica 1.293.735, concedida a American  
Brands, Inc., publicada en 1972, se refieren ambas a méto-  
dos de liofilización para expandir tabaco.

15 Las solicitudes de patentes sudafricanas 70/  
/8291 y 70/8282, de R.J. Reynolds Tobacco Company, ambas  
presentadas en 1970, se refieren a la expansión de tabaco  
empleando compuestos químicos que se descomponen formando  
un gas, o con disoluciones inertes de un gas a presión pa-  
ra mantener el gas en disolución hasta que impregna el ta  
20 baco.

Una patente concedida a Robert G. Armstrong,  
la nº 3.771.533 de los EE.UU., expedida en 1973, que está  
cedida al mismo cesionario que el de la presente invención,  
25 implica un tratamiento de tabaco con dióxido de carbono y  
amoníaco gaseosos, con lo que el tabaco se satura con es-  
tos gases y se forma carbonato de amonio in situ. El car-  
bonato de amonio se descompone después por calor despren-  
diendo gases dentro de las células del tabaco y causando  
la expansión del mismo.

30 A pesar de todos los progresos de la técnica

antes descritos, no se ha encontrado un procedimiento completamente satisfactorio. La dificultad con las varias su gerencias anteriores para expandir el tabaco es que, en mu chos casos, el volumen sólo aumenta ligeramente, o en el  
5. mejor de los casos, moderadamente. Por ejemplo, las opera- ciones de liofilización tienen las desventajas de requerir un equipo complicado y costoso y unos costes de explota- ción importantes. Con respecto a la enseñanza de usar  
10 energía térmica, infrarroja o energía de microondas radian- te para expandir los tallos del tabaco, la dificultad es que mientras los tallos responden a estos procedimientos de calentamiento, no se ha encontrado en general que la hoja de tabaco responda de modo eficaz a este tipo de pro- ceso.

15 El uso de agentes de expansión especiales, por ejemplo hidrocarburos halogenados, tales como se mencio- nan en la publicación de Meyer para expandir tabaco, tam- poco es completamente satisfactorio, porque generalmente se requiere volatilizar estas sustancias o eliminarlas de  
20 otro modo una vez expandido el tabaco. Además, la intro- ducción, en concentración considerable, de materiales que son extraños al tabaco presenta el problema de eliminar el agente de expansión una vez completado el tratamiento, para evitar afectar al aroma y otras propiedades del humo,  
25 a causa de las sustancias extrañas usadas o desarrolladas de la combustión del tabaco tratado.

Tampoco se ha encontrado que sea eficaz el uso de agua carbónica.

30 Aunque el método en que se emplea amoníaco y dióxido de carbono gaseosos es una mejora con respecto a

los métodos antes descritos, no es completamente satisfactorio en ciertas circunstancias, porque puede darse una no deseada deposición de sales durante el proceso.

5 El dióxido de carbono se ha usado en la industria de alimentación como refrigerante y, más recientemente, se ha sugerido como extractor de aromas de alimentos. También se ha sugerido en la publicación de solicitud de patente alemana D.O.S. 2.142.205 (solicitada el 23 de agosto de 1971) para uso, bien en forma gaseosa o líquida, para extraer materiales aromáticos del tabaco. Sin embargo, no ha habido ninguna sugerencia, en relación con estos usos, del uso de dióxido de carbono líquido para la expansión de estos materiales.

15 Se ha encontrado que un procedimiento que emplea dióxido de carbono líquido evita muchas de las desventajas de los procedimientos antes citados de la técnica anterior. La expansión del tabaco usando dióxido de carbono líquido se describe en la Patente Belga nº 821.568, que corresponde a la Solicitud de Patente de los EE.UU. de nº de Serie 441.767 de de la Burde y otros, y cedida al mismo cesionario que la presente solicitud, y en la patente Belga nº 825.133, de Airco, Inc. Este procedimiento puede describirse como un procedimiento para expandir tabaco que comprende las operaciones de (1) poner en contacto el tabaco con dióxido de carbono líquido para impregnar el tabaco con el dióxido de carbono líquido, (2) someter el tabaco impregnado con dióxido de carbono líquido a condiciones tales que el dióxido de carbono líquido se convierte en dióxido de carbono sólido, y (3) someter después el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido a condi-

ciones con las que el dióxido de carbono sólido se vaporiza causando la expansión del tabaco. La presente invención implica modificaciones del procedimiento básico que le dan mejoras importantes.

5                    Esta invención se refiere en líneas generales a un procedimiento mejorado para expandir tabaco, e implica ciertas modificaciones del procedimiento básico para expandir tabaco, que comprende las operaciones de (1) poner en contacto tabaco con dióxido de carbono líquido para  
10                    someter el tabaco impregnado con dióxido de carbono líquido a condiciones tales que el dióxido de carbono líquido se convierte en dióxido de carbono sólido, y (3) someter después el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido  
15                    a condiciones en las que el dióxido de carbono sólido se vaporiza causando la expansión del tabaco. La presente invención se refiere, en una realización, a una mejora en el procedimiento básico que implica controlar el contenido de humedad del tabaco que se emplea en la primera operación del procedimiento básico. Una segunda realización  
20                    de la presente invención implica el drenaje del dióxido de carbono líquido en exceso, en condiciones controladas, después de la primera operación del procedimiento básico y antes de la segunda operación del procedimiento básico. La presente invención se refiere, en una tercera realización, a una mejora que implica controlar la humedad desprendida del producto que se recupera de la tercera operación del procedimiento básico. La presente invención se refiere además a varias combinaciones de las tres realiza-  
25                    ciones descritas antes y a un procedimiento global en el  
30

que se emplean las tres realizaciones de un modo que permite resultados excepcionalmente ventajosos.

5 Esta invención se refiere en general a mejoras en el procedimiento para expandir tabaco que emplea dióxido de carbono líquido como agente de expansión. La invención, en general, se refiere a un procedimiento para expandir tabaco empleando un sólo agente que está fácilmente disponible, es relativamente no costoso, no combustible y excepcionalmente eficaz, y más particularmente a la obtención de un producto de tabaco expandido de densidad sustancialmente reducida, producido impregnando tabaco a presión con dióxido de carbono líquido, convirtiendo in situ el dióxido de carbono líquido en dióxido de carbono sólido, lo que puede conseguirse reduciendo rápidamente la presión, y haciendo después que el dióxido de carbono sólido se vaporice y expanda el tabaco, lo que puede efectuarse sometiendo el tabaco impregnado a condiciones que general calor, energía radiante o una energía similar, que hacen que el dióxido de carbono sólido que está en el tabaco se vaporice rápidamente.

10

15

20

Para llevar a cabo el procedimiento de la invención se puede tratar, o bien hoja entera de tabaco curado, tabaco en forma cortada o picada, o partes seleccionadas del tabaco, tales como tallos de tabaco, o puede ser tabaco reconstituído. En forma triturada, el tabaco que ha de impregnarse puede tener un tamaño de partícula de desde alrededor de malla de 841 micras a 149 micras, pero preferiblemente no es menor de malla de alrededor de 595 micras. El material a tratar puede estar en forma relativamente seca, o puede contener el contenido natural de hu

25

30

medad del tabaco, o incluso más.

En general, el tabaco a tratar tendrá al menos alrededor de 8% de humedad (en peso) y menos de alrededor de 50% de humedad. Una mejora específica en el procedimiento, que es una realización de la presente invención, implica el descubrimiento de que el contenido de humedad del tabaco que se emplea en la primera operación del procedimiento ha de tener un valor desde alrededor de 17% a alrededor de 25%, dependiendo de la presión particular usada. Tal como se usa aquí, el contenido de humedad del tabaco puede llamarse "humedad de entrada" o bien "VE de entrada", y es aproximadamente equivalente a los volátiles en estufa (VE), ya que en general no más de alrededor del 0,9% en peso del tabaco es materiales volátiles distintos del agua. Se ha encontrado en la invención que, inesperadamente, empleando un VE de entrada en este intervalo, la primera operación del procedimiento puede realizarse más ventajosamente a presiones inferiores a las consideradas óptimas hasta ahora. Más adelante en esta memoria descriptiva se expone una discusión detallada de las presiones empleadas en la primera etapa del procedimiento; sin embargo, con respecto a esta realización particular, se ha encontrado en la invención que se prefieren los siguientes VE de entrada para las presiones que se indican:

a 21 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada de alrededor de 18 a alrededor de 25%,

a 28 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada desde alrededor de 17 a alrededor de 25%,

a 31,5 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada desde alrededor de 17 a alrededor de 25%,

a 35 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada desde alrededor de 16 a alrededor de 23%,

a 43,7 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada desde alrededor de 14 a alrededor de 19%,

5 a 52,5 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada desde alrededor de 13 a alrededor de 18%,

a 59,5 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, un VE de entrada desde alrededor de 12 a alrededor de 18%.

10 Para aumentar el contenido de humedad de un tabaco hasta el nivel de humedad de entrada deseado, el ta baco puede pulverizarse con agua, ponerse en contacto con vapor o similar hasta que se alcanza el nivel deseado, pre feriblemente por pulverización con agua. Para disminuir el contenido de humedad del tabaco al nivel deseado, el ta  
15 baco puede calentarse, preferiblemente por calor indirecto con vapor, hasta que se alcanza el nivel deseado.

Se ha encontrado en la invención que esta me-  
jora en el procedimiento básico permite obtener niveles  
deseados de expansión a presiones menores que las hasta  
20 ahora encontradas necesarias para lograr tal expansión. Por ejemplo, antes del presente descubrimiento, aunque se habían encontrado practicables un amplio intervalo de pre siones, se creía necesario efectuar el proceso a una pre sión de alrededor de 36 kg/cm<sup>2</sup> absolutos o superior para  
25 obtener un producto con un volumen en cilindro (VC) próxi mo a un valor de alrededor de 70 (que en general represen ta un nivel de expansión que es claramente deseable comer cialmente). Se ha encontrado ahora, sorprendentemente, que se puede obtener un volumen en cilindro de 68 a una  
30 presión de 22 kg/cm<sup>2</sup> absolutos, trabajando con un VE de

entrada de alrededor de 20% y un VE de salida de menos de alrededor de 6%.

5 Las expresiones "volumen en cilindro" y "volumen en cilindro corregido" son unidades para medir el grado de expansión del tabaco. La expresión "contenido de volátiles en estufa" o "volátiles en estufa" es una unidad para medir el contenido de humedad (o tanto por ciento de humedad) en el tabaco. Tal como se usan en toda esta solicitud, los valores empleados, en relación con estas  
10 expresiones, se determinan como sigue:

#### Volumen en cilindro (VC)

15 Se coloca tripa de tabaco que pesa 10,000 g en un cilindro de 3.358 cm de diámetro y se comprime por medio de un pistón de 1875 g de 3,335 cm de diámetro durante 5 minutos. El volumen resultante de tripa se da como volumen en cilindro. Este ensayo se efectúa en condiciones ambientales establecidas de 23,9°C y 60% de H.R.; convencionalmente, si no se indica otra cosa, la muestra  
20 se acondiciona previamente en este medio ambiente durante 18 horas.

#### Volumen en cilindro corregido (VCC)

25 El valor de VC puede ajustarse a algún contenido especificado de volátiles en estufa para facilitar comparaciones.

30  $VCC = VC + F (VE - VE_s)$ , donde  $VE_s$  es el VE especificado y F es un factor de corrección (volumen por %) predeterminado para el tipo particular de tripa de tabaco de que se trate.

Contenido de volátiles en estufa (VE)

La muestra de tripa de tabaco se pesa antes y después de exponerla durante 3 horas en una estufa de aire en circulación controlada a 100°C. La pérdida de peso en tanto por ciento del peso inicial es el contenido de volátiles en estufa.

Para tabaco limpio, expandido que se emplea en la presente solicitud, el valor de F en el cálculo de VCC es de 7,4.

El tabaco, con el nivel de humedad de entrada deseado, generalmente se colocará en un recipiente de presión de modo que pueda sumergirse o ponerse en contacto adecuadamente con el dióxido de carbono líquido. Por ejemplo, puede emplearse una jaula o una plataforma.

El recipiente de presión que contiene tabaco puede purgarse con dióxido de carbono gaseoso, por vacío o con otro gas inerte, tardando en general la operación de purga de alrededor de 1 a 4 minutos. La operación de purga puede eliminarse sin perjuicio del producto final. Las ventajas del purgado son la eliminación de gases que podrían interferir con un procedimiento de recuperación de dióxido de carbono, y expulsar del tabaco cualquier gas extraño que podría interferir con una plena penetración del dióxido de carbono líquido.

El dióxido de carbono líquido que se emplea en el procedimiento de esta invención puede obtenerse de un recipiente de almacenamiento en el que, generalmente, estará mantenido a una presión desde alrededor de 17,5 a 21,3 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. El dióxido de carbono líquido puede introducirse en el recipiente de presión a 17,5 a

28 kg/cm<sup>2</sup> manométricos o en el intervalo de 17,5 a 36,7 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. En el momento en que el dióxido de carbono líquido se introduce en el recipiente de presión, el interior del recipiente, incluyendo el tabaco a tratar, ha de estar preferiblemente a una presión al menos suficiente para mantener el dióxido de carbono en estado líquido.

El dióxido de carbono líquido se introduce en el recipiente de un modo que permita que se ponga en contacto completamente con el tabaco, y ha de emplearse preferiblemente dióxido de carbono líquido suficiente para saturar por completo el tabaco. En general, esto supone usar alrededor de 1 a 10 partes en peso de dióxido de carbono líquido por parte de tabaco. El dióxido de carbono líquido en exceso será desperdiciado pero actúa. Preferiblemente, la temperatura del dióxido de carbono líquido no debe exceder de alrededor de 31°C durante esta etapa de impregnación.

La presión durante la operación de contacto que implica la primera realización de esta invención se mantiene preferiblemente en un valor desde alrededor de 17,5 a 36,7 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, calentando el recipiente, usando serpentines de calentamiento o similar, si se necesita.

El tabaco y el dióxido de carbono líquido pueden mantenerse en contacto en estas condiciones durante un período de alrededor de 0,1 a 30 minutos.

Después que se ha permitido que el dióxido de carbono líquido sature el tabaco, generalmente durante un período total de 0,1 a 30 minutos, y preferiblemente

de alrededor de 0,2 a alrededor de 1 minuto, cualquier dióxido de carbono líquido en exceso que pueda haber presente se separa del recipiente por drenaje, preferiblemente manteniendo al mismo tiempo las condiciones de temperatura y presión en los mismos niveles que durante la operación de contacto.

Una mejora específica en el procedimiento, que es una segunda realización de esta invención implica el uso de un período posterior al drenaje. Esta realización puede emplearse en combinación con la primera realización descrita anteriormente en el intervalo preferido de presión durante la operación de contacto de alrededor de 17,5 a alrededor de 36,7 kg/cm<sup>2</sup> manométricos; sin embargo, esta realización puede utilizarse en un intervalo más amplio de presión, de alrededor de 15 a alrededor de 66,5 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, siendo mayores sus ventajas en la parte inferior de este intervalo de presión. Según el procedimiento, después de un tiempo de imbibición de al menos 0,1 minuto y hasta 30 minutos para conseguir la impregnación del dióxido de carbono líquido en el tabaco, el líquido se separa generalmente de la masa de tabaco, por ejemplo a través de una abertura de salida en el fondo de la cámara, manteniendo al mismo tiempo la presión en el recipiente. Se ha encontrado en la invención que se obtienen ventajas inesperadas utilizando un período de drenaje posterior de al menos 2 minutos desde el momento en que ha cesado el flujo continuo de dióxido de carbono líquido que escurre del recipiente. Antes de la presente invención, un método para controlar el procedimiento en este punto implicaba observar el nivel de dióxido de car-

bono líquido a través de un visor de cristal unido al recipiente de impregnación, a medida que se descargaba el CO<sub>2</sub> líquido, y detener el drenaje en el punto en que ya no se observaba líquido, es decir cuando ya no había un flujo continuo de CO<sub>2</sub> líquido. A veces se empleaba una breve comprobación de líquido adicional, inmediatamente después de interrumpir el drenaje. Según la presente invención se emplea un período posterior al drenaje, que implica esperar al menos alrededor de dos minutos, y preferiblemente al menos alrededor de tres minutos, y después drenar el líquido por segunda vez, hasta que el flujo continuo de líquido cesa por segunda vez. El segundo flujo de líquido puede durar, en general, menos de un minuto. Este período posterior al drenaje sirve para asegurar que el líquido en exceso se separa de las superficies del tabaco. La operación posterior al drenaje puede ayudarse por medio de un barrido hacia abajo de CO<sub>2</sub> u otro gas a través de la masa. Se ha encontrado en la invención que el período posterior al drenaje da como resultado un drenaje o escurrido sustancialmente completo, y proporciona: (1) una recuperación más completa de CO<sub>2</sub> en forma de líquido en lugar de gas (que requiere condensación en las operaciones de recuperación), (2) la separación de líquido de la superficie del tabaco, que se ha encontrado que, en caso contrario al reducir la presión se convierte parcialmente en sólido sobre las superficies del tabaco, sólido que se adhiere al tabaco en grumos, haciéndolo difícil de manejar y que requieren ser deshechos, con la consiguiente formación de "finos" de tabaco, y (3) una reducción de la carga térmica en el equipo de expansión al eliminar la nece-

sidad de vaporizar  $\text{CO}_2$  sólido ineficaz de la superficie.

El período posterior al drenaje ha de ser al menos de alrededor de 2 minutos, pero preferiblemente es de alrededor de 2,5 a alrededor de 6 minutos, proporcionando los tiempos más largos poca ventaja adicional, pero son satisfactorios; el tiempo depende de la configuración y el tamaño de los recipientes en grado considerable.

Después de la impregnación, el drenaje, y el post-drenaje, la presión de gas se reduce a una velocidad suficientemente alta para que al menos una parte del dióxido de carbono del interior del tabaco se convierta en sólido.

La presión en el recipiente se elimina poniendo en comunicación los gases con la atmósfera para llevar el contenido del recipiente a la presión atmosférica. Esta comunicación con la atmósfera tarda en general alrededor de 0,75 a 15 minutos, dependiendo del tamaño del recipiente, pero preferiblemente no debe tardar más de 3 minutos, tras lo cual la temperatura en el recipiente será generalmente de alrededor de  $-85$  a  $-95^\circ\text{C}$ , y el dióxido de carbono líquido en el tabaco estará parcialmente convertido en dióxido de carbono sólido. La presión no necesita reducirse a la atmosférica, sino sólo reducirse a menos de alrededor de  $4,2 \text{ kg/cm}^2$  manométricos. Evidentemente, esto no es tan preferible, desde un punto de vista comercial, como reducir la presión a la atmosférica.

El drenaje y el post-drenaje han de ser tales, preferiblemente, que el tabaco contenga alrededor de 6 a alrededor de 25% en peso de  $\text{CO}_2$  sólido, y lo más preferiblemente, alrededor de 10 a alrededor de 20% en peso

de CO<sub>2</sub> sólido.

Una vez que el dióxido de carbono del tabaco se convierte en su forma sólida, el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido se somete después a condiciones de expansión sometiendo el producto tratado al calor o acción equivalente, para vaporizar y separar el dióxido de carbono sólido del tabaco. Esto puede comprender el uso de superficies calientes, o una corriente de aire caliente, una mezcla de gas y vapor de agua, o la exposición a otras fuentes de energía tales como energía radiante de microondas o radiación infrarroja. Un medio conveniente de expandir el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido es colocarlo o arrastrarlo en una corriente de gas calentado, tal como vapor sobrecalentado, o colocarlo en una corriente de aire turbulenta mantenida, por ejemplo, a una temperatura tan baja como alrededor de 100°C o tan alta como alrededor de 370°C, y preferiblemente a una temperatura de alrededor de 150 a alrededor de 260°C durante un período de alrededor de 0,2 a 10 segundos. El tabaco impregnado puede calentarse también colocándolo en una banda móvil y exponiéndolo a un calentamiento con infrarrojos, por exposición a un secador de ciclón, por contacto en un secador de dispersión con vapor sobrecalentado o una mezcla de vapor y aire, o similar. Ninguna de tales operaciones de contacto ha de elevar la temperatura de la atmósfera con la que el tabaco está en contacto a más de alrededor de 370°C, y preferiblemente ha de ser de alrededor de 100°C a alrededor de 300°C, y lo más preferiblemente de 150 a 260°C cuando se efectúa a presión atmosférica.

Como es sabido en el tratamiento de cualquier

materia orgánica, el sobrecalentamiento puede causar deterioro, primero del color, tal como un oscurecimiento debido, y finalmente hasta el grado de carbonización. La temperatura necesaria y suficiente y el tiempo de exposición para la expansión sin tal deterioro es función de estas dos variables, así como del estado de subdivisión del tabaco. Así, para evitar un deterioro indeseable en la operación de calentamiento, el tabaco impregnado no ha de exponerse a los niveles superiores de temperatura, por ej. 370°C, durante más de unas décimas de segundo.

Un método para causar la expansión de las células del tabaco es el uso de los métodos de radiación descritos en cualquiera de las patentes nos. 3.409.022 o 3.409.027 de los EE.UU. Otro método implica el uso de una pistola térmica tal como la pistola térmica Dayton o equivalente, trabajando a una temperatura del aire de salida de 190-344°C durante un período de alrededor de 0,2 segundos a 4 minutos, dándose los tiempos más cortos, naturalmente, para las temperaturas más altas. En esta operación el tabaco no alcanza nunca una temperatura superior a alrededor de 140°C, enfriándose por el rápido desprendimiento de gases. La presencia de vapor durante el calentamiento ayuda a obtener resultados óptimos.

Otro sistema es usar un secador de dispersión, por ejemplo uno alimentado con vapor sólo o en combinación con aire. Un ejemplo de tal secador es un secador de dispersión Proctor & Schwartz PB. La temperatura en el secador puede estar comprendida entre alrededor de 121 y 371°C, con un tiempo de contacto en el secador de alrededor de 4 minutos a la temperatura inferior, hasta

alrededor de 0,1 a 0,2 segundos a la temperatura más alta. En general, se emplea un tiempo de contacto de 0,1 a 0,2 segundos cuando la temperatura del gas caliente es de 260-315°C o algo mayor. Como se ha dicho anteriormente, pueden usarse otros tipos conocidos de medios de calentamiento, siempre que sean capaces de causar la expansión del tabaco impregnado sin excesivo oscurecimiento. Hay que advertir que cuando hay presente un alto tanto por ciento de oxígeno en los gases calientes, contribuye al oscurecimiento, de modo que si se emplea una mezcla de aire caliente-vapor, se prefiere una alta proporción de vapor (por ej. más de 80% en volumen). La presencia de una atmósfera de vapor en un 20% o más de la composición total de gas caliente ayuda a obtener la mejor expansión.

Una tercera realización de la presente invención implica controlar la humedad de salida del producto de la operación de calentamiento para la expansión del tabaco, de modo que la humedad de salida sea preferiblemente no superior a 6%, y más preferiblemente no superior a 3,0%, determinada como VE.

Como se ha dicho antes, es importante que el producto de la operación de calentamiento/expansión tenga un contenido de VE de salida de no más de 6%. El resultado de este estado relativamente seco es una expansión permanente óptima, tras volver a condiciones establecidas de humedad. Tal VE de salida puede conseguirse por medio del equilibrio adecuado entre la velocidad de alimentación de tabaco impregnado al secador y la temperatura del gas del secador, suponiendo un caudal fijo de gas; el caudal es otra variable a considerar. El VE de salida puede rebajar

se también a un nivel deseado por posterior tratamiento del producto, por ejemplo en un secador.

5 Una vez que el tabaco se ha recuperado de la operación de calentamiento/expansión al deseado VE de salida, después generalmente se equilibra (se hace volver) a condiciones que son muy conocidas en la industria. El equilibrado se hace preferiblemente en condiciones establecidas, que generalmente implican mantener el tabaco a una temperatura de 23,9°C y 60% de H.R. (humedad relativa) durante al menos 18 horas.

10 El presente procedimiento puede efectuarse en varias formas de aparatos, por ejemplo los que se describen en las patentes belgas nos. 821.568 y 825.133.

15 Es importante que el aparato en el que el tabaco que contiene dióxido de carbono líquido se convierte en tabaco que contiene dióxido de carbono sólido sea capaz de contener gases a las elevadas presiones que pueden emplearse, en algunos casos tal altas como 70 kg/cm<sup>2</sup> manométricos o más. Este recipiente se emplea preferiblemente para el contacto inicial del dióxido de carbono líquido con el tabaco. Puede haber numerosas disposiciones del recipiente de presión. Sin embargo, debe haber preferiblemente una entrada con válvula desde una fuente de dióxido de carbono líquido y una salida con válvula en la parte inferior del recipiente por la que pueda drenarse o escurrirse el líquido; puede añadirse una segunda salida con válvula, cerca de la parte superior, para la puesta en comunicación con la atmósfera, y podría insertarse como parte de la conducción de entrada, y si se desea situarse entre el recipiente y la válvula de entrada. Puede emplear

se un medio de calentar el recipiente y/o el recipiente de suministro, tal como serpentines exteriores de calentamiento. Apoyar el recipiente sobre una célula dinamométrica piezoeléctrica simplifica mucho la medida de la carga de dióxido de carbono. Es ventajoso, aunque no esencial, un recipiente suplementario equipado de modo similar con medios de pesada y serpentines de calentamiento, porque permite precalentar una carga de dióxido de carbono líquido desde su baja temperatura usual de almacenamiento de  $-20^{\circ}\text{C}$  (que puede estar a alrededor de  $15\text{ kg/cm}^2$  manométricos). En funcionamiento, la tripa puede colocarse en el recipiente de presión principal en un soporte adecuado, tal como una cesta de malla suspendida por encima de la parte inferior del recipiente. El recipiente cerrado puede purgarse después con dióxido de carbono gaseoso y cerrarse las salidas; después se introduce dióxido de carbono líquido desde el depósito de almacenamiento, por ejemplo a  $17,5\text{ kg/cm}^2$  manométricos, en una cantidad suficiente para cubrir todo el tabaco presente en el recipiente. La temperatura se eleva por los medios de calentamiento, por ej. serpentines de calefacción, para llevar el tabaco a la temperatura deseada, que ha de ser menor que  $31^{\circ}\text{C}$  (la temperatura crítica del dióxido de carbono) y este estado se mantiene preferiblemente durante 1 a 20 minutos mientras tiene lugar la impregnación. El dióxido de carbono líquido en exceso se elimina después abriendo la salida inferior del recipiente, que conduce a un depósito adecuado o sistema similar de desecho, y cuando todo el líquido en exceso se ha separado del recipiente, éste se pone a presión atmosférica. El tabaco se somete después a una operación para vo-

latilizar el dióxido de carbono sólido, preferiblemente sacando el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido del recipiente y haciéndolo pasar a través de cualquiera de los diversos sistemas de calentamiento rápido para con-  
5 seguir la expansión. Como se ha indicado antes en esta memoria descriptiva, los sistemas más satisfactorios para este proceso de expansión son los que dan un contacto turbulento rápido con el gas o vapor caliente. Con un control adecuado de la temperatura y el tiempo de exposición, el  
10 producto puede recuperarse en estado expandido con el contenido de humedad deseado.

El procedimiento global, aparte de las mejoras específicas descritas en la memoria descriptiva presente, puede estar en general de acuerdo con los principios de la solicitud de los EE.UU., también en tramitación,  
15 nº 441.767, o la patente Belga 821.568.

Los ejemplos siguientes son ilustrativos.

#### EJEMPLO 1

20 Cuarenta y cinco kilogramos de partículas de tabaco limpio de tamaño de tripa de cigarrillo, que tenía un contenido de VE de 20%, se colocaron en una cesta de malla en un recipiente de presión. El recipiente se cerró, salvo una abertura para la admisión de CO<sub>2</sub> gaseoso.  
25 El gas se introdujo hasta una presión de 28 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, y se cerró la abertura. El recipiente se llenó después con CO<sub>2</sub> líquido a 28 kg/cm<sup>2</sup> manométricos y -7°C en cantidad suficiente para cubrir la masa de tabaco. El sistema se mantuvo en estas condiciones durante 30 segundos,  
30 y después se abrió una abertura inferior para dejar

que el líquido saliera por bombeo. La abertura se cerró y al cabo de tres minutos se abrió de nuevo para dejar salir el líquido acumulado. Esta abertura se abrió y el recipiente se abrió a la atmósfera a través de una válvula en la parte superior, de modo que la presión cesó en un período de 180 segundos. Cuando la parte superior se retiró del recipiente y se pesó la cesta, se encontró que el tabaco había retenido 8,1 kg de CO<sub>2</sub>. El producto no fue difícil de separar y pudo suministrarse a una velocidad controlada a la etapa siguiente. Un lote similar sin el período de drenaje retuvo 14,1 kg de CO<sub>2</sub> y formaba muchos grumos.

Se usó para la expansión un secador vertical de 20,3 cm de diámetro alimentado con 37,5 m/seg de vapor sobrecalentado al 85% en aire a 249°C. El producto del tratamiento con CO<sub>2</sub> se introdujo a 1,66 kg/min al secador, donde se estimó que el contacto con el vapor fue de tres segundos. El producto recogido en un separador de ciclón tenía un contenido de VE, una vez frío, de 1,8%. Su volumen en cilindro equilibrado, corregido a 11% de VE, era de 74,0 cc/10 g, en comparación con el VC original de 34,0 cc/10 g para la tripa limpia no tratada en su contenido de humedad establecido de 12,5% de VE.

25

#### EJEMPLO 2

30

Unos lotes de cuarenta y cinco kg de tabaco limpio similares a los usados en el ejemplo anterior y que tenían un contenido de humedad de entrada similar se trataron como anteriormente, con expansión en 177-190 segundos, excepto la eliminación del período de drenaje de

3 minutos y las variaciones en el procedimiento y las condiciones de expansión. El resultado fué una variación en el contenido de VE de salida y el poder de llenado del producto, medido por el VCC. Los resultados y las condiciones de estos experimentos, por duplicado, se comparan en la Tabla I. La expansión fue por exposición en torre, alrededor de 3 segundos, con vapor de agua al 81 a 88%. Se observa que el poder de llenado óptimo se logra a bajo VE para el producto que sale de la etapa de expansión, y es deseable un VE menor de 6,0%, y es más deseable menos de 2,5%.

Tabla 1

Alimentación a la torre, Kg/min	Temperatura de la torre °C	VE de salida, %		VCC, cc/10g
2,47	149	12,0,	12,2	59,4, 65,5
2,25	177	8,5,	7,8	65,0, 67,8
1,91	204	4,5,	4,8	67,8, 69,2
1,11	249	1,8,	2,5	69,5, 75,4

EJEMPLO 3

Un tabaco limpio que pesaba 45 kg y que tenía un VE de 20% se preparó para inmersión como en el Ejemplo 1. Se dejó entrar en la cámara dióxido de carbono líquido, puesta a presión previamente a 21 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, a la misma presión hasta que se cubrió el tabaco, y se mantuvo así durante 30 segundos; la temperatura era alrededor de -16,7°C. El líquido se descargó por bombeo a través de una válvula inferior, y un barrido de cin

co minutos de  $\text{CO}_2$  gaseoso de arriba a abajo del recipiente ayudó a separar el  $\text{CO}_2$  líquido no drenado. El recipiente se puso en comunicación con la atmósfera en 152 segundos y el producto enfriado se retiró.

5 Este producto no formaba grumos; se introdujo en la torre de expansión que tenía un flujo de vapor al 85% de 37,5 m/seg a 249°C, a un caudal de alrededor de 1,9 kg/min de peso total. Se estimó la exposición en 3 se-  
10 gundos. El producto contenía 2,1% de VE y por equilibrado a 12,0% de VE dió un volumen de cilindro, corregido a 11,0% de VE, de 68,0 cc/10 g. La tripa de partida tenía un VCC de 37,3 cc/10 g a 12,5% de VE.

#### EJEMPLO 4

15 Unos lotes de cuarenta y cinco kg de tabaco limpio de diverso contenido de VE se trataron por el procedimiento del Ejemplo 1 (impregnación, separación de lí-  
quido, drenaje, cese de presión, y expansión por exposi-  
ción en torre) con la única variación de la temperatura  
20 del gas de la torre de 232 a 254°C para compensar los ni-  
veles crecientes de VE de entrada. El VE de salida de to-  
das las muestras estaba entre 1,3% y 2,8% de VE. Una vez  
reacñdicionadas, se comprobó el VC de todas las muestras,  
corregido a 11,0% de VE. Los resultados mostrados en la  
25 Tabla 2 indican que la humedad necesaria (VE) para conse-  
guir la mejor expansión, en esta serie al menos 68 cc/10 g  
de VCC, es 17% como mínimo.

30

28088

Tabla 2

Volumen en cilindro frente a humedad de entrada con impregnación a 28 Kg/cm<sup>2</sup> manométricos

5	VE de entrada,		<u>Poder de llenado de salida</u>			
	%		VE equilibra		VCC a 11% de	
			do, cc/10 g		VE, cc/10 g	
	10,1		44,5		50,6	
	10,6		52,5		55,0	
10	10,9,	10,9	47,9,	48,5	53,	52,6
	11,7		59,6		62,	
	15,5		60,7		66,5	
	16,0,	16,0	59,6,	60,4	64,6,	67,0
15	17,1	17,0	61,0,	62,2	69,1,	69,0
	17,4,	17,5	62,2	58,6	68,7,	67,9
	17,7,	17,9	68,7,	64,6	72,9,	68,2
	18,0,	18,4	62,0,	67,1	70,9,	72,5
20	19,0,	19,1	60,9	63,2	68,3,	70,1
	18,0,	18,3	69,2	60,8	74,4,	68,1
	19,4,	19,5	60,9,	56,9	72,6,	69,4
	19,7,	20,6	63,0,	68,9	73,8,	73,4
25	21,9,	21,9	68,2,	71,4	73,0,	76,5
	23,0		59,1		68,6	
	23,5,	23,5	63,9	66,3	70,7,	71,0
	23,9,	24,2	58,6,	58,9	68,4	68,6
30	25,7		58,6		68,4	

04098

EJEMPLO 5

Unos lotes de tripa de tabaco limpia se impregnaron y posteriormente se expandieron exactamente como se ha descrito en el Ejemplo 1, salvo que el tiempo de drenaje (desde el cierre hasta la reapertura de la abertura) se varió como se muestra en las tablas. Los primeros lotes (Tabla 3) eran de 45 kg y tenían una profundidad en el impregnador de 91,4 cm; el segundo grupo (Tabla 4) pesaba 83,2 kg y tenía una profundidad de 152,4 cm. El VE a la salida de la torre de expansión estaba en las proximidades de dos por ciento en todos los experimentos. Se midió el volumen de cilindro de los productos y también se tamizaron para comparar las reducciones de tamaño. La purga de 3 minutos era similar a un tiempo de drenaje de 3 minutos, excepto que el CO<sub>2</sub> gaseoso se inyectó a través de tabaco impregnado como gas de purga.

Las tablas 3 y 4 dan los resultados. Como es deseable una distribución que se aproxima a la de control, y en particular se busca un total de "pequeños fragmentos" y "finos" (S+F) no mayor de alrededor del 2%, se verá que los tiempos de drenaje de dos minutos o más dieron los mejores resultados. Parece que hubo poco o ningún efecto en el VC corregido.

25

30

28088

Tabla 3

Efecto del tiempo de drenaje en las fracciones de tamizado con lotes de 45 Kg.

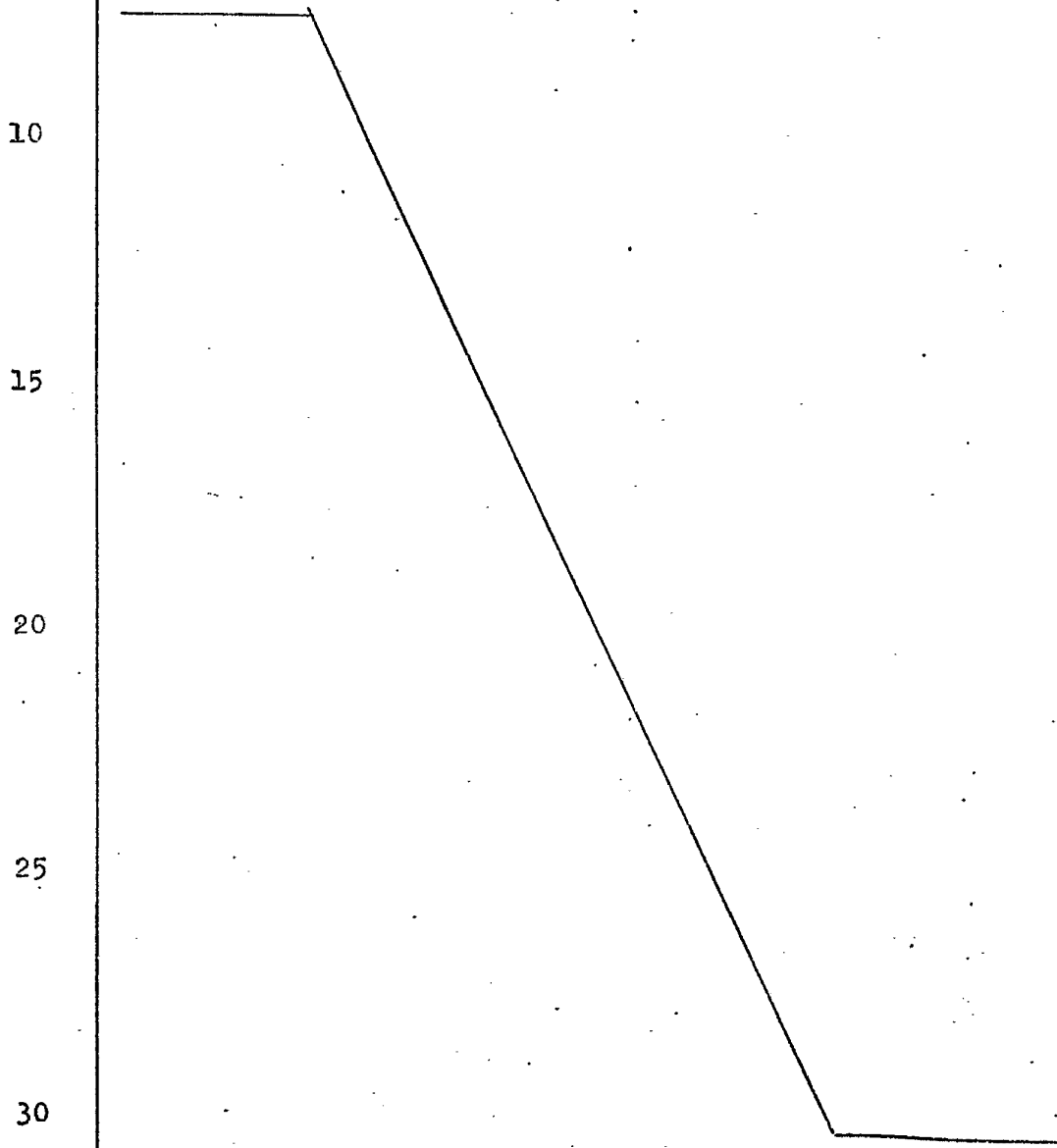
Tiempo de drenaje, Min	Fracciones de tamizado, %							VCC cc/10 g a 11% VE	
	Lar-gas	Med.	Cortas	Pequeñas	Finas	L+M	S+F		
5									
10	Sin expandir	55,5	35,9	7,0	0,9	0,6	91,4	1,5	--
	Control								
	0	38,2	50,0	9,2	1,2	1,2	88,2	2,4	74,6
15	1	41,9	47,7	8,1	1,2	1,2	89,6	2,4	73,7
	2	43,7	47,0	7,3	1,0	0,9	90,7	1,9	76,3
	3	42,2	49,2	6,8	0,7	1,0	91,4	1,7	74,2
	Purga de 3 minutos	42,7	48,5	6,9	1,0	1,0	91,2	2,0	75,0

Tabla 4

Efecto del tiempo de drenaje en las fracciones de tamizado con lotes de 83 Kg.

Tiempo de drenaje, Min.	Fracciones de tamizado, %							VCC cc/10 g	
	Lar-gas	Med.	Cortas	Pequeñas	Finas	L+M	S+F		
25	Control	52,0	38,9	7,5	1,1	0,5	90,9	1,6	---
	0	38,3	48,5	10,0	2,0	1,3	86,8	3,3	74,4
	3	44,5	45,7	7,7	1,2	0,9	90,2	2,1	76,6
30	6	44,1	46,1	7,7	1,2	0,9	90,2	2,1	76,8

Tal como se emplean en el ejemplo anterior, las diversas fracciones de tamizado se definen como sigue:  
Largas = + 2.000 (es decir las partículas son retenidas sobre un tamiz de malla de 2.000 micras); medias = - 2.000 a + 841; cortas = -841 a +595; pequeñas = -595 a +297; y finas = -297.



1

REIVINDICACIONES

5

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:

10

1ª.- Un método mejorado de expandir tabaco que comprende las operaciones de (1) impregnar el tabaco con dióxido de carbono líquido en condiciones tales que el dióxido de carbono se mantiene en forma líquida para impregnar el tabaco con el dióxido de carbono líquido, (2) someter el tabaco impregnado con dióxido de carbono líquido a condiciones tales que el dióxido de carbono líquido se convierte en dióxido de carbono sólido, y (3) someter después el tabaco que contiene dióxido de carbono sólido a condiciones en las que el dióxido de carbono sólido se vaporiza causando la expansión del tabaco, en donde la mejora comprende: (i) utilizar como tabaco que se emplea en la operación (1) un tabaco que tiene un contenido de VE inicial de alrededor de 17 a alrededor de 30%, y (ii) efectuar la primera operación bajo presión en el intervalo de alrededor de 17,5 kg/cm<sup>2</sup> absolutos a alrededor de 36,7 kg/cm<sup>2</sup> absolutos.

15

20

25

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, que incluye: drenar el dióxido de carbono líquido en exceso del tabaco impregnado obtenido en la operación (1), manteniendo al mismo tiempo el dióxido de carbono en forma líquida, continuar el drenaje del dióxido de carbono líquido del tabaco

30

09049

1 hasta un punto en que cesa el flujo continuo de líquido, y  
mantener un período de retención de drenaje posterior de al  
menos 2 minutos para permitir una posterior eliminación de  
dióxido de carbono líquido del tabaco antes de comenzar la  
5 operación (2).

3ª.- UN METODO MEJORADO DE EXPANDIR TABACO.

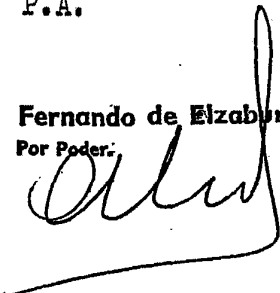
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de TREINTA Y UNA hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 11.ABR.1979

P.A.

15 **Fernando de Elizaburu**  
Por Poder.



20

25

30

09049

VAL