

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 588 833**

51 Int. Cl.:

**A24D 1/02** (2006.01)

**D21H 17/66** (2006.01)

**D21H 17/67** (2006.01)

**D21H 17/69** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.10.2014 E 14191057 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.07.2016 EP 2868213**

54 Título: **Material para envolver productos de tabaco con propiedades de incandescencia controladas**

30 Prioridad:

**31.10.2013 EP 13191043**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**07.11.2016**

73 Titular/es:

**JULIUS GLATZ GMBH (100.0%)  
Staatsstrasse 37-41  
67468 Neidenfels**

72 Inventor/es:

**NOVER, CHRISTOPH;  
VUCAK, MARIJAN y  
FRITZSCHING, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro**

ES 2 588 833 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Material para envolver productos de tabaco con propiedades de incandescencia controladas

5 La presente invención se refiere a un material para envolver productos de tabaco que comprende partículas de material compuesto a base de partículas minerales, a procedimientos para su fabricación así como a su uso en productos de tabaco. Un punto esencial de la presente solicitud se encuentra a este respecto en artículos de tabaco con propiedades de incandescencia controlada.

10 Habitualmente, los cigarrillos con filtro están constituidos por una barra de tabaco en forma de cilindro, redonda u ovalada que está envuelta por un papel de cigarrillos, un tapón de filtro igualmente moldeado que está rodeado por un papel para envolver filtros, así como un papel de revestimiento (papel base para el revestimiento de la boquilla que se designa también como papel de boquilla), que habitualmente está adherido con todo el papel para envolver filtros y una parte del papel de cigarrillos que envuelve la barra de tabaco, y así une el tapón de filtro con la barra de tabaco. Todos estos papeles se designarán en este caso y a continuación conjuntamente como materiales para envolver productos de tabaco.

15 Los materiales para envolver productos de tabaco contienen habitualmente cargas. Adicionalmente pueden estar contenidos otros aditivos para la obtención de propiedades especiales, tal como por ejemplo agente resistente en húmedo, sustancias que retardan la velocidad de combustión y/o sustancias que aceleran la velocidad de combustión etc.

20 Como cargas se introducen a este respecto habitualmente sustancias tales como carbonato de calcio, dióxido de titanio, hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, caolín, caolín calcinado o talco y sus mezclas en materiales para envolver productos de tabaco, pudiéndose controlar mediante elección adecuada del tipo y la cantidad de las cargas tanto las propiedades ópticas como también las propiedades de incandescencia. Los materiales para envolver productos de tabaco, que no presentan cargas o solo un bajo contenido de carga, pueden presentar una acción de extinción reforzada en productos de tabaco, sin embargo tales materiales para envolver productos de tabaco no tienen las propiedades ópticas deseadas, tal como un alto grado de blancura o una alta opacidad.

25 En materiales para envolver productos de tabaco existe sin embargo además también limitaciones de qué cargas pueden usarse según las disposiciones oficiales vigentes en cada caso. El carbonato de calcio puede usarse según las disposiciones validas sin limitación en todos los tipos de materiales para envolver productos de tabaco. Sin embargo se sabe que determinadas cargas son desventajosas para las propiedades ópticas y las propiedades de incandescencia. Además se sabe que los materiales para envolver productos de tabaco que presentan una alta proporción de cargas y muestran adicionalmente en su uso en productos de tabaco propiedades de incandescencia controladas así como un comportamiento de extinción deseado, además de carbonato de calcio requieren una proporción considerable de otras cargas o mezclas de otras cargas, así como eventualmente otras sustancias, por ejemplo sustancias que retardan la velocidad de combustión, que pueden incorporarse en estos materiales para envolver productos de tabaco.

30 Además se conoce en el campo técnico correspondiente aplicar sustancias tales como polímeros, silicatos, polisacáridos y derivados en soluciones o suspensiones acuosas o no acuosas en cantidad suficiente y en distribución geométrica adecuada en un material para envolver productos de tabaco, preferentemente papel de cigarrillos, para influir mediante esto en las propiedades de incandescencia del material para envolver productos de tabaco.

35 El los últimos años se han planteado entretanto otras exigencias a un artículo de tabaco, tal como por ejemplo un cigarrillo. Así se requiere últimamente que un artículo de tabaco que sigue incandescente durante la fumada habitual sin extinguirse, sin embargo se extinga cuando el artículo de tabaco se coloca sobre un material inflamable para impedir que el material inflamable se incendie. Con otras palabras, se desea un comportamiento de incandescencia controlado, en el que el producto de tabaco por un lado arda con el material para envolver productos de tabaco sin impedimentos al aire que pasa libremente y por otro lado sin embargo sobre bases que por su parte pueden ser inflamables, se auto-extinga poco después de contactar con estas bases.

40 La solicitud de patente japonesa n.º 11-151082 A divulga un cigarrillo con propiedades de incandescencia controladas, en el que están dispuestas una pluralidad de zonas anulares (zonas de control de combustión) de manera separada una de otra en dirección longitudinal de un cigarrillo. Estas zonas anulares están revestidas a su vez con una suspensión que comprende un material de carga inorgánico, tal como por ejemplo creta, limo u óxido de titanio en un polímero de celulosa.

45 La solicitud de patente europea EP 1 321 048 A1 describe un artículo de tabaco con propiedades de incandescencia controlada que comprende un papel de cigarrillos que está revestido con un agente regulador de la combustión, que debe adaptarse al comportamiento de combustión del artículo de tabaco. Como ejemplos de estos agentes reguladores de la combustión se mencionan proteínas, tales como por ejemplo gelatina, caseína, albúmina y gluten; polisacáridos espesantes, tales como por ejemplo almidón, goma xantana (EchoGum), goma de algarrobo, goma

- guar (Guarpack), goma tragacanto, goma de "Tara", polisacáridos de semillas de tamarindo (Glyloid), goma karaya, goma arábiga, pululano, dextrina, ciclodextrina (Oligoseven) y goma ghatti; polisacáridos gelificantes, tales como por ejemplo carragenano, curdlano, agar-agar, furcellarano, pectina, goma "Jeram" y gel "Kelco"; lípidos, tales como por ejemplo lecitina; derivados naturales, de alto peso molecular, tales como por ejemplo carboximetilcelulosa, metilcelulosa, éster de alginato de propilenglicol, y un almidón procesado, tal como por ejemplo fosfato de almidón; compuestos sintéticos de alto peso molecular, tales como por ejemplo poli(acrilato de sodio) y distintos emulsionantes de alto peso molecular; sales de amonio inorgánicas, tales como por ejemplo cloruro de amonio, fosfato de amonio, hidrogenofosfato de amonio, dihidrogenofosfato de amonio, bromuro de amonio y sulfato de amonio; hidróxidos inorgánicos, tales como por ejemplo hidróxido de bario, hidróxido de calcio e hidróxido de aluminio; y agentes ignífugos de sales inorgánicas, tales como por ejemplo borato de sodio, ácido bórico, cloruro de cinc, cloruro de magnesio, cloruro de calcio y sulfato de sodio. Estos agentes reguladores de la combustión deben poder usarse individualmente o en forma de una mezcla de al menos dos de estos agentes reguladores de la combustión.
- 15 El documento CN 101747909 B divulga un aditivo retardante de llama, que comprende carbonato de calcio e hidróxido de magnesio, que puede obtenerse mediante disposición de una solución de sulfato de magnesio, adición de una suspensión alcalina de hidróxido de calcio, adición de una solución de cloruro de calcio y separación del precipitado.
- 20 Es desventajoso en el modo de procedimiento descrito en este documento el procedimiento costoso y que requiere tiempo que comprende en total 10 etapas, durando solo la etapa 9 2-3 días. Además incluye la etapa 4 un tratamiento con ultrasonido que ha realizarse de manera solo muy costosa a escala técnica.
- 25 Además, el producto que puede obtenerse de esta manera solo por encima de 200 °C puede emitir cantidades significativas de agua. Los espectros de difracción de rayos X del producto muestran que el producto es una mezcla física de carbonato de calcio e hidróxido de magnesio.
- 30 En la solicitud de patente US 2006/0162884 A1 se describen pigmentos minerales que contienen un producto que se obtiene *in situ* mediante reacción de un carbonato de calcio con un ácido débil o un ácido fuerte, CO<sub>2</sub> gaseoso y una determinada sal. A este respecto debe usarse como sal silicato de aluminio, sílice sintética, silicato de calcio, un silicato de una sal monovalente, tal como por ejemplo silicato de sodio, silicato de potasio y/o silicato de litio, hidróxido de aluminio, aluminato de sodio y/o aluminato de potasio, debiendo ser el contenido de sales de silicatos monovalentes inferior al 0,1 % en peso, con respecto al peso en seco del carbonato de calcio. Los pigmentos minerales que pueden obtenerse de esta manera deben presentar un pH, medido a 20 °C, superior a 7,5.
- 35 La superficie BET del pigmento mineral de este documento debe encontrarse preferentemente entre 25 m<sup>2</sup>/g y 200 m<sup>2</sup>/g.
- 40 En el ejemplo de realización 10 de esta solicitud de patente se añaden a una suspensión de carbonato de calcio natural en agua polvo de hidróxido de aluminio y a continuación silicato de sodio y se trata la suspensión resultante con ácido fosfórico.
- 45 Una adición de una sal metálica a una suspensión de carbonato de calcio, que en la suspensión presenta, medida a 20 °C, una solubilidad superior a 9,0 mg/l, no puede deducirse sin embargo del documento.
- 50 Además esta solicitud no se ocupa del campo técnico de la presente invención, concretamente de la puesta a disposición de artículos de tabaco con propiedades de incandescencia controladas, sino que se refiere a la facilitación de cargas para papeles para impresión por chorro de tinta y tiene como objetivo en particular la mejora de la capacidad de impresión de papeles revestidos o no revestidos convencionales.
- 55 Finalmente, para los fines de la presente invención no pueden usarse sustancias con las que se formen silicatos de calcio como producto principal o como producto secundario, dado que los silicatos según las correspondientes disposiciones oficiales no están autorizados en papeles de cigarrillos.
- 60 Además, el producto que puede obtenerse de esta manera puede emitir solo por encima de 200 °C cantidades significativas de agua. Los espectros de difracción de rayos X del producto muestran que el producto es una mezcla física de carbonato de calcio e hidróxido de magnesio.
- 65 El documento WO-A-03/034845 describe cigarrillos con elevada tendencia a la auto-extinción, presentando el papel de cigarrillos zonas anulares, cuya permeabilidad al aire está reducida por la presencia de un polímero. En el caso de los polímeros usados se trata en particular de poli(acetato de vinilo), poli(acetato de vinilo) parcialmente hidrolizado o poli(alcohol vinílico).
- El documento EP 1 933 651 A1 describe un material para envolver productos de tabaco, en caso del cual se trata de un material base para envolver, sobre el que está aplicada al menos en zonas discretas una composición que comprende un polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado con un tamaño de partícula

(promedio en peso) del producto seco de polisacárido en el intervalo de 1  $\mu\text{m}$  a 1000  $\mu\text{m}$ .

5 Las cargas usadas habitualmente en materiales para envolver productos de tabaco van acompañadas por consiguiente de limitaciones e inconvenientes, en particular dado que mediante éstas no puede controlarse de manera dirigida el comportamiento de incandescencia del material para envolver productos de tabaco. Sin embargo sería deseable tener un material para envolver productos de tabaco que comprendiera cargas, con el que pueda controlarse de manera dirigida el comportamiento de incandescencia del material para envolver productos de tabaco.

10 Ante este hecho debían mostrarse mejores posibilidades para la reducción de la inflamabilidad de artículos combustibles. Se desean en particular mejores soluciones para el control de las propiedades de incandescencia y del comportamiento de extinción de artículos de tabaco, sobre todo mejores soluciones para el control de las propiedades de incandescencia de artículos de tabaco, debiendo arder los artículos de tabaco durante la fumada habitual a ser posible sin extinción, sin embargo, en contacto con otro material combustible, debiendo impedirse de la mejor manera posible su inflamación, es decir el producto de tabaco debía arder por un lado sin impedimentos al aire que pasa libremente y por otro lado sobre bases que por su parte pueden ser inflamables debía auto-extinguirse. A este respecto debía poder realizarse la solución de acuerdo con la invención a ser posible de manera sencilla así como a ser posible de manera económica y debía poder usarse de manera universal.

20 Se solucionan estos así como otros objetivos, que resultan directamente de los contextos discutidos en la descripción de la invención, mediante la facilitación de un material para envolver productos de tabaco con todas las características de la presente reivindicación 1. Las reivindicaciones dependientes que hacen referencia a la reivindicación 1 describen configuraciones preferentes del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención. En las demás reivindicaciones se ponen bajo protección procedimientos especialmente ventajosos para la fabricación del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, el uso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención así como productos de tabaco fabricados con el uso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención.

30 Mediante las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, que pueden obtenerse según un procedimiento, en el que

- a) se dispone una suspensión acuosa que contiene partículas de carbonato de calcio y
  - b) se añade una sal metálica que comprende un catión de aluminio,
- en el que la sal metálica

35 (i) puede formar en la suspensión un componente de aluminio básico y  
(ii) en agua, medida con el valor de pH de la suspensión dispuesta y una temperatura de 20 °C, presenta una solubilidad superior a 9,0 mg/l,

40 se facilita de manera no previsible sin más un aditivo, con el que puede controlarse de manera dirigida la inflamabilidad, las propiedades de incandescencia y el comportamiento de extinción del material para envolver productos de tabaco. A este respecto permite el uso de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en particular un control excelente de las propiedades de incandescencia de artículos de tabaco, ardiendo los artículos de tabaco durante la fumada habitual a ser posible sin extinción, sin embargo, en contacto con otro material, impidiéndose de la mejor manera posible su inflamación, es decir la presente invención permite la facilitación de productos de tabaco, que por un lado arden sin impedimentos al aire que pasa libremente y por otro lado sobre bases que por su parte pueden ser inflamables se auto-extinguen. La solución de acuerdo con la invención puede realizarse de manera muy sencilla y muy económica y puede usarse de manera universal.

50 En comparación con los procedimientos descritos en el estado de la técnica, en particular en las solicitudes de patente JP 11-151082 A y EP 1 321 048 A1, para el control de las propiedades de incandescencia de artículos de tabaco convencionales pueden observarse las ventajas de la presente invención en particular en que las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención pueden sustituir la carga que va a usarse en cada caso en un material para envolver productos de tabaco. En el caso ideal se usa solo un aditivo, concretamente las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, con las ventajas técnicas de procedimiento de manera correspondiente.

60 En comparación con polvos, que comprenden una mezcla física de carbonato de calcio y un componente metálico básico, tal como por ejemplo hidróxido de aluminio o hidróxido de magnesio, presentan las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención varias ventajas. En particular permiten un control mejor y más eficaz de las propiedades de incandescencia von artículos de tabaco.

65 En la fabricación de artículos de tabaco se saca provecho de que puede usarse básicamente la misma carga que hasta ahora, concretamente  $\text{CaCO}_3$ , con la consecuencia de que los procedimientos ya existentes para la fabricación de artículos de tabaco deben modificarse, en caso de que se modifiquen, solo de manera insignificante. Las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención pueden manipularse fácilmente y

muestran una compatibilidad muy buena y un excelente comportamiento de mezcla, en particular con celulosas de fibra larga.

5 Son objeto de la presente invención de manera correspondiente a esto materiales para envolver productos de tabaco que comprenden partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención que pueden obtenerse mediante un procedimiento, en el que

a) se dispone una suspensión acuosa que contiene partículas de carbonato de calcio y

b) se añade una sal metálica que comprende un catión de aluminio.

10 En el contexto de la presente invención se disponen partículas de carbonato de calcio en una suspensión acuosa.

La suspensión que va a disponerse en la etapa a), que contiene partículas de carbonato de calcio, presenta preferentemente un valor de pH en el intervalo de 6,0 a 13,0, preferentemente en el intervalo de 6,0 a 11,0, en cada caso medido a 20 °C.

Además, la suspensión que va a disponerse en la etapa a), que contiene partículas de carbonato de calcio, en cada caso con respecto a su peso total, comprende preferentemente al menos el 1,0 % en peso, preferentemente al menos el 5,0 % en peso, en particular del 8,0 % en peso al 22,0 % en peso, de carbonato de calcio. Con adición de agentes mejoradores de la viscosidad adecuados y en sí conocidos son concebibles sin embargo proporciones esencialmente más altas de hasta el 75,0 % en peso de carbonato de calcio.

Adicionalmente puede contener la suspensión otras sustancias minerales, tales como talco, caolín, dióxido de titanio, óxido de magnesio, comportándose estas sustancias minerales en la suspensión a temperaturas en el intervalo de 10 °C a 90 °C y el valor de pH de la suspensión convenientemente de manera inerte. La proporción de estas sustancias minerales en la suspensión, con respecto al peso total de la suspensión, es sin embargo preferentemente inferior al 25,0 % en peso, preferentemente inferior al 10,0 % en peso, de manera especialmente preferente inferior al 5,0 % en peso, de manera conveniente inferior al 1,0 % en peso, en particular inferior al 0,1 % en peso. En el contexto de una forma de realización especialmente preferente de la presente invención no contiene la suspensión, excepto los componentes esenciales mencionados en esta solicitud, ninguna sustancia mineral adicional. De acuerdo con la invención se entiende por sustancias minerales elementos químicos o compuestos químicos, en caso de los cuales se trata de partes constituyentes cristalizadas que contienen los módulos más pequeños, que están dispuestos de manera tridimensionalmente periódica a pesar de irregularidades y defectos de estructura cristalina existentes eventualmente y se formaron mediante procesos geológicos.

El origen del carbonato de calcio usado es de importancia subordinada para la presente invención y pueden usarse tanto partículas de carbonato de calcio molidas naturales (GCC), como también partículas de carbonato de calcio precipitadas (PCC), siendo especialmente ventajoso sin embargo el uso de partículas de carbonato de calcio precipitadas.

La forma de las partículas de carbonato de calcio usadas preferentemente, en particular de las partículas de carbonato de calcio precipitadas, no está sujeta de acuerdo con la invención a ninguna limitación adicional y puede adaptarse al fin de aplicación concreto. Preferentemente se usan sin embargo partículas escalenoédricas, romboédricas, en forma de aguja, en forma de placa o en forma de bola (esféricas). En el contexto de una forma de realización muy especialmente preferente de la presente invención se usan partículas de carbonato de calcio en forma de aguja (preferentemente aragoníticas), romboédricas (preferentemente calcíticas) y/o escalenoédricas (preferentemente calcíticas), de manera conveniente partículas de carbonato de calcio en forma de aguja (preferentemente aragoníticas) y/o escalenoédricas (preferentemente calcíticas), en particular partículas de carbonato de calcio precipitadas, prefiriéndose el uso en la mayoría de los casos de partículas de carbonato de calcio escalenoédricas (preferentemente calcíticas), en particular de partículas de carbonato de calcio escalenoédricas precipitadas (preferentemente calcíticas).

El diámetro promedio de las partículas de carbonato de calcio usadas, sobre todo de las partículas de carbonato de calcio precipitadas, puede seleccionarse en principio libremente. Éste se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,05 µm a 30,0 µm, en particular en el intervalo de 0,1 µm a 15,0 µm.

Para partículas de carbonato de calcio escalenoédricas, el diámetro promedio de las partículas de carbonato de calcio se encuentra favorablemente en el intervalo de 0,05 µm a 5,0 µm, es preferentemente inferior a 3,0 µm, de manera especialmente preferente inferior a 1,8 µm, en particular inferior a 1,6 µm. Además es el diámetro de partícula promedio en este caso favorablemente superior a 0,1 µm, preferentemente superior a 0,3 µm, de manera especialmente preferente superior a 0,6 µm, de manera conveniente superior a 0,8 µm, en particular superior a 1,0 µm.

Los tamaños de partícula promedio mencionados anteriormente (basados en el peso) de las partículas de carbonato de calcio usadas se determinan en el contexto de la presente invención convenientemente por medio de

procedimiento de análisis de sedimentación, siendo especialmente ventajoso en este contexto el uso de un instrumento Sedigraph 5100 (Micromeritics GmbH). La determinación de esta magnitud medida se realiza como también para todas las otras magnitudes de medida mencionadas en esta solicitud, siempre que no se indique lo contrario, preferentemente a 20 °C.

5 La preparación de la suspensión acuosa puede realizarse de manera en sí conocida mediante mezclado de los componentes. Como alternativa es también posible preparar la suspensión acuosa *in situ* por ejemplo mediante introducción de gas que contiene CO<sub>2</sub> en lechada de cal acuosa.

10 En la etapa b) se añade una sal metálica que comprende un catión de aluminio, a la suspensión acuosa, preferentemente a una suspensión acuosa que contiene carbonato de calcio. A este respecto, la sal metálica usada está caracterizada además por que ésta es capaz de poder formar en la suspensión de manera cuasi *in situ* un componente de aluminio básico.

15 En el contexto de la presente invención, la sal metálica que contiene cationes de aluminio, que puede formar un componente de metal básico, presenta en agua, medida con el valor de pH de la suspensión dispuesta y una temperatura de 20 °C, una solubilidad superior a 9,0 mg/l, preferentemente superior a 100,0 mg/l, de manera especialmente preferente superior a 500,0 mg/l, de manera conveniente superior a 1,0 g/l, de manera favorable superior a 5,0 g/l, aún más preferentemente superior a 100,0 g/l, en particular superior a 400,0 g/l. A continuación se designa por tanto en ocasiones como “sal metálica soluble en agua”.

20 Además, la sal metálica que puede formar un componente de metal básico, comprende preferentemente menos del 10,0 % en mol, preferentemente menos del 5,0 % en mol, de manera favorable menos del 1,0 % en mol, de manera especialmente preferente menos del 0,1 % en mol, en particular no comprende aniones distintos de hidróxido, que  
25 puedan formar sales con iones Ca<sup>2+</sup>, que presentan en agua, medida con el valor de pH de la suspensión dispuesta y una temperatura de 20 °C, una solubilidad inferior a 5,0 g/l, preferentemente inferior a 2,5 g/l, de manera especialmente preferente inferior o igual a 2,0 g/l, en particular inferior a 1,0 g/l. Sobre todo, la proporción de sales metálicas que comprenden iones sulfato y/o silicatos es para los fines de la presente invención a ser posible baja.

30 En cuanto a las solubilidades en agua de algunas sales resumidas en la siguiente lista se prefiere especialmente por tanto el uso de Al(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub> para los fines de la presente invención, mientras que el uso de Al(OH)<sub>3</sub> como sal metálica soluble en agua no es posible de acuerdo con la invención.

Sal	Solubilidad en agua a 20 °C [mg/l]
Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub>	419.000
Al(OH) <sub>3</sub>	1,5
CaCl <sub>2</sub>	740.000
Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	>1470.000
CaSiO <sub>3</sub>	prácticamente insoluble
Ca(OH) <sub>2</sub>	1.700
CaCO <sub>3</sub>	14

35 Otras sales metálicas especialmente adecuadas para los fines de la presente invención, que pueden formar un componente de metal básico, incluyen cloruro de aluminio, poli(cloruro de aluminio), sulfato de aluminio, nitrato-sulfato de aluminio, poli(nitrato-sulfato de aluminio) (Nicasol® de la empresa Sachtleben Wasserchemie), cloruro de hidróxido de aluminio, cloruro-sulfato de hidróxido de aluminio y nitrato-sulfato de hidróxido de aluminio.

40 Además han resultado especiales los aluminatos como sales metálicas. Según esto se trata de sales del ácido aluminico HAlO<sub>2</sub>·H<sub>2</sub>O, en las que el aluminio forma un anión complejo [Al(OH)<sub>4</sub>]<sup>-</sup> con iones hidróxido como ligandos, así como sales, en las que el anión se encuentra como condensado del ion aluminato. Los aluminatos especialmente preferentes cumplen la fórmula general Met[Al(OH)<sub>4</sub>] con Met igual a un catión monovalente, en particular aluminato de sodio (NaAl(OH)<sub>4</sub>) y aluminato de potasio (KAl(OH)<sub>4</sub>).

45 De acuerdo con la invención ha resultado muy especialmente favorable la adición de una sal de aluminio.

La cantidad de adición de la sal metálica soluble en agua se selecciona preferentemente de manera que la proporción en peso de aluminio de la sal metálica soluble en agua con respecto al mineral de las partículas de carbonato de calcio se encuentre en el intervalo de 0,01 a 25,0, preferentemente en el intervalo de 0,1 a 20,0, de manera especialmente preferente en el intervalo de 0,2 a 15,0, en particular en el intervalo de 2,0 a 7,5.

La reacción de los componentes en la etapa b) se realiza preferentemente a una temperatura en el intervalo de 5 °C a 90 °C, preferentemente en el intervalo de 15 °C a 30 °C, y conduce preferentemente a la formación *in situ* de las

partículas de material compuesto básicas usadas de acuerdo con la invención.

Las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención precipitan en las condiciones mencionadas anteriormente a partir de la mezcla de reacción y pueden separarse de manera en sí conocida, por ejemplo mediante filtración o centrifugación, de la solución de hidróxido madre. Para la purificación posterior pueden lavarse las partículas de material compuesto en caso necesario con agua, acetona y/u otras sustancias adecuadas.

En el contexto de otra variante preferente de la presente invención se usa la suspensión de las partículas de material compuesto sin aislamiento de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención directamente en el procedimiento de fabricación de papel.

Es posible además la adición de una sal metálica durante la preparación de una suspensión de carbonato de calcio a partir de una suspensión acuosa de  $\text{Ca(OH)}_2$  (lechada de cal) mediante introducción de  $\text{CO}_2$ . Se prefiere en este contexto un procedimiento, en el que

- a) se dispone una suspensión acuosa de  $\text{Ca(OH)}_2$ ,
- b) se introduce una primera cantidad de gas que contiene  $\text{CO}_2$  en la suspensión acuosa de  $\text{Ca(OH)}_2$ ,
- c) se añade una sal metálica que comprende un catión de aluminio
- d) se introduce una segunda cantidad de gas que contiene  $\text{CO}_2$  en la mezcla de reacción y
- e) se aíslan las partículas de material compuesto que se forman.

Los procedimientos descritos anteriormente conducen a una incorporación del componente metálico básico que se forma preferentemente *in situ* en las partículas de carbonato de calcio dispuestas. En cuanto a los componentes metálicos básicos puros son las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención preferentemente amorfas en rayos X, es decir la cobertura de orden de largo alcance de los componentes metálicos básicos añadidos se encuentra por debajo de la longitud de coherencia de la radiación de rayos X usada, en particular por debajo de la longitud de coherencia de la radiación  $\text{Cu K}\alpha$  (longitud de onda 154 pm).

Los estudios de difracción de rayos X en las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención no muestran por tanto preferentemente ninguna reflexión de Bragg de los componentes metálicos básicos puros, en particular de hidróxido de aluminio, sino que muestran, en caso de que lo hagan, únicamente la denominada convexidad de señales que reproducen la distribución de Gauß habitual de la distancia promedio entre átomos del componente metálico básico puro.

De manera correspondiente a esto pueden usarse espectros de difracción de rayos X por regla general para diferenciar partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención de mezclas convencionales de partículas minerales y de un componente metálico básico, en particular de mezclas convencionales de carbonato de calcio y de un componente metálico básico.

Así, en particular en caso de partículas de material compuesto que contienen aluminio, que contienen carbonato de calcio calcítico, en un registro de difracción de rayos X de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención es la intensidad de señal con  $2\theta = 18,3 \pm 1,0$ , preferentemente con  $2\theta = 18,3 \pm 0,5$ , en particular con  $2\theta = 18,3$ , habitualmente inferior al 100,0 %, preferentemente inferior al 75,0 %, de manera especialmente preferente inferior al 50,0 %, de manera favorable inferior al 25,0 %, de manera conveniente inferior al 10,0 %, aún más preferentemente inferior al 5,0 %, de manera muy especialmente preferente inferior al 1,0 %, en particular inferior al 0,1 %, definiéndose la intensidad de la señal con  $2\theta = 29,5 \pm 1,0$ , preferentemente con  $2\theta = 29,5 \pm 0,5$ , en particular con  $2\theta = 29,5$ , en el mismo registro de difracción de rayos X como el 100 %.

Para partículas de material compuesto que contienen aluminio, que contienen carbonato de calcio aragonítico, en un registro de difracción de rayos X de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención es la intensidad de señal con  $2\theta = 18,3 \pm 1,0$ , preferentemente con  $2\theta = 18,3 \pm 0,5$ , en particular con  $2\theta = 18,3$ , habitualmente inferior al 100,0 %, preferentemente inferior al 75,0 %, de manera especialmente preferente inferior al 50,0 %, de manera favorable inferior al 25,0 %, de manera conveniente inferior al 10,0 %, aún más preferentemente inferior al 5,0 %, de manera muy especialmente preferente inferior al 1,0 %, en particular inferior al 0,1 %, definiéndose la intensidad de la señal con  $2\theta = 26,2 \pm 1,0$ , preferentemente con  $2\theta = 26,2 \pm 0,5$ , en particular con  $2\theta = 26,2$ , en el mismo registro de difracción de rayos X como el 100 %.

La diferencia estructural entre las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención y las mezclas convencionales de partículas minerales y componente metálico básico, en particular entre las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención y las mezclas convencionales de partículas de carbonato de calcio y componente metálico básico, conduce además a un comportamiento distinto de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en comparación con mezclas convencionales de partículas minerales y componente metálico básico, en particular en comparación con mezclas convencionales de partículas minerales y componente metálico básico, en estudios termogravimétricos. Las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención emiten continuamente agua en caso de calentamiento a partir de temperatura

ambiente (20 °C) hasta por encima de 200 °C, preferentemente hasta por encima de 300 °C, en particular hasta por encima de 450 °C, mientras que una mezcla de partículas minerales y  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , en particular de PCC y  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , solo emite cantidades significativas de agua a partir de una temperatura mínima superior a 200 °C.

- 5 Los estudios termogravimétricos se realizan en este contexto preferentemente en el intervalo de 40 °C a 1000 °C. La velocidad de calentamiento es preferentemente de 20 °C/min. Las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, que presentan preferentemente una humedad medida a 130 °C inferior al 5 %, preferentemente inferior al 4 %, en particular inferior al 3 %, muestran en el análisis termogravimétrico en el intervalo de 40 °C a 200 °C con una velocidad de calentamiento de 20 °C preferentemente una pérdida de peso de al menos el 0,4 %, preferentemente de al menos el 5,0 %, en particular de al menos el 10,0 %.

15 La composición de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención puede seleccionarse en principio libremente y puede adaptarse al fin de aplicación concreto. En el sentido de la presente invención han resultado especialmente adecuadas sin embargo partículas de material compuesto, que comprenden en cada caso con respecto al peso total de las partículas de material compuesto

- 20 a) al menos el 23,2 % en peso, preferentemente al menos el 30,3 % en peso, de manera especialmente preferente al menos el 34,8 % en peso, en particular al menos el 37,3 % en peso, de calcio  
 b) al menos el 34,8 % en peso, preferentemente al menos el 45,4 % en peso, de manera especialmente preferente al menos el 52,0 % en peso, en particular al menos el 55,8 % en peso, de carbonato,  
 c) al menos el 0,1 % en peso, preferentemente al menos el 0,5 % en peso, de manera especialmente preferente al menos el 1,0 % en peso, en particular al menos el 2,5 % en peso, de un catión de aluminio y  
 d) al menos el 0,1 % en peso, preferentemente al menos el 0,7 % en peso, de manera especialmente preferente al menos el 1,3 % en peso, en particular al menos el 3,5 % en peso, de hidróxido.

25 Las respectivas proporciones de calcio, carbonato y del catión de aluminio se determinan a este respecto preferentemente por medio de análisis de fluorescencia de rayos X. La proporción de hidróxido se determina preferentemente de la diferencia hasta el 100 % en peso.

30 Para los fines de la presente invención se encuentra la superficie BET de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención preferentemente en el intervalo de 0,1 m<sup>2</sup>/g a 100 m<sup>2</sup>/g, preferentemente en el intervalo de 1,0 m<sup>2</sup>/g a menos de 25,0 m<sup>2</sup>/g, de manera especialmente preferente en el intervalo de 2,5 m<sup>2</sup>/g a menos de 20,0 m<sup>2</sup>/g, en particular en el intervalo de 5,0 m<sup>2</sup>/g a 12,0 m<sup>2</sup>/g.

35 La superficie específica (superficie BET) de las partículas de material compuesto se determina preferentemente por medio de adsorción de nitrógeno usando el procedimiento de BET. El uso de un aparato de análisis Micromeritics Gemini 2360 ha dado buen resultado muy especialmente en este contexto. De manera conveniente se desgasifican las muestras antes de la medición de adsorción a 130 °C durante al menos 3 horas, en particular durante al menos 12 horas, siendo especialmente ventajoso para ello el uso de un desgasificador FlowPrep 060.

40 Los posibles campos de aplicación de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención son directamente evidentes. Éstas son adecuadas en particular como aditivo para sustancias combustibles para controlar sus propiedades de incandescencia. Éstas se usan por tanto en particular como aditivo para el control de las propiedades de incandescencia.

45 Además, una adición de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención tiene un fuerte efecto de auto-extinción, dado que las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención liberan agua continuamente y de esta manera auto-extinguen la lumbre.

50 La aplicación de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención es especialmente ventajosa por tanto en particular en artículos de tabaco, en particular en cigarrillos.

55 Para papeles de cigarrillos, papeles de revestimiento y papeles para envolver filtros se seleccionan habitualmente cantidades de adición de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención que corresponden al contenido de las cargas usadas habitualmente, encontrándose las cantidades de adición preferentemente en el intervalo del 0,1 % en peso al 50,0 % en peso, en particular en el intervalo del 0,2 % en peso al 45,0 % en peso, para garantizar el control de las propiedades de incandescencia.

60 En el contexto de una forma de realización de la presente invención se usan las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en materiales para envolver productos de tabaco. En este caso, las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención preferentemente pueden conferir, además de su función como carga, propiedades de incandescencia controladas al material para envolver productos de tabaco.

65 Habitualmente, las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención presentan para esta aplicación un tamaño de partícula promedio de 0,1 µm a 10 µm, preferentemente de 0,5 µm a 5 µm, en particular de 1 µm a 3 µm.

Además se encuentra la superficie BET de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención para esta aplicación preferentemente en el intervalo de 0,1 m<sup>2</sup>/g a 100 m<sup>2</sup>/g, preferentemente en el intervalo de 1,0 m<sup>2</sup>/g a inferior a 25,0 m<sup>2</sup>/g, de manera especialmente preferente en el intervalo de 2,5 m<sup>2</sup>/g a menos de 20,0 m<sup>2</sup>/g, en particular en el intervalo de 5,0 m<sup>2</sup>/g a 12,0 m<sup>2</sup>/g.

5 El contenido total de cargas del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención asciende habitualmente a del 0,1 % en peso al 50 % en peso, habitualmente a del 0,2 % al 45 % en peso, preferentemente a del 10 % en peso al 45 % en peso, preferentemente a del 15 % en peso al 40 % en peso, en particular a del 25 % en peso al 35 % en peso, con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco.

10 Además de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención puede contener el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención opcionalmente otras cargas tales como carbonato de calcio, dióxido de titanio, hidróxido de aluminio, hidróxido de magnesio, caolín, caolín calcinado o talco. La proporción de estas cargas adicionales, con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco, es sin embargo preferentemente inferior al 25,0 % en peso, preferentemente inferior al 10,0 % en peso, de manera especialmente preferente inferior al 5,0 % en peso, de manera conveniente inferior al 1,0 % en peso, en particular inferior al 0,1 % en peso.

20 En el caso del material para envolver productos de tabaco puede tratarse de un papel de cigarrillos, que envuelve la barra de tabaco, un papel para envolver filtros, que rodea el filtro, o un papel de revestimiento (papel base para el revestimiento de la boquilla, que se designa también como papel de boquilla). Además puede tratarse de papel de cigarrillos de cigarrillos sin filtro, que envuelve la barra de tabaco. En una forma de realización preferente se trata en el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención de un papel de cigarrillos. En otra forma de realización preferente se trata en el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención de un papel de revestimiento.

25 Además puede contener el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención opcionalmente otras partes constituyentes, tal como una sustancia que retarda la velocidad de combustión y/o una sustancia que acelera la velocidad de combustión con del 0,1 % al 6 %, preferentemente del 0,3 % al 3 % de proporción en peso.

30 Otras partes constituyentes opcionales preferentes son aglutinantes a base de polisacáridos tales como goma guar, galactomanano, almidón y sus derivados, carboximetilcelulosa y agentes resistentes en húmedo para una resistencia en húmedo temporal o permanente y agentes de encolado para la hidrofobización y control de la capacidad de penetración del material para envolver productos de tabaco.

35 Como sustancia que acelera la velocidad de combustión pueden usarse en caso necesario sales de metal alcalino o alcalinotérreo, tales como sales de sodio, de potasio y de magnesio, o sales de ácido carboxílico, tales como sales de ácido acético, de ácido cítrico, de ácido málico, de ácido láctico y de ácido tartárico, en particular sales de ácido cítrico.

40 Las proporciones de las respectivas partes constituyentes en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención ascienden, en cada caso con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco, habitualmente (en caso de que existan) a del 0 % al 6 % en peso, preferentemente a del 0,5 % en peso al 3 % en peso de una sustancia que retarda y/o que acelera la velocidad de combustión.

45 Los materiales base para envolver preferentes para el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención están compuestos habitualmente de fibras de celulosa, que se obtienen por ejemplo de lino, madera blanda o madera dura. Para modificar las propiedades del material base para envolver (en caso deseado), pueden usarse también distintas mezclas de fibras de celulosa como material base para envolver.

50 Las fibras de celulosa usadas para la fabricación de papel se diferencian habitualmente en fibras largas y cortas, tratándose en el caso de las fibras largas normalmente de fibras de celulosa de maderas de coníferas, tales como abeto rojo o pino, con una longitud de más de 2 mm, mientras que las fibras cortas proceden de maderas de árboles frondosos, tales como abedul, haya o eucalipto y normalmente presentan una longitud de menos de 2 mm, con frecuencia menos de 1 mm.

55 El material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención tiene en ausencia de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención habitualmente una permeabilidad al aire de 5 UC a 200 UC (= unidades Coresta), preferentemente de 20 UC a 130 UC, en particular de 30 UC a 90 UC. Ciertas perforaciones adicionales de distinto tipo que se introducen en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, pueden conducir a materiales para envolver productos de tabaco con permeabilidades al aire de más de 200 UC.

60 La masa por unidad de superficie del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención asciende habitualmente a de 10 g/m<sup>2</sup> a 120 g/m<sup>2</sup>, preferentemente a de 15 g/m<sup>2</sup> a 80 g/m<sup>2</sup>, muy preferentemente a

de 15 g/m<sup>2</sup> a 70 g/m<sup>2</sup>, aún muy preferentemente a de 18 g/m<sup>2</sup> a 40 g/m<sup>2</sup>.

La fabricación del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención se realiza habitualmente en máquinas para hacer papel, por ejemplo en máquinas de mesa plana.

5 En una primera etapa de la fabricación se suspende la celulosa habitualmente en agua y después se muele en una unidad de molienda, un denominado refinador. Es habitual que se muelan por separado las fibras cortas y largas. La intensidad con la que se ha molido la celulosa se determina mediante la medición del grado de molienda, por ejemplo según la norma ISO 5267 ("Pulps. Determination of drainability - Part 1: Schopper-Riegler method"). El resultado de esta medición se indica en grado según Schopper-Riegler (°SR).

Normalmente se muele la celulosa de fibras largas para la aplicación en materiales para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención hasta un grado de molienda de 50-90 °SR, preferentemente en 70 - 80 °SR.

15 La celulosa de fibras cortas se muele en la mayoría de los casos claramente menos intensamente y alcanza un grado de molienda de 20 °SR a 60 °SR, preferentemente de 40 °SR a 60 °SR. La molienda de celulosas de fibras cortas puede suprimirse también completamente.

20 La suspensión de celulosa preparada se conduce desde una caja de flujo de pasta de la máquina para hacer papel hasta un tamiz de deshidratación y puede deshidratarse allí con distintos medios, por ejemplo mediante fuerza de gravedad o vacío. Después de esto puede recorrer la red de fibras húmeda una parte de prensado, en la que ésta se deshidrata adicionalmente mediante presión mecánica contra un fieltro de prensa. Finalmente puede recorrer la red de fibras aún una parte de secado y fieltros de secado o tamices de secado que presionan la red de fibras contra una superficie cilíndrica de secado caliente (por ejemplo calentada con vapor) y debido a ello secan la red de fibras.

25 En lugar de la parte de secado con cilindros de secado puede usarse también un secado con flujo de aire o secado con choque de aire y/u otro tipo de secado por convección. A continuación puede enrollarse el material para envolver productos de tabaco acabado. En caso deseado pueden realizarse aún otras etapas de procesamiento en la máquina para hacer papel, por ejemplo un encolado en una prensa encoladora o de película, la aplicación de marcas de agua, una estampación etc.

30 Las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención pueden añadirse mediante mezclado o bien a la suspensión de celulosa antes de la deshidratación y/o pueden añadirse a la pulpa de celulosa tras la deshidratación por ejemplo por medio de una prensa encoladora o mediante aplicación por pulverización y/o pueden aplicarse sobre la superficie del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, fabricado tal como se ha descrito anteriormente, mediante aplicación, por ejemplo inmersión, aplicación mediante pulverización, impresión, extensión.

35 Para los fines de la presente invención se prefiere especialmente un procedimiento para la fabricación de un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que comprende una fabricación de un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención en una máquina para hacer papel usando una suspensión de celulosa que contiene partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención.

45 Además se prefiere especialmente un procedimiento para la fabricación de un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que comprende una fabricación de un material para envolver productos de tabaco en una máquina para hacer papel, añadiéndose partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención a la pulpa de celulosa tras la deshidratación por medio de una prensa encoladora y/o mediante cualquier otro dispositivo de aplicación.

50 Además se prefiere especialmente un procedimiento para la fabricación de un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que comprende una aplicación de partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención sobre un material para envolver productos de tabaco fabricado por medio de una máquina para hacer papel.

55 En una forma de realización preferente se añaden las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención a la suspensión de celulosa. En otra forma de realización preferente se aplican las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención sobre la superficie de un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención fabricado por ejemplo por medio de una máquina para hacer papel o bien por toda la superficie o únicamente en zonas especiales, preferentemente únicamente en zonas especiales, tal como se describe a continuación.

60 En una forma de realización, cuando en el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención se trata de un papel de revestimiento, puede prescindirse del uso de cargas adicionales además de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en el papel de revestimiento. La cantidad de partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en un papel de revestimiento de este tipo, que contiene éstas como carga, puede ascender habitualmente a del 0,1 % en peso al 50 % en peso, habitualmente a del 0,2 % al 45 % en peso, preferentemente a del 10 % en peso al 45 % en peso.

5 En otra forma de realización, cuando en el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención se trata de un papel para envolver filtros, puede prescindirse del uso de cargas adicionales además de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en el papel para envolver filtros. La cantidad de partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en un papel para envolver filtros de este tipo, que contiene éstas como carga, puede ascender habitualmente a del 0,1 % en peso al 50 % en peso, habitualmente a del 0,2 % al 45 % en peso, preferentemente a del 10 % en peso al 45 % en peso.

10 En otra forma de realización, cuando en el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención se trata de un papel de cigarrillos, pueden usarse las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención como única carga en cantidades de habitualmente el 0,1 % en peso al 50 % en peso, habitualmente del 0,2 % al 45 % en peso, preferentemente del 10 % en peso al 45 % en peso, con respecto al peso del papel de cigarrillos, o como un componente de una mezcla de cargas, ascendiendo la cantidad de carga total habitualmente a del 0,1 % en peso al 50 % en peso, habitualmente a del 0,2 % al 45 % en peso, preferentemente a del 10 % en peso al 45 % en peso, con respecto al peso del papel de cigarrillos, y ascendiendo la proporción de las partículas de material compuesto que van a usarse de acuerdo con la invención a del 20 % al 99 %, preferentemente a del 50 % al 99 %, en particular a del 60 % al 99 %, con respecto al peso de la mezcla de cargas. En el caso de la mezcla de cargas puede tratarse de una mezcla de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención y otra carga, preferentemente carbonato de calcio precipitado, que se ha preparado por ejemplo por medio de una reacción de precipitación de hidróxido de calcio y dióxido de carbono.

20 Mediante incorporación de una mezcla de cargas de este tipo en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención es posible modificar habitualmente la acción que favorece la incandescencia de la carga adicional, por ejemplo del carbonato de calcio precipitado, mediante adición de proporciones adecuadas de más del 20 %, preferentemente de más del 50 % de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención que presentan una acción retardante de la incandescencia, con respecto al peso de la mezcla de cargas, por ejemplo anular una acción que favorece la incandescencia, determinándose de acuerdo con la invención que esta acción comienza habitualmente con proporciones superiores al 30 % de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, con respecto al peso de la mezcla de cargas. Por consiguiente es posible controlar de manera dirigida las propiedades de incandescencia del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, por ejemplo la velocidad de incandescencia de papel de cigarrillos y por consiguiente el número de caladas de productos de tabaco, por ejemplo cigarrillos, sin modificar otros parámetros del papel de cigarrillos tal como la masa por unidad de superficie, permeabilidad al aire, cantidad y tipo de sal incandescente. Esto puede aprovecharse para un resultado sensorial equilibrado del producto de tabaco.

35 En otra forma de realización puede tratarse en el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención de un papel de cigarrillos que contiene zonas discretas, en las que se ha modificado la permeabilidad al aire del material base para envolver (el denominado papel de cigarrillos LIP). En una forma de realización, en el caso de las zonas discretas con permeabilidad al aire modificada se trata de zonas con una permeabilidad al aire de 0 UC a 30 UC, preferentemente de 3 UC a 15 UC, en particular de 3 UC a 10 UC.

40 En el caso del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, en el que se aplican las zonas discretas mencionadas anteriormente, en las que se ha modificado la permeabilidad al aire del material base para envolver, puede tratarse en una forma de realización de un material para envolver productos de tabaco, en el que se introdujeron las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, o como alternativa en otra forma de realización puede tratarse de un material para envolver productos de tabaco que no contiene las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención. En una forma de realización preferente se aplican en un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención zonas discretas que contienen partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en una cantidad del 5 % en peso al 20 % en peso, con respecto al peso total de las zonas discretas aplicadas, conteniendo el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, en el que se aplican las zonas discretas, las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en una cantidad del 15 %-40 %, con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención.

55 Las zonas discretas pueden formarse mediante aplicación de una sal incandescente, por ejemplo de las mencionadas anteriormente, y/o de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención y/o de una mezcla de partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención y otra carga, tal como por ejemplo carbonato de calcio, y/o de un polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado eventualmente en relación con las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención.

60 En una forma de realización preferente se aplican zonas discretas en un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que contiene una sustancia que retarda la velocidad de combustión y eventualmente las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, conteniendo la sustancia que va a aplicarse que forma las zonas discretas igualmente una sustancia que retarda la velocidad de combustión, de modo que el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención que presenta las zonas discretas está caracterizado por que el contenido de la sustancia que retarda la velocidad de combustión es distinto en las áreas en las zonas discretas y fuera de las zonas discretas.

En otra forma de realización preferente se aplican zonas discretas en un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que contiene una sustancia que modifica la velocidad de combustión y eventualmente partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, conteniendo la sustancia la sustancia que va aplicarse que forma las zonas discretas una sustancia que modifica la velocidad de combustión, que es distinta de la sustancia que retarda la velocidad de combustión contenida en el material para envolver productos de tabaco, de modo que el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención que presenta las zonas discretas está caracterizado por que el tipo de la sustancia que modifica la velocidad de combustión es distinto en las áreas en las zonas discretas y fuera de las zonas discretas.

En otra forma de realización preferente se aplican zonas discretas en un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que contiene partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, conteniendo la sustancia que va a aplicarse que forma las zonas discretas igualmente partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, de modo que el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención que presenta las zonas discretas está caracterizado por que el contenido de partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención es distinto en las áreas en las zonas discretas y fuera de las zonas discretas.

En otra forma de realización preferente se aplican zonas discretas en un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, que contiene partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención, conteniendo la sustancia que va a aplicarse que forma las zonas discretas un polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado, de modo que el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención que presenta las zonas discretas está caracterizado por que el contenido de partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención no es distinto en las áreas en las zonas discretas y fuera de las zonas discretas.

Mediante la incorporación de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención antes de la aplicación de zonas discretas es posible, en particular cuando se aplica por ejemplo un polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado en zonas discretas, que el polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado puede usarse en las zonas discretas en cantidades más bajas que hasta ahora para la reducción de la permeabilidad al aire hasta por ejemplo de 3 UC a 15 UC. Por consiguiente se caracteriza un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención que presenta zonas discretas de permeabilidad al aire reducida también por que las zonas discretas ya no pueden distinguirse o pueden distinguirse claramente menos por el ojo humano.

Además se aprecia en un material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención de este tipo con zonas discretas de permeabilidad al aire reducida una diferencia sensorial más baja al fumar el producto de tabaco en la comparación de las zonas discretas y las zonas fuera de la zona discreta frente a papeles de cigarrillos convencionales sin partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención y diferencias correspondientemente muy marcadas entre la zona discreta y las zonas fuera de la zona discreta.

Como polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado puede usarse un almidón sometido a una fragmentación mecánica y a una reticulación química, almidón modificado, derivado de almidón, celulosa, derivado de celulosa, quitosano, derivado de quitosano, quitina, derivado de quitina, alginato, derivado de alginato o una combinación de estos compuestos, preferentemente un almidón mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado.

Por un polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado se entiende un polisacárido que se tritura mediante una acción de cizallamiento y posterior expansión usando por ejemplo una prensa extrusora, pudiéndose someter este polisacárido también a las más diversas reacciones químicas, tal como por ejemplo a una oxidación o reducción.

Así puede usarse en el caso del uso de un almidón como almidón de partida en forma de grano por ejemplo almidón nativo o degradado de manera oxidativa, térmica o hidrolítica o un derivado de éter o éster químicamente modificado del mismo.

La preparación de un derivado de polisacárido ionizado puede realizarse por ejemplo con los siguientes agentes de cationización o anionización en el intervalo de sustitución entre 0,02 - 0,1 (D.S.): cloruro de 3-cloro-2-hidroxi-propiltrimetilamonio, cloruro de 2,3-epoxipropiltrimetilamonio, cloruro de 3-cloro-2-hidroxi-propildimetilododecilamonio, cloruro de 3-cloro-2-hidroxi-propil-dimetilooctadecilamonio, monocloroacetato de sodio, anhídrido acético y/o anhídrido maleico.

Para la reticulación se hacen reaccionar con los granos de almidón preferentemente del 0,1 % en peso - 0,8 % en peso de un agente bifuncional o polifuncional, calculado a base del peso del polisacárido en forma de grano, que puede reaccionar con al menos dos grupos hidroxilo libres de las moléculas de la molécula de polisacárido. El agente bifuncional o polifuncional que puede usarse se selecciona según esto habitualmente del grupo que selecciona de compuestos alifáticos de epoxihalógeno o dihalógeno, oxihaluros de fosforo, metafosfatos alcalinos,

aldehídos, incluyendo resinas que contienen aldehído, anhídridos de ácido y reactivos polifuncionales tales como por ejemplo cloruro de ácido cianúrico.

5 Las reacciones de modificación químicas pueden realizarse tanto antes de la extrusión como también en la prensa extrusora. Puede ser conveniente realizar éstas antes de la extrusión, ya que entonces tras la fragmentación en la prensa extrusora y posterior dispersión del producto molido en agua se producen dispersiones con fragmentos más pequeños.

10 Los almidones pueden proceder preferentemente de almidón de tubérculos y raíz así como almidones de cereales como material de partida. Los almidones de tubérculos y raíz típicos son almidón de patata, almidón de tapioca; siendo los almidones de cereales muy disponibles almidón de maíz o almidón de trigo. El almidón que puede usarse no está limitado sin embargo de ningún modo a estos almidones, la ventaja de los mencionados anteriormente consiste únicamente en que pueden proporcionarse actualmente en el mercado fácilmente. Pueden usarse lógicamente también mezclas de uno o varios almidones, seleccionados del grupo que está constituido por  
15 almidones de tubérculos, raíz o cereales nativos, degradados de manera oxidativa, térmica o hidrolítica así como químicamente modificados. Además pueden usarse también harinas de tubérculos, raíz o cereales como materia prima. Con ayuda de una prensa extrusora (tanto prensa extrusora de un solo husillo como también prensa extrusora de doble husillo) puede conseguirse, partiendo de por ejemplo granos de almidón de patata, una fragmentación definida, moliéndose el producto seco acabado por debajo de 2 mm de grano, preferentemente por  
20 debajo de 1 mm, con un tamaño de partícula promedio de aproximadamente 500  $\mu\text{m}$ .

25 La trituración mecánica y térmica de los granos de polisacárido reticulados conduce a este respecto a fragmentos cuya superficie no está constituida por regiones moleculares ordenadas, sino que se forma de cadenas de polisacáridos sueltas, parcialmente hidrolizadas. Esta capa "blanda" tras el hinchamiento en agua permite superficies de contacto más grandes en la combinación de fibras y con ello una unión más sólida de las partículas de polisacárido a las fibras.

30 La composición que va a aplicarse al material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención puede contener opcionalmente, además del agente que provoca la permeabilidad al aire del material para envolver productos de tabaco, un disolvente.

Como disolventes pueden usarse agua y/o un disolvente orgánico. Como disolventes orgánicos son apropiados por ejemplo isopropanol, etanol, dimetilacetamida, N-metilpirrolidona y/o N-óxido de N-metilmorfolina.

35 Además, la composición que va a aplicarse en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención puede contener opcionalmente otras partes constituyentes, tales como por ejemplo otras sustancias que modifican la permeabilidad al aire del material base para envolver, cargas, sustancias que retardan la velocidad de combustión y/o sustancias que aceleran la velocidad de combustión.

40 Como otras sustancias que modifican la permeabilidad al aire del material base para envolver pueden mencionarse en particular polisacáridos no sometidos a una fragmentación mecánica y reticulación química, tales como almidón, almidón modificado, derivados de almidón, celulosa, derivados de celulosa, quitosano, derivados de quitosano, quitina, derivados de quitina, alginato, derivados de alginato o una combinación de estos compuestos.

45 Las proporciones de las respectivas partes constituyentes en la composición que va a aplicarse en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención ascienden, en cada caso con respecto al peso del contenido de sólidos de la composición, por ejemplo del 20 % - 100 %, preferentemente del 45 % - 100 %, de manea especialmente preferentemente del 70 % - 100 % de polisacárido químicamente reticulado, mecánicamente fragmentado, en particular almidón, eventualmente del 0 % al 40 %, preferentemente del 0 % al 20 % de un  
50 polisacárido usado de manera convencional, eventualmente del 0 % - 50 %, preferentemente del 0 % - 30 % de carga y opcionalmente del 0 % - 6 %, preferentemente del 0 % - 3 % de sustancia que retarda y/o modifica la velocidad de combustión.

55 La aplicación de la composición en el material para envolver productos de tabaco se realiza habitualmente tras la fabricación del material para envolver productos de tabaco básico, por ejemplo, por medio de una técnica de pulverización o impresión, preferentemente una técnica de huecograbado. Estos procedimientos los conoce bien el experto en la especialidad correspondiente y se describen en detalle en la bibliografía de patente, de modo que puede prescindirse en el presente documento de una descripción detallada de los procedimientos de aplicación que pueden usarse.

60 En otra forma de realización especialmente preferente de la presente invención puede realizarse la aplicación de la composición en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención mediante aplicación por medio de una boquilla a presión con una ranura de salida que discurre por regla general de manera transversal a la dirección de marcha. En el caso de la boquilla a presión que puede usarse se trata habitualmente de una boquilla  
65 con una cámara interna que se encuentra bajo una presión previa, válvulas controladas y de rápida reacción, que controlan la salida en una ranura de boquilla, y una geometría de la boquilla y ranura de salida adaptada a la

aplicación deseada.

5 El uso de una boquilla a presión de este tipo permite o bien una aplicación del material continua o discontinua en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención en las zonas discretas necesarias para la aplicación descrita o por encima de toda la superficie del material para envolver productos de tabaco. Para la aplicación deseada pueden combinarse también varias boquillas individuales que pueden controlarse por separado en forma modular.

10 El procedimiento proporciona con viscosidad suficiente del medio de aplicación revestimientos uniformes con bordes delanteros y traseros claros y colocados de manera exacta. Dado que no se trata de un procedimiento de pulverización, no se producen salpicaduras aisladas indeseadas del material aplicado fuera de la zona discreta.

15 La aplicación de la composición que va a aplicarse en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención, de acuerdo con uno de los procedimientos de aplicación expuestos anteriormente se realiza habitualmente al menos en zonas discretas del material para envolver productos de tabaco, en caso deseado también en todo el material para envolver productos de tabaco.

20 La cantidad de aplicación de la composición en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención se encuentra habitualmente en un intervalo de  $0,1 \text{ g/m}^2$  -  $10 \text{ g/m}^2$ , preferentemente de  $0,3 \text{ g/m}^2$  -  $5 \text{ g/m}^2$  del material para envolver productos de tabaco.

25 La aplicación se realiza habitualmente de modo que la aplicación en el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención obtenido no puede verse o apenas puede verse y las zonas tratadas presentan una estructura lisa y plana, que corresponde esencialmente a aquella de las zonas no tratadas. La anchura y la distancia de las zonas aplicadas dependen de una serie de variables, tal como la permeabilidad al aire del material para envolver productos de tabaco, la densidad de la composición de la barra de tabaco, el diseño del cigarrillo etc. Las zonas tienen habitualmente una anchura de al menos 3 mm, preferentemente de 5 mm a 10 mm.

30 También la distancia entre las zonas depende también de una serie de variables. Habitualmente debía ascender la distancia de las zonas a de 1 mm a 35 mm, preferentemente de 10 mm a 25 mm.

Habitualmente contiene el papel para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención (en la forma enrollada) de 1 a 3 zonas anulares tratadas, que están distanciadas tal como se ha expuesto anteriormente.

35 En el contexto de otro aspecto de la presente invención se usa el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención descritos anteriormente para la fabricación de productos de tabaco.

40 En general se aplica que el material para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención presenta en el área de estas zonas una permeabilidad al aire reducida, de manera que el cigarrillo se extingue en esta zona, siempre que exista un impedimento de la entrada libre de aire. Para la medición de la tendencia a la auto-extinción se aplica habitualmente un estándar generalmente reconocido, el ensayo NIST de acuerdo con NIST Technical Note 1436. Además puede realizarse un ensayo habitual en el campo técnico general para determinar la incandescencia libre, en el que un cigarrillo tras la fijación en un soporte posibilitando una entrada libre de aire se enciende una vez. En un ensayo exitoso para la incandescencia libre se hace arder el cigarrillo tras encenderlo en el soporte completamente sin que se extinga. Si esto no debía ser el caso y el cigarrillo debía extinguirse antes de arder completamente, no se cumple este ensayo o solo parcialmente.

50 Las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención pueden usarse en materiales para envolver productos de tabaco de acuerdo con la invención de cualquier permeabilidad al aire, dado que el tamaño de partícula, la forma y otros parámetros importantes de las partículas de material compuesto de acuerdo con la invención pueden hacerse coincidir con aquéllos de las sustancias usadas habitualmente como carga, en particular con carbonato de calcio precipitado. Otras cargas que tienen igualmente una acción de reducción de la incandescencia, pueden no cubrir esta amplia zona de permeabilidad al aire del papel de cigarrillos o no están autorizadas según las disposiciones oficiales vigentes. A continuación se ilustra adicionalmente la presente invención mediante ejemplos y ejemplos de comparación, sin que deba realizarse mediante esto una limitación de la idea de la invención.

Procedimientos de medición

60 Microscopio electrónico  
Los registros electrónicos de barrido se realizaron con un microscopio electrónico de alta tensión (Zeiss, DSM 962) con 15 kV. Las muestras se pulverizaron con una capa de oro-paladio.

Termogravimetría (TGA)

65 La termogravimetría se realizó con un PerkinElmer STA 6000 bajo nitrógeno (cantidad de flujo de nitrógeno: 20

ml/min) en el intervalo de 40 °C a 1000 °C con una velocidad de calentamiento de 20 °C/min.

#### Ensayo de agujero por quemadura

- 5 Un lazo de alambre delgado de aproximadamente 1 mm, que se calienta por su parte hasta una temperatura de 550 °C, se introduce de manera horizontal en una tira de papel tensada perpendicularmente, que es el papel para envolver productos de tabaco que va a someterse a prueba y se deja durante la medición en esta posición. La temperatura del lazo de alambre caliente se mide según esto con un sensor de temperatura y se controla hasta 550 °C. El lazo de alambre caliente quema el papel, forma un agujero por quemadura e inicia un proceso de incandescencia. El aumento horizontal del diámetro del agujero por quemadura, descontando el diámetro del lazo de alambre da como resultado el crecimiento del agujero por quemadura y se expresa en mm. El ensayo de agujero por quemadura se realizó en cada caso 5 veces con cada muestra de papel.

#### Índice de oxígeno

- 15 El índice de oxígeno (abreviado OI, o LOI = *limiting oxygen index*) es un parámetro para la descripción del comportamiento de combustión de plásticos. Es la mínima concentración de oxígeno de una mezcla de oxígeno-nitrógeno, con la que se mantiene la combustión de una probeta dispuesta verticalmente en las condiciones de prueba.

- 20 La muestra, cuyo índice de oxígeno debe determinarse, se enciende desde arriba en un tubo de vidrio vertical por el que atraviesa una mezcla de oxígeno-nitrógeno. Tras separar la llama de encendido se observa el comportamiento de combustión. Si la llama arde durante más de 180 segundos o alcanza una marca de medición que se encuentra 50 mm por debajo del borde superior, se reduce la concentración de oxígeno en el siguiente ensayo, en caso distinto se eleva. Esto se realiza tanto tiempo hasta que con una concentración determinada se quema el 50 % de las probetas.

#### Análisis de sedimentación

- 30 Determinación de la distribución del tamaño de grano con el Sedigrafen 5100.

#### Realización de la prueba

- 35 La determinación de la distribución del tamaño de grano se realiza mediante la medición de la velocidad de sedimentación de la sustancia de prueba. La propia medición se realiza mediante la atenuación de un rayo X, que se envía por la suspensión. Al principio es alta la atenuación, más tarde al comenzar la sedimentación puede atravesar mejor el rayo la suspensión que se vuelve "más delgada", es decir la atenuación se reduce.

#### Aparatos, productos químicos

- 40 - equipamiento de laboratorio general  
 - Sedigraf 5100 con Master-Tech 51 de la empresa Micromeritics  
 - soluciones de dispersión del 0,5 % y el 0,1 % de poli(fosfato de sodio) (NPP) en agua completamente desalinizada;

#### Realización

##### 1. Preparación

- 50 En primer lugar se prepara la muestra, tarándose el vaso para muestras en la balanza, pesándose o pipeteándose la cantidad de muestra de acuerdo con la tabla 1 y rellenándose con la solución de dispersión de acuerdo con la tabla 1 hasta en total aproximadamente 80 g.

Tabla 1:

Muestra	Peso inicial	Agente de dispersión
Polvo	3,0 g	0,1 % de NPP
suspensión de PCC, concentración aproximadamente 160 g de CaCO <sub>3</sub> /*	20,0 g	0,5 % de NPP
suspensión de PCC, concentración aproximadamente 120 g de CaCO <sub>3</sub> /l*	25,0 g	0,5 % de NPP

\* el peso inicial se refiere siempre a 3 g absolutamente secos, en caso de desviaciones fuertes del contenido de sólidos debe adaptarse el peso inicial.

2. Medición y evaluación

La medición y la evaluación se realizan por medio del Sedigrafen. El software calcula la distribución del tamaño de grano.

5

**Ejemplo 1**

Materias primas usadas: 20 kg de suspensión de carbonato de calcio en agua; estructura cristalina: calcita / escalenoedro; tamaño de partícula (análisis de sedimentación, Sedigraph):  $d_{50}$  = aproximadamente 1,5  $\mu\text{m}$ ;  $< 1 \mu\text{m}$  = aproximadamente el 19 %; valor de pH: 8 - 9; contenido de sólidos (gravimétricamente): 17 %; superficie específica (BET): 9  $\text{m}^2/\text{g}$

10

1,12 kg de solución de poli(cloruro de aluminio) (12,5 % de Al  $\pm$  0,3 %; producto comercial PAX-XL 19 de Kemira)

15

Aparatos: dispositivo agitador Dispermat de la empresa Emod con agitador de hélices, recipiente agitador de aproximadamente 25 l sin placa de desviación.

Se disponen 20,0 kg de una suspensión de carbonato de calcio acuosa al 14 % en peso y se agitan a 450 r/min. A continuación se añaden con agitación 1120 g de PAX-XL 19 ininterrumpidamente y se eleva el número de revoluciones hasta 1000 r/min. Con la reducción visible de la viscosidad se reduce el número de revoluciones de nuevo hasta 450 r/min. La suspensión se agita durante 20 min. Al final de la precipitación se encuentra el valor de pH entre 6 y 7.

20

**Análisis**

La suspensión se filtra con un embudo Büchner (d= 26 cm) y con un filtro redondo de banda azul ("42"-cuantitativo) y la torta de filtro se lava con agua totalmente desalinizada, hasta que ya no se observa en el filtrado iones cloruro mediante floculación con nitrato de plata de manera conocida. La torta de filtro húmeda se seca en un armario de secado de aire circulante a 100 °C hasta obtener una masa constante. A continuación se muele la torta de filtro seca con un molino de clavijas (UPZ de la empresa ALPINE a 220 V).

25

30

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[ $\text{m}^2/\text{g}$ ]	[%]
carbonato de calcio de partida	9	0,4
partículas de material compuesto	21	2,9

La figura 1 muestra el difractograma del carbonato de calcio de partida, la figura 2 muestra el difractograma de la partícula de material compuesto. La figura 3 muestra un registro de REM de la partícula de material compuesto. La figura 4 muestra la curva TGA de la partícula de material compuesto.

35

**Ejemplo comparativo 1**

Se mezclaron 750 g de suspensión de carbonato de calcio del ejemplo 1 con 15,2 g de hidróxido de aluminio (Alfrimal; empresa Alpha), se agitaron durante 15 minutos y se secaron tal como se ha descrito anteriormente a 130 °C.

40

La figura 5 muestra el difractograma del hidróxido de aluminio, la figura 6 muestra el difractograma de la mezcla resultante. La figura 7 muestra un registro REM de la mezcla resultante.

45

A diferencia de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención muestra el difractograma de la mezcla de carbonato de calcio e hidróxido de aluminio señales, por ejemplo, a aproximadamente  $2\theta = 18,3$ , para hidróxido de aluminio y en el registro REM puede distinguirse de manera unívoca el hidróxido de aluminio.

50

La figura 8 muestra la curva TGA de la mezcla resultante. A diferencia de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención emite agua la mezcla de carbonato de calcio e hidróxido de aluminio solo por encima de 200 °C.

**Ejemplo 2**

55

Realización tal como en el ejemplo 1 usando 0,09 kg de PAX-XL 19.

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[m <sup>2</sup> /g]	[%]
carbonato de calcio de partida	9	0,4
partículas de material compuesto	10	0,6

Ejemplo comparativo 2

- 5 Suspensión de carbonato de calcio:  
 estructura cristalina: calcita / escalenoedro; tamaño de partícula (análisis de sedimentación, Sedigraph): d<sub>50</sub> =  
 aproximadamente 1,5 µm; < 1 µm= aproximadamente el 19 %  
 valor de pH: 8 - 9  
 contenido de sólidos (gravimétricamente): 17 %  
 10 superficie específica (BET): 9 m<sup>2</sup>/g

**Ejemplo 3**

- 15 Realización como en el ejemplo 1 usando la siguiente suspensión de carbonato de calcio  
 estructura cristalina: calcita / escalenoedro  
 tamaño de partícula (análisis de sedimentación, Sedigraph): d<sub>50</sub>= aproximadamente 2,95 µm; < 1 µm =  
 aproximadamente el 0,47 %  
 valor de pH: 8 - 9  
 contenido de sólidos (gravimétricamente): 17 %  
 20 superficie específica (BET): 6 m<sup>2</sup>/g

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[m <sup>2</sup> /g]	[%]
carbonato de calcio de partida	6	0,4
pigmento compuesto	11	2,7

**Ejemplo 4**

- 25 Realización como en el ejemplo 3, sin embargo usando en lugar de 1,12 kg de solución de poli(cloruro de aluminio)  
 solo 0,56 kg de solución de poli(cloruro de aluminio).

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[m <sup>2</sup> /g]	[%]
carbonato de calcio de partida	6	0,4
pigmento compuesto	9	1,8

**Ejemplo 5**

- Materias primas usadas: 6 kg de suspensión de carbonato de calcio en agua; estructura cristalina: calcita /  
 escalenoedro; tamaño de partícula (análisis de sedimentación, Sedigraph): d<sub>50</sub>= aproximadamente 2,0 µm; < 1 µm =  
 35 aproximadamente el 7 %; valor de pH: 8 - 9; contenido de sólidos (gravimétricamente): 13,8 %; superficie específica  
 (BET): 7 m<sup>2</sup>/g  
 0,964 kg de solución de sulfato de aluminio (4,3 % de Al; producto comercial ALS de Kemira)

- 40 Aparatos: dispositivo agitador Dispermat de la empresa Emod con agitador de hélices, recipiente agitador de  
 aproximadamente 10 l sin placa de desviación.

- Se disponen 6 kg de una suspensión de carbonato de calcio acuosa al 14 % en peso y se agitan a 450 r/min. A  
 continuación se añaden con agitación 964 g de ALS ininterrumpidamente y se eleva el número de revoluciones  
 hasta 1000 r/min. Con la reducción visible de la viscosidad se reduce el número de revoluciones de nuevo hasta 450  
 45 r/min. La suspensión se agita durante 20 min. Al final de la precipitación se encuentra el valor de pH entre 6 y 7.

**Análisis**

- 50 La suspensión se filtra con un embudo Büchner (d= 26 cm) y con un filtro redondo de banda azul ("42"-cuantitativo) y  
 la torta de filtro se lava con agua totalmente desalinizada, hasta que ya no se observa en el filtrado iones cloruro

mediante floculación con nitrato de plata de manera conocida. La torta de filtro húmeda se seca en un armario de secado de aire circulante a 100 °C hasta obtener una masa constante. A continuación se muele la torta de filtro seca con un molino de clavijas (UPZ de la empresa ALPINE a 220 V).

5

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[m <sup>2</sup> /g]	[%]
pigmento compuesto	16	3,6

**Ejemplo 6**

10 Realización como en el ejemplo 5, sin embargo usando en lugar de 0,964 kg de solución de sulfato de aluminio 0,767 kg de solución de nitrato-sulfato de aluminio (5,4 % de Al; producto comercial Nicasal de Sachtleben).

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[m <sup>2</sup> /g]	[%]
pigmento compuesto	11	4,2

**Ejemplo 7**

15

Realización como en el ejemplo 5, sin embargo usando en lugar de 0,964 kg de solución de sulfato de aluminio 0,796 kg de solución de cloruro de aluminio (5,2 % de Al; producto comercial Sachtoklar P de Sachtleben).

**Datos de análisis del polvo**

Polvo	Superficie específica	Humedad
	[m <sup>2</sup> /g]	[%]
pigmento compuesto	27	2,9

20

**Ejemplos 8 y 9 y ejemplo comparativo 3**

25

En una máquina de mesa plana se fabricaron distintos papeles para envolver productos de tabaco a partir de una celulosa de fibras largas (2/3 Aspa - 1/3 Stendal, grado de molienda 75 grados Schopper-Riegler). Las partículas de material compuesto se añadieron a la caja de aflujo de pasta en una cantidad tal que el papel para envolver productos de tabaco contenía las partículas de material compuesto en una cantidad del 25 % en peso, con respecto al peso total del papel para envolver. Además se introdujo en los papeles para envolver productos de tabaco una cantidad del 1,1 % en peso de sal de combustión (citrato de sodio/potasio = 1:1), con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco. En el papel para envolver productos de tabaco comparativo del ejemplo comparativo 3 se introdujo la suspensión de carbonato de calcio preparada en el ejemplo comparativo 2 en una cantidad tal que la proporción de carbonato de calcio, con respecto al peso total del material para envolver, ascendía al 25 % en peso. El peso por unidad de superficie de los papeles para envolver productos de tabaco fabricados ascendía a 30 g/m<sup>2</sup>. La cantidad de sal de combustión en los papeles, el tiempo de incandescencia y los resultados del ensayo de agujero por quemadura se engloban en el siguiente resumen.

35

	Pigmento	Sal de combustión [% en peso]	Tiempo de incandescencia [s]	de agujero por quemadura [mm]
<b>VB 3</b>	Ejemplo comparativo 2	1,17	63	7-∞
<b>B 8</b>	Ejemplo 2	1,09	72,5	4
<b>B 9</b>	Ejemplo 1	1,15	76	2

40

La muestra del ejemplo comparativo 3 consigue un crecimiento del agujero por quemadura superior a 5 mm, en algunas muestras ardió el papel completo (crecimiento del agujero por quemadura infinitamente grande). Mediante adición de las partículas de material compuesto usadas de acuerdo con la invención en el ejemplo 8 y 9 se reduce progresivamente el crecimiento del agujero por quemadura y se mantiene inferior a 5 mm (valor promedio de 5 ensayos). Estos 5 mm sirven como límite reconocido en el campo técnico correspondiente, para poder designar un papel para envolver productos de tabaco como con incandescencia reducida (inferior o igual a 5 mm). Con un crecimiento del agujero por quemadura superior a 5 mm se designa el papel para envolver productos de tabaco como con incandescencia no reducida.

45

**Ejemplos 10 y 11 y ejemplos comparativos 4 y 5**

50

De manera análoga al **ejemplo 8** se fabricaron papeles para envolver productos de tabaco con las partículas de material compuesto del ejemplo 2.

Se fabricaron papeles para envolver productos de tabaco con un 25 % de contenido de sólidos, una masa por unidad de superficie de 30 g/m<sup>2</sup> y una permeabilidad al aire de 15 a 150 UC. El componente de fibras que constituía el 75 % en peso del papel para envolver productos de tabaco, estaba compuesto de celulosa de fibras largas molida con un grado de molienda de 65 a 84 grados Schopper Riegler para la preparación de la zona de permeabilidad al

aire mencionada anteriormente. La cantidad de sal de combustión en los papeles, el tiempo de incandescencia y los resultados del ensayo de agujero por quemadura se engloban en el siguiente resumen.

	Pigmento	Sal de combustión [%]	de Tiempo incandescencia [s]	de Agujero quemadura [mm]	por
VB 4	Ejemplo comparativo 2	0	0 <sup>1</sup>	∞	
VB 5	Ejemplo comparativo 2	1	60	∞	
B 10	Ejemplo 1	0	0 <sup>1</sup>	<5	
B 11	Ejemplo 1	1	70	<5	

<sup>1</sup>: no medible, se apaga

#### Ejemplos 12 a 14 y ejemplo comparativo 6

Los papeles para envolver descritos en el ejemplo comparativo 5 y el ejemplo 10 se dotan de bandas especiales (bandas LIP) para el ensayo de la auto-extinción en cigarrillos, ascendiendo la capacidad de difusión de las bandas a 0,16 cm/s. Esto es de acuerdo con la experiencia una zona, en la que puede resaltarse la acción de las distintas cargas sobre la auto-extinción del cigarrillo en un papel de filtro que comprende 10 capas (véanse los valores de ASTM) y la tendencia del cigarrillo a la auto-extinción al arder libremente (rodeado solo por el aire libre y no puesto en una base) el cigarrillo (véanse los valores de FASE) y ha de esperarse una diferencia en los valores de FASE. Las especificaciones del 100 % de ASTM con difusión de bandas de en cada caso 0,16 cm/s se cumplen por todas las muestras sometidas a estudio. La composición de los materiales sometidos a estudio así como los valores de FASE observados se engloban en el siguiente resumen:

	Pigmento en el papel de cigarrillos	Pigmento en la carga de LIP	FASE [%]
VB 6	Ejemplo comparativo 2	-	60
B 12	Ejemplo comparativo 2	Ejemplo 1 (8 % en peso)	40
B 13	Ejemplo 1	-	100
B 14	Ejemplo 1	Ejemplo 1 (8 % en peso)	20

Cuanto más bajo sea un valor de FASE (20 % de FASE significa que el 80 % de todos los cigarrillos arden posteriormente en entorno libre) con un valor de ASTM simultáneo superior al 75 %, más ventajosamente se evalúan estos cigarrillos por el fabricante de cigarrillos y el fumador.

La muestra de papel del ejemplo 14 con partículas de material compuesto en el papel de cigarrillos y como parte constituyente del material de banda LIP alcanza en este caso el mejor resultado en comparación con el PCC estándar, seguido de la muestra de papel del ejemplo 12 (partículas de material compuesto en la carga de LIP).

#### Ejemplo 15 y ejemplos comparativos 8 y 9

En una máquina de mesa plana se fabricaron distintos papeles para envolver productos de tabaco a partir de una celulosa de fibras largas (2/3 Aspa - 1/3 Stendal, grado de molienda de 75 grados Schopper-Riegler). Las partículas de material compuesto se añadieron a la caja de flujo de pasta en una cantidad tal que el papel para envolver productos de tabaco contenía las partículas de material compuesto en una cantidad del 25 % en peso, con respecto al peso total del papel para envolver. En el papel para envolver productos de tabaco comparativo del ejemplo comparativo 8 se introdujo la suspensión de carbonato de calcio preparada en el ejemplo comparativo 2 en una cantidad tal que la proporción de carbonato de calcio, con respecto al peso total del material para envolver, ascendía al 25 % en peso. En el papel para envolver productos de tabaco comparativo del ejemplo comparativo 9 se introdujo una mezcla de la suspensión de carbonato de calcio preparada en el ejemplo comparativo 2 e hidróxido de aluminio en una proporción de 90:10 (con respecto al peso) en una cantidad tal que la proporción de la mezcla de carbonato de calcio e hidróxido de aluminio, con respecto al peso total del material para envolver, ascendía al 25 % en peso. Además se introdujo en los papeles para envolver productos de tabaco una cantidad del 1,2 % en peso de sal de combustión (citratado de sodio/potasio= 1:1), con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco. El peso por unidad de superficie del papel para envolver productos de tabaco fabricado ascendía a 30 g/m<sup>2</sup>. El tiempo de incandescencia y los resultados del ensayo de agujero por quemadura se engloban en el siguiente resumen:

	<b>Pigmento</b>	<b>Sal de combustión [% en peso]</b>	<b>Tiempo de incandescencia [s]</b>	<b>de Agujero por quemadura [mm]</b>
<b>VB 8</b>	ejemplo comparativo 2	1,17	63	7-∞
<b>VB 9</b>	90 % de VB 2 + 10 % de hidróxido de aluminio (Afrimal, empresa Alpha)	1,20	69	6
<b>B 15</b>	<b>Ejemplo 1</b>	<b>1,15</b>	<b>76</b>	<b>2</b>

5 La mezcla del 90 % de carbonato de calcio y el 10 % de hidróxido de aluminio en papeles para envolver productos de tabaco (VB 9) es eficaz en comparación con VB 8 con exclusivamente carbonato de calcio como pigmento en el aumento del tiempo de incandescencia (reducción de la velocidad de incandescencia) y la reducción del agujero por quemadura, sin embargo es claramente menos eficaz en comparación con el ejemplo 15 (partículas de material compuesto). La permeabilidad al aire se encuentra en 100 UC.

## REIVINDICACIONES

1. Material para envolver productos de tabaco que comprende partículas de material compuesto que pueden obtenerse según un procedimiento en el que
- 5 a) se dispone una suspensión acuosa que contiene partículas de carbonato de calcio,  
b) se añade una sal metálica que comprende un catión de aluminio,  
en donde la sal metálica
- 10 (i) puede formar en la suspensión un componente de metal básico,  
(ii) en agua, medida con el valor de pH de la suspensión dispuesta y una temperatura de 20 °C, presenta una solubilidad superior a 9,0 mg/l.
- 15 2. Material para envolver productos de tabaco según la reivindicación 1, en el que las partículas de material compuesto pueden obtenerse usando  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ , poli(cloruro de aluminio), sulfato de aluminio y/o nitrato-sulfato de aluminio.
- 20 3. Material para envolver productos de tabaco según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** en un registro de difracción de rayos X de las partículas de material compuesto la intensidad de señal a  $2\theta = 18,3 \pm 1,0$  es inferior al 100,0 %, en donde la intensidad de la señal a  $2\theta = 29,5 \pm 1,0$  se define como el 100,0 %.
- 25 4. Material para envolver productos de tabaco según las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** en un registro de difracción de rayos X de las partículas de material compuesto la intensidad de señal a  $2\theta = 18,3 \pm 1,0$  es inferior al 100,0 %, en donde la intensidad de la señal a  $2\theta = 26,2 \pm 1,0$  se define como el 100,0 %.
5. Material para envolver productos de tabaco según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** las partículas de material compuesto presentan una superficie BET en el intervalo de 0,1 m<sup>2</sup>/g a menos de 25 m<sup>2</sup>/g.
- 30 6. Material para envolver productos de tabaco según al menos una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** las partículas de material compuesto están presentes en proporciones del 1 - 50 % en peso con respecto al peso total del material para envolver productos de tabaco.
- 35 7. Material para envolver productos de tabaco según una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado por que** el material para envolver productos de tabaco es un papel de revestimiento.
8. Material para envolver productos de tabaco según las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** el material para envolver productos de tabaco es un papel para envolver filtros.
- 40 9. Material para envolver productos de tabaco según las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** el material para envolver productos de tabaco es un papel de cigarrillos.
- 45 10. Material para envolver productos de tabaco según la reivindicación 9, **caracterizado por que** el papel de cigarrillos contiene zonas discretas de permeabilidad al aire reducida.
- 50 11. Material para envolver productos de tabaco según la reivindicación 10, **caracterizado por que** las zonas discretas del papel de cigarrillos se diferencian
- en el contenido de sal de combustión o
  - en el contenido de material compuesto o
  - en el contenido de sal de combustión y en el contenido de material compuesto o
  - en el contenido de sal de combustión y en el contenido de pigmento compuesto en mezcla con carbonato de calcio en comparación con el papel fuera de las zonas discretas.
- 55 12. Material para envolver productos de tabaco según las reivindicaciones 10 u 11, **caracterizado por que** las zonas discretas del papel de cigarrillos contienen un polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado y con un tamaño de partícula definido como promedio en peso del producto seco en el intervalo de 1 a 1000 μm.
- 60 13. Material para envolver productos de tabaco según la reivindicación 12, tratándose en el caso del polisacárido mecánicamente fragmentado y químicamente reticulado de almidón mecánicamente fragmentado y químicamente reticulado.
- 65 14. Material para envolver productos de tabaco según las reivindicaciones 12 o 13, **caracterizado por que** las zonas discretas del papel de cigarrillos contienen además del polisacárido mecánicamente fragmentado, químicamente reticulado y con un tamaño de partícula definido como promedio en peso del producto seco en el intervalo de 1 a

1000  $\mu\text{m}$ , adicionalmente partículas de material compuesto de acuerdo con la definición de acuerdo con la reivindicación 1 y dado el caso otras cargas.

5 15. Procedimiento para la fabricación de un material para envolver productos de tabaco, en donde el procedimiento comprende una fabricación de un material para envolver productos de tabaco en una máquina para hacer papel en donde, por medio de una prensa encoladora o mediante otro aparato de aplicación, se añaden a la pulpa de celulosa tras la deshidratación partículas de material compuesto de acuerdo con la definición en la reivindicación 1.

10 16. Uso de un material para envolver productos de tabaco según una de las reivindicaciones 1 a 14 para la fabricación de productos de tabaco.

17. Uso según la reivindicación 16, **caracterizado por que** en el caso del material para envolver productos de tabaco se trata de un papel de revestimiento.

15 18. Uso según la reivindicación 16, **caracterizado por que** en el caso del material para envolver productos de tabaco se trata de un papel para envolver filtros.

19. Uso según la reivindicación 16, **caracterizado por que** en el caso del material para envolver productos de tabaco se trata de un papel de cigarrillos.

20 20. Producto de tabaco, **caracterizado por que** comprende un material para envolver productos de tabaco según una de las reivindicaciones 1 a 14.

Fig. 1

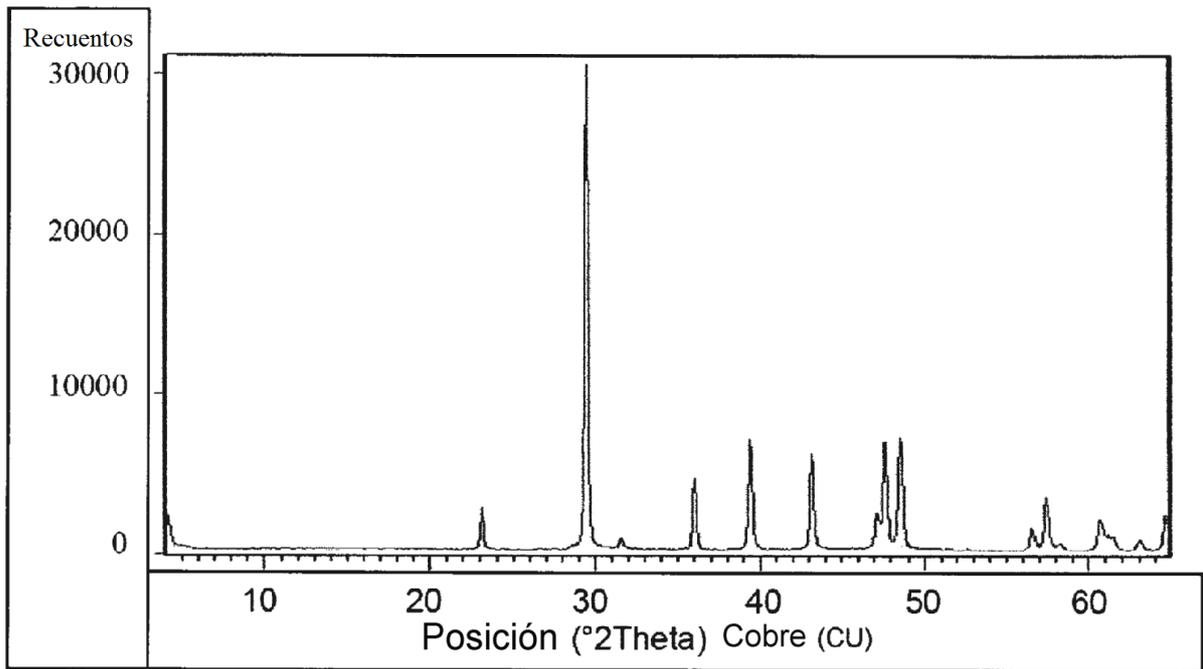


Fig. 2

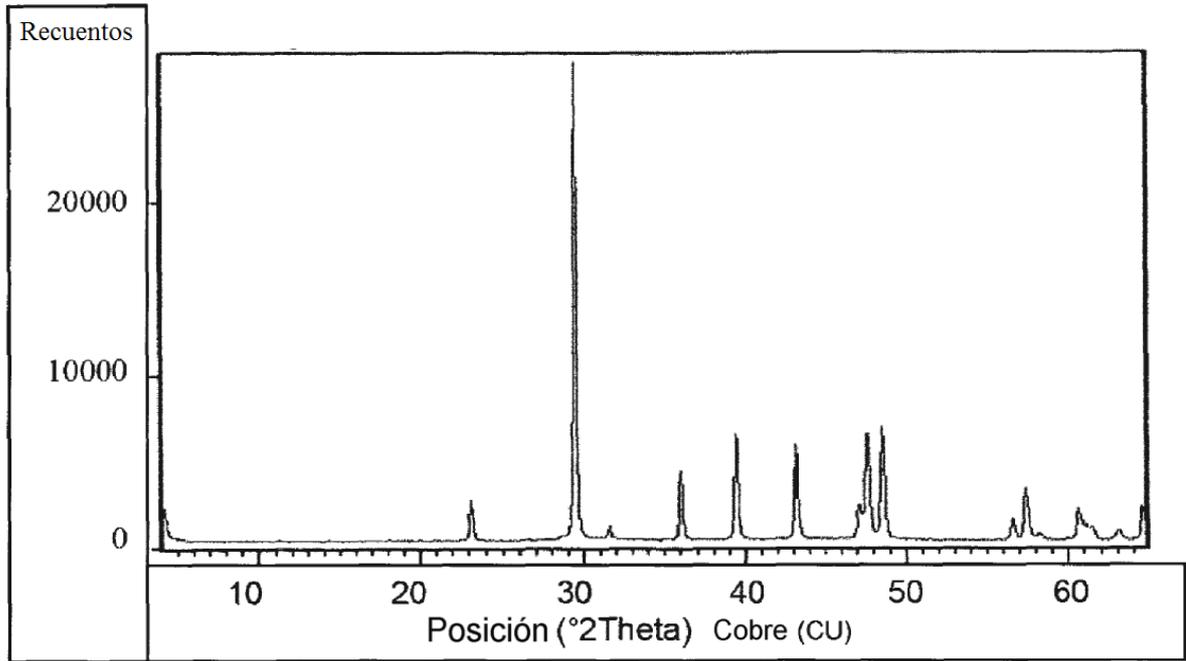


Fig. 3

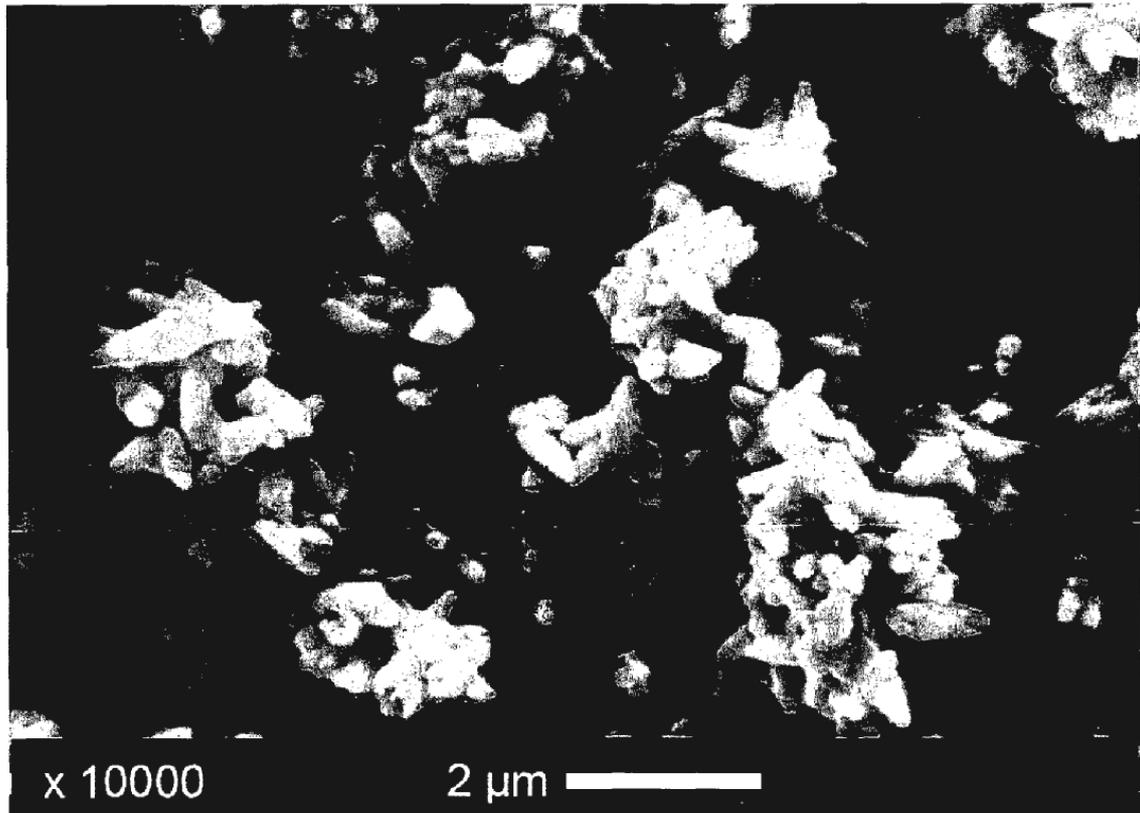


Fig. 4

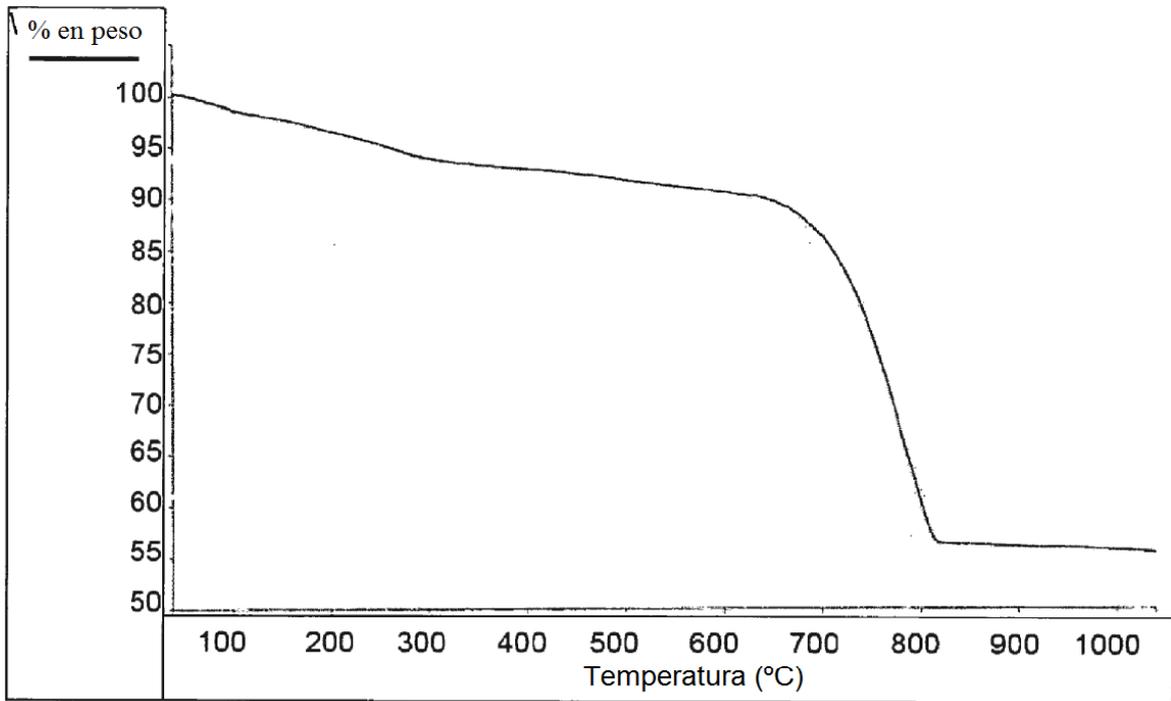


Fig. 5

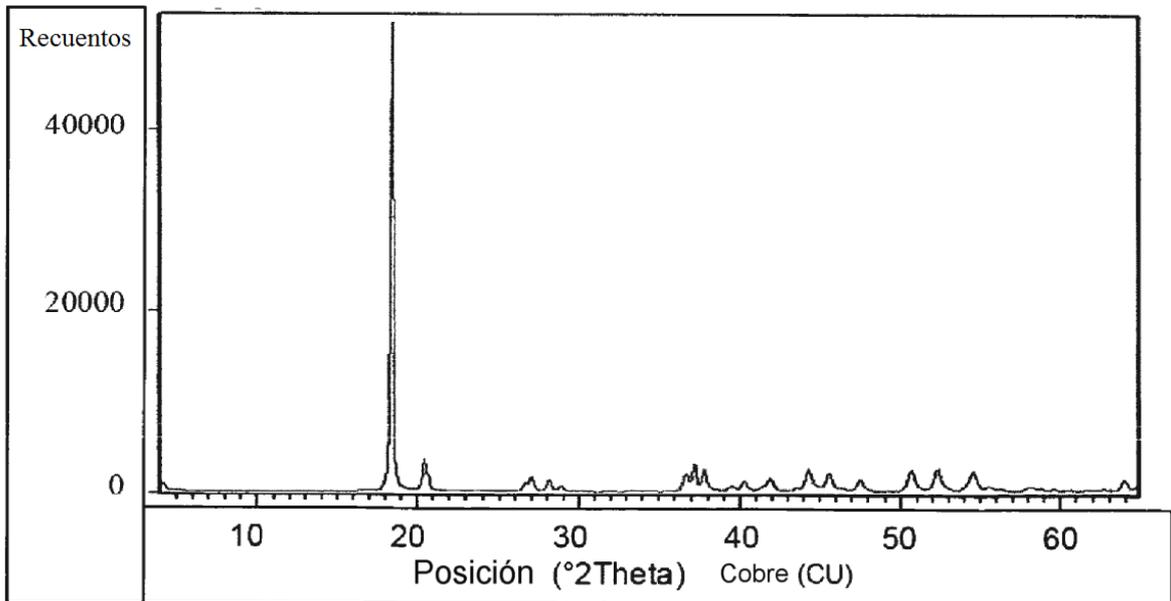


Fig. 6

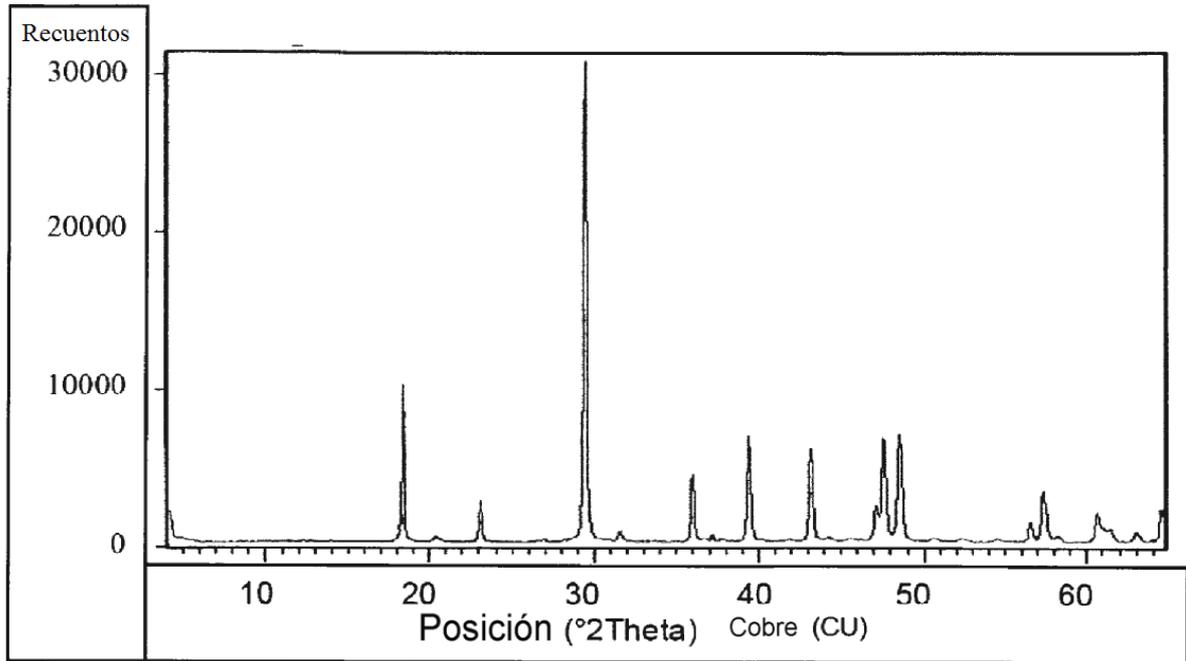


Fig. 7

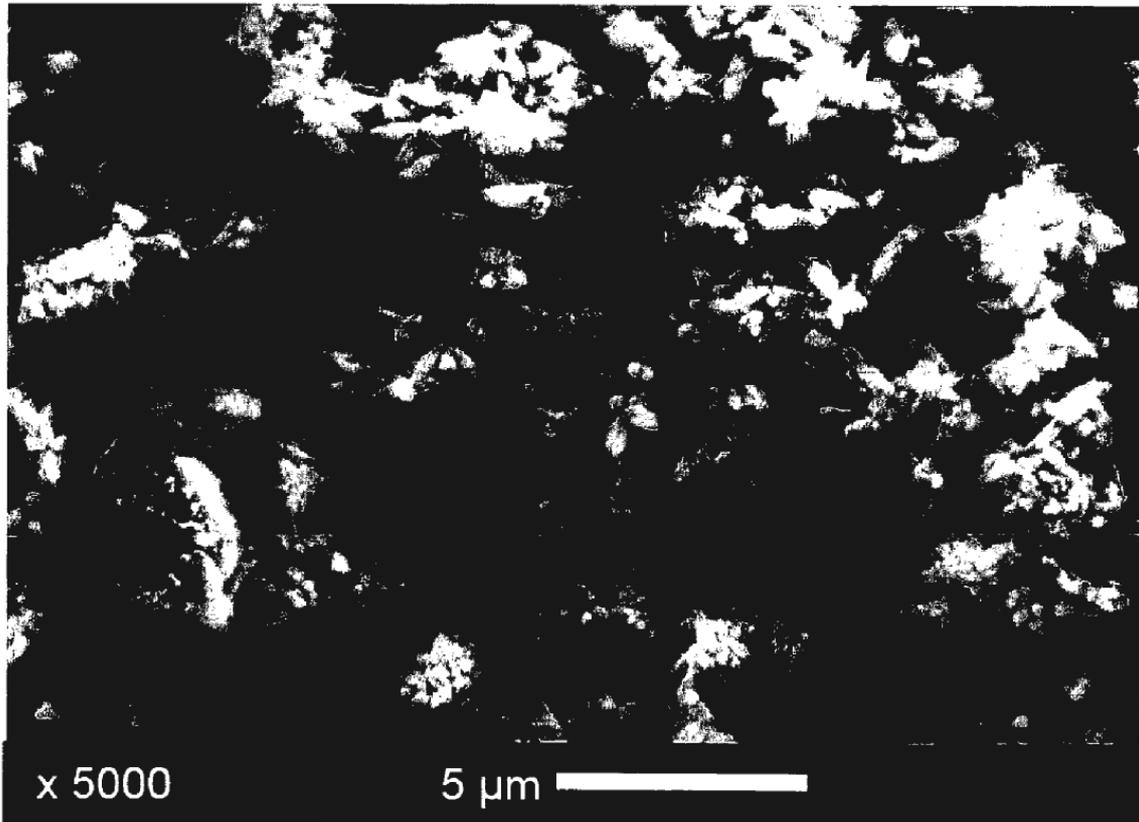


Fig. 8

