

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS

PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN

FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 752055 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application 752055

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
A24B

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **16.07.1975**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **16.07.1975**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **17.01.1976**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **12.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

16.07.1974 GB 7431425

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •Imperial Chemical Industries Limited, Imperial Chemical House, Millbank London SW1, ISO-BRITANNIA, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Calder, Alan, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •McCaa, Hector McDonald, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Tupakkaseoksia

Tobaksblandningar

Imperial Chemical Industries Limited, Imperial Chemical House,
Millbank, Lontoo S.W.1, Englanti.

Tupakointiaineseoksia - Tobaksämneblandningar

Tämä keksintö koskee tupakointiaineseoksia, jotka sisältävät epäorgaanisia karbonaatteja. *miten se on*

On tunnettua sisällyttää tupakointiaineseoksiin epäorgaanisia täyteaineita, erityisesti epäorgaanisia karbonaatteja, varsinkin kalsium- ja magnesiumkarbonaatteja. Tähän asti on kiinnitetty vähän huomiota tällaisten täyteaineiden pinta-alaan ja ne on yleensä sisällytetty aina siinä muodossa kuin missä ne ovat olleet saatavissa. Muilla teollisuuden aloilla käytetään karbonaatteja ja muita epäorgaanisia aineita mielellään hienojakoisina jauheina, so. jauheina, joilla on suuri pinta-ala ja tämän vuoksi tähän asti tupakointiaineseoksiin sisällytetyt karbonaatit ovat myös olleet suuripinta-alaisia.

Nyt on huomattu edulliseksi sisällyttää tupakointiaineseoksiin epäorgaanisia täyteaineita, erityisesti karbonaatteja, joiden pinta-ala on paljon pienempi kuin mitä tähän asti on käytetty.

Keksinnön mukaan valmistetaan tupakointiainetta, joka sisältää kalvonmuodostavaa sideainetta, erillistä (particulate) palavaa

ainetta ja epäorgaanista täyteainetta, erityisesti epäorgaanista karbonaattia, varsinkin kalsium- ja/tai magnesiumkarbonaattia, jolloin mainitun täyteaineen pinta-ala kuivana jauheena on 0,05-0,6 ja erityisesti 0,2-0,3 m²/g.

Epäorgaanisia täyteaineita, erityisesti karbonaatteja, joilla on määrätyn suuruinen pinta-ala, saadaan seulomalla tai lajittelemalla ilman avulla saatavissa olevia jauheita, jolloin hieno hylkytavara on käyttökelpoista muilla teollisuuden aloilla, esim. kantajaineena maanviljelystuotteissa, jota tarkoitusta varten on usein edullista poistaa suhteellisen suurikokoiset osaset.

Tässä mainitut pinta-alaluvut on saatu mittaamalla ilmanläpäisykyky menetelmän avulla, jonka P.J.Rigden on selostanut aikakauslehdessä Journal of the Society of Chemical Industry, 1943, sivut 1-4.

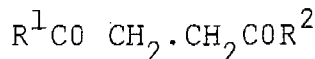
Keksinnön mukaiset tupakointiaineet ovat muokatussa muodossa, esim. levyinä, säikeinä tai nauhoina ja ne sisältävät edullisesti kalvon muodostavaa sideainetta, esim. selluloosaeettereitä, esim. metyyliiselluloosaa ja erityisesti karboksimeyyliiselluloosaa ja sen suoloja. Pektiinit, tärkkelykset, kasvilima ja luonnonhartsit ovat lisäesimerkkejä kalvonmuodostavista sideaineista, joita voi olla läsnä. Sopivat määrät sideainetta valmistetuissa tupakointimateriaaleissa ovat esim. 10-20 paino-%.

Erillistä palavaa ainetta on myös läsnä, joskin myös kalvon muodostava sideaine on palavaa. Sopivat määrät erillistä palavaa ainetta on muokatuissa tupakointimateriaaleissa esim. 20-30 paino-%.

Läsnäolevat erilliset palavat aineet voivat olla esimerkiksi tupakkajauhetta; hiilihydraatteja - erityisesti selluloosaa; ja erityisesti modifioituja hiilihydraatteja, joilla tarkoitetaan tässä hiilihydraatteja, joille on suoritettu käsittely, joka aiheuttaa kemiallisluonteisen muutoksen.

Modifioitu hiilihydraatti, jota voi olla läsnä esillä olevan keksinnön mukaisessa tupakointiaineessa, on edullisesti termisesti hajotettu hiilihydraatti, erityisesti termisesti hajotettu selluloosa, joka on valmistettu esimerkiksi hakijan brittiläisessä patentissa n:o 1,113,979 kuvatulla tavalla saattamalla hiilihydraatti katalysoidun degradaatiokäsittelyn alaiseksi lämpötilavälillä 100-250°C siksi, kunnes degradoituneen aineen paino on pienempi kuin 90 % alkuperäisen hiilihydraatin kuivapainosta.

Modifioitu hiilihydraatti voi myös olla kiinteätä kondensaatia, joka on valmistettu suorittamalla seuraavan kaavan mukaiselle yhdisteelle hapon tai emäksen katalysoima kondensaatio



(tai yhdisteen edeltäjäaineelle), jossa kaavassa R^1 ja R^2 , jotka voivat olla samanlaisia tai erilaisia, tarkoittavat kumpikin vetyatomia tai alkyyli-, hydroksialkyyli- tai formyyliryhmää. Näitä muokatussa muodossa olevia kondensaatteja on selostettu hakijan brittiläisessä patentissa n:o 1,298,354.

Eräs lisäesimerkki modifioidusta hiilihydraatista on hapetettu selluloosa, joka on valmistettu esimerkiksi Kenyon'in et al kuvaamalla tavalla ("Industrial and Engineering Chemistry", volyymi 41, sivulta 2 eteenpäin).

Keksintö on erityisen tehokas sovellettuna tupakointiaineisiin, jotka sisältävät epäorgaanista täyteainetta suuria suhteellisia määriä, esim. 40-65 paino-%. Tällaisilla suurilla suhteellisilla määrillä on se edullinen vaikutus, että ne vähentävät niiden haitallisten savuainesten määrää, jotka tupakoitsija saa sisäänsä. Valitsemalla sopivasti käytetty epäorgaaninen täyteaine, voidaan saada sopivat palamisnopeudet tupakointiseoksille, jotka sisältävät 40-65 % täyteainetta, kuten hakijan brittiläisessä patentissa N:o 1,299,296 on selostettu.

Haluttaessa voidaan keksinnön mukaisiin tupakointiaineisiin sisällyttää myös muita aineksia. Mahdollisia lisäaineksia ovat esim. kostutusaineet, esim. glyseroli, glykolit; hehkumista säättävät katalyytit, esim. kaliumsitraatti; väriaineet; hajusteet ja nikotiini.

Keksinnön mukaisia muokattuja tupakointiaineita voidaan valmistaa tavanomaiseen tapaan liettämällä ainekset veden kanssa, valamalla liete ohueksi kerrokseksi ja kuivaamalla se kalvon muotoon. Vaihtoehtoisesti voidaan paksu liete suulakepuristaa säikeen, nauhan tai levyn muotoon. Eräänä lisävaihtoehtona voidaan soveltaa paperinvalmistusmenetelmiä.

Verrattuna samantapaisiin tupakointiaineisiin, jotka sisältävät epäorgaanisia täyteaineita, erityisesti karbonaatteja, joiden pinta-ala on tavallisempi, ovat keksinnön mukaiset tupakointiaineet kestävämpiä "degradaatiota" vastaan, mikä tarkoittaa sitä, että niillä on vähäisempi taipumus "degradoitua" fysikaallisesti jauhemai-

suomiksi

seen muotoon käsittelyn aikana. Samalta vertailupohjalta tarkasteltuna tuottavat keksinnön mukaiset tupakointiaineet vähemmän hiilimonoksidia tavalliseen tapaan poltettuna ja ne ovat sen vuoksi terveydelle vähemmän vahingollisia.

Keksintöä valaistaan, ~~sen suojapiiriä kuitenkin millään tavoin rajoittamatta~~, seuraavien esimerkkien avulla, joissa kaikki osat ja %-määrät ovat painoon perustuvia.

Esimerkeissä käytettyä termisesti degradoitua selluloosaa saatiin kyllästämällä selluloosa 7 %:lla ammoniumsulfamaattiliuoksella, puristamalla niin, että selluloosa pidätti oman painonsa verran liuosta, kuivaamalla 165°C:ssa ja kuumentamalla 265°C:ssa siksi, kunnes tapahtui 25-30 %:n suuruinen painon vähennys.

Esimerkit 1-3

Tupakointiaineita valmistettiin sekoittamalla seuraavat ainekset veden kanssa lietteeksi, valamalla liete kuivaajalle, niin että saatiin kalvo, jonka kuivapaino oli 48-52 g/m², ja kuivaamalla ja leikkaamalla suikaleiksi näin saatu kalvo.

	<u>Osia</u>
<u>termisesti degradoitua selluloosaa</u>	26,9
glyserolia	6,0
kalsiumkarbonaattia	16,5
magnesiumkarbonaattia	28,6
ammoniumsulfaattia	2,0
natriumkarboksimeetyyliselluloosaa	15,0
bentoniittia	5,0

Kolmen tupakointiaineen sarja (käsittäen esimerkit 1-3) tehtiin edellä olevan reseptin mukaan, jossa epäorgaanisten karbonaattien pinta-alat vaihtelivat keksinnön puitteissa ja seuraavat vertailukokeet suoritettiin näille kolmelle materiaalille ja neljännelle materiaalille, jossa karbonaattien pinta-alat olivat suuremmat.

Hiilimonoksidin kehittyminen:

Suikaleiksi leikatuista tupakointiaineseoksista valmistettiin 1,1 g painoisia savukkeita, joiden pituus oli 70 mm ja kehänympärys 25 mm. Hiilimonoksidin määrät määritettiin polttamalla savukkeita standardityyppisessä tupakointikojeessa ja analysoimalla höyryfaasi kaasuneste-kromatografiatekniikan avulla.

Degradoituminen:

Jokainen tupakointiaineseos sekoitettiin yhtä suuren painomäärän kanssa tupakkaleikettä ja seoksesta valmistettiin savukkeita käyttäen Molins Mark VI-savukekonetta. Degradaatio-ominaisuudet määritettiin seulomalla osa aineesta, joka otettiin savukkeenmuodotuskaukalosta. Seulan, jonka silmäkoko oli 0,71 mm, läpäisevä %-määrä ainetta laskettiin prosentuaalisesti degradaatioksi.

Koetulokset on esitetty taulukossa I.

Esimerkin N:o	Ominaispinta-ala m ² /g		Seoksen ominais- pinta-ala m ² /g	Hiilimonoksidin kehittyminen mg/savuke	Degradaatio- %
	Kalsiumkarbo- naatti	Magnesium- karbonaatti			
1	0.30	0.056	0.145	14.8	11.02
2	0.30	0.77	0.596	14.5	19.19
3	0.30	0.99	0.734	15.4	19.32
vertailu	0.994	0.99	0.987	19.7	23.42

Kuten taulukosta voidaan nähdä, suurenevät sekä hiilimonoksidin kehitysmäärä että prosentuaalinen degradaatio karbonaattien pinta-alan kasvaessa.

Esimerkit 4 ja 5

Tupakointimateriaaleja valmistettiin sekoittamalla seuraavat ainekset veden kanssa lietteeksi, valamalla liete kuivaajalle kalvon muodostamiseksi, jonka kuivapaino oli 48-52 g/m², ja kuivaamalla ja leikkaamalla kalvo leikkeeksi.

	Esimerkki 4 osia	Esimerkki 5 osia
termisesti degradoitua selluloosaa	26,9	26,9
glyserolia	6,0	6,0
kalsiumkarbonaattia	45,1	-
kalsiumsulfaattia	-	45,1
ammoniumsulfaattia	2,0	2,0
natriumkarboksimeetyyliselluloosaa	15,0	15,0
bentoniittia	5,0	5,0

Esimerkkien 4 ja 5 käsittämässä materiaaleissa olivat vastaavasti kalsiumkarbonaatin ja kalsiumsulfaatin pinta-alat keksinnön puitteissa. Myös valmistettiin vertailumateriaaleja, joissa kalsiumkarbonaatilla ja kalsiumsulfaatilla oli vastaavasti suuremmat pinta-alat.

Degradaatiokokeet näillä materiaaleilla suoritettiin seuraavaa kuulajauhatusmenetelmää käyttäen:

Työskentelemällä 60 %:n suhteellisessa kosteudessa ja 20°C:ssa leikattiin 5 g näytettä yhden neliötuuman paloiksi ja pantiin pie-
neen kuulamyyllyyn 20 posliinikuulan kanssa ja myllyä pyöritettiin 15 minuuttia nopeudella 70 kierrosta minuutissa. Aine seulottiin sen jälkeen seulasarjan lävitse materiaalin kumulatiivisen paino-%-määrän löytämiseksi, jonka hiukkassuuruus on yli 1,18 mm. Mitä suurempi on %-määrä, sitä vastustuskykyisempää on koestettu aine degradaatiota vastaan.

Koetulokset on esitetty taulukossa II:

Taulukko II

Esimerkki	Pinta-ala (m ² /g)	%	>1,18 mm
4	CaCO ₃ 0,065		78,8
vertailu	CaCO ₃ 0,994		65,5
5	CaSO ₄ 0,089		75,3
vertailu	CaSO ₄ 0,47		67,0
	<i>Kellinon mukainen</i>		<i>tuulos kumo</i>

Patenttivaatimukset.

1. Tupakointiainevalmiste, joka sisältää kalvonmuodostavaa sideainetta, erillistä palavaa ainetta ja epäorgaanista täyteainetta, t u n n e t t u siitä, että mainitun täyteaineen pinta-ala kuivan jauheen muodossa on $0,05 - 0,6 \text{ m}^2/\text{g}$.
2. Tupakointiainevalmiste, joka sisältää kalvonmuodostavaa sideainetta, erillistä palavaa ainetta ja epäorgaanista täyteainetta, t u n n e t t u siitä, että mainittu täyteaine sisältää epäorgaanista karbonaattia, jonka pinta-ala kuivan jauheen muodossa on $0,05 - 0,6 \text{ m}^2/\text{g}$.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen tupakointiainevalmiste, t u n n e t t u siitä, että epäorgaaninen karbonaatti on kalsium- ja/tai magnesiumkarbonaattia.
4. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen tupakointiainevalmiste, t u n n e t t u siitä, että epäorgaanisen täyteaineen pinta-ala on $0,2 - 0,3 \text{ m}^2/\text{g}$.
5. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen tupakointiainevalmiste, t u n n e t t u siitä, että sideaine on natriumkarboksimeetyyliselluloosaa.
6. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen tupakointiainevalmiste, t u n n e t t u siitä, että erillinen palava aine on termisesti degradoitua hiilihydraattia.
7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen tupakointiainevalmiste, t u n n e t t u siitä, että erillinen palava aine on termisesti degradoitua selluloosaa.
8. Jonkin edellisen patenttivaatimuksen mukainen tupakointiainevalmiste, t u n n e t t u siitä, että se sisältää 40-65 paino-% epäorgaanista täyteainetta.
9. Patenttivaatimuksen 1 mukainen tupakointiainevalmiste oleellisesti sellaisena kuin jossain edellä olevassa esimerkissä on esitetty.
10. Menetelmä tupakointiainevalmisteen valmistamiseksi, jonka mukaan muodostetaan vesiliete kalvonmuodostavasta sideaineesta, erillisestä palavasta aineesta ja epäorgaanisesta täyteaineesta, jolloin mainitun täyteaineen pinta-ala kuivan jauheen muodossa on $0,05 - 0,6 \text{ m}^2/\text{g}$, liete valetaan ohueksi kerrokseksi ja se kuivataan kalvon muotoon.

11. Menetelmä tupakointiainevalmisteen valmistamiseksi, jonka mukaan muodostetaan vesiliete kalvonmuodostavasta sideaineesta, erillisestä palavasta aineesta ja epäorgaanisesta täyteaineesta, mainitun täyteaineen käsittäessä epäorgaanista karbonaattia, jonka pinta-ala kuivassa tilassa on $0,5 - 0,6 \text{ m}^2/\text{g}$.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että epäorgaaninen karbonaatti on kalsium- ja/tai magnesiumkarbonaattia.

13. Jonkin patenttivaatimuksen 10-12 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että epäorgaanisen täyteaineen pinta-ala on $0,2 - 0,3 \text{ m}^2/\text{g}$.

14. Jonkin patenttivaatimuksen 10-13 mukaisen menetelmän avulla valmistettu tupakointiaineseos.

Patentkrav: 28

1. Fabricerat rökningsmaterial omfattande ett filmbildande bindemedel, finfördelat bränsle och oorganiskt fyllmedel, k ä n n e t e c k n a t därav, att nämnda fyllmedel i torr pulverform har en ytarea av 0,05 till 0,6 m²/g.

2. Fabricerat rökningsmaterial omfattande ett filmbildande bindemedel, finfördelat bränsle och oorganiskt fyllmedel, k ä n n e t e c k n a t därav, att nämnda fyllmedel omfattar oorganiskt karbonat som i torr pulverform har en ytarea av 0,05 till 0,6 m²/g.

3. Fabricerat rökningsmaterial enligt patentkravet 2, k ä n n e t e c k n a t därav, att det oorganiska karbonatet är kalcium- och/eller magnesiumkarbonat.

4. Fabricerat rökningsmaterial enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att det oorganiska fyllmedlet har en ytarea av 0,2 till 0,3 m²/g.

5. Fabricerat rökningsmaterial enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att bindemedlet är natriumkarboximetylcellulosa.

6. Fabricerat rökningsmaterial enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att det finfördelade bränslet är ett värmedegraderat kolhydrat.

7. Fabricerat rökningsmaterial enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a t därav, att det finfördelade bränslet är värmedegraderad cellulosa.

8. Fabricerat rökningsmaterial enligt något av föregående patentkrav, k ä n n e t e c k n a t därav, att det innehåller från 40 till 65 vikt-% oorganiskt fyllmedel.

9. Fabricerat rökningsmaterial enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t därav, att det väsentligen är såsom beskrivits i något av föregående exempel.

10. Förfarande för framställning av ett fabricerat rökningsmaterial, k ä n n e t e c k n a t därav, att det omfattar bildande av en vattenuppslamning av ett filmbildande bindemedel, finfördelat bränsle och oorganiskt fyllmedel, varvid nämnda fyllmedel i torr pulverform har en ytarea av 0,05 till 0,6 m²/g, gjutande av uppslamningen till ett tunt lager och torkande av densamma för bildande av en film.

11. Förfarande för framställning av ett fabricerat rökningmaterial, k ä n n e t e c k n a t därav, att det omfattar bildande av en vattenuppslamning av ett filmbildande bindemedel, finfördelat bränsle och ett oorganiskt fyllmedel, varvid nämnda oorganiska fyllmedel omfattar oorganiskt karbonat, som i torrt tillstånd har en ytarea av 0,05 till 0,6 m²/g.

12. Förfarande enligt patentkravet 11, k ä n n e t e c k n a t därav, att det oorganiska karbonatet är kalcium- och/eller magnesiumkarbonat.

13. Förfarande enligt något av patentkraven 10-12, k ä n n e t e c k n a t därav, att det oorganiska fyllmedlet har en ytarea av 0,2 till 0,3 m²/g.

14. Fabricerad rökningblandning, k ä n n e t e c k n a d därav, att den framställts medelst förfarandet enligt något av patentkraven 10-13.

Viitejulkaisuja - Anförda publikationer

Julkisia suomalaisia patenttihakemuksia: - Offentliga finska patent-
ansökningar: 21 21/65 (A246 700)

Hakemus-, kuulutus- ja patenttijulkaisuja - Ansökningspublikationer,
utläggningar- och patenskrifter:

Suomi - Finland _____

Iso-Britannia - Storbritannien _____

Norja - Norge _____

Ranska - Frankrike _____

Ruotsi - Sverige _____

Saksa - BRD - Tyskland _____

Sveitsi - Schweiz _____

Tanska - Danmark _____

USA P 3812 864 (A246 700)

Muita julkaisuja: - Andra publikationer:

Terttu Piipponen

Allekirjoitus

Merkitse hakemusjulkaisuun (esim. saksal. Offenlegungsschrift) numeron eteen K ja
vastaavasti kuulutus- ja patenttijulkaisuun numeron eteen K ja P