

135237

P. 37.146.-

U-S 534.884

(Div)

Memoria descriptiva

25



25 ABR. 1968

para solicitar MODELO DE UTILIDAD

por 20 años

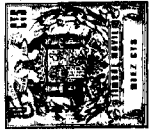
a nombre de EASTMAN KODAK COMPANY

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 343 State Street, Rochester, Nueva York,
Estados Unidos de América

por: "FILTRO PARA HUMO DE TABACO" (Clase Internacional
A24d)

12.3.68



La presente invención se refiere a filtros para humo de tabaco que utilizan partículas polímeras finamente divididas que tienen un área superficial extremadamente grande, debido a sus propiedades muy absorbentes.

5 En la preparación de partículas polímeras, se han desarrollado en la técnica anterior un cierto número de métodos. Por ejemplo, es conocido el método de disolver el polímero en un disolvente, a altas temperaturas, tras lo cual son precipitadas las partículas por enfriamiento

10 de la masa. Otro método consiste en moler el polímero en un molino adecuado. La molienda del polímero se puede efectuar a temperaturas elevadas, o en un ambiente a baja temperatura, lo que requiere un equipo de enfriamiento elaborado. El procedimiento "en suspensión", de polimerización

15 de olefinas pulverizadas. Por este método el polímero no están nunca en solución, sino que se forma como sólido, alrededor del catalizador usado en el procedimiento. Las partículas polímeras producidas por estos métodos conocidos han sido generalmente del orden de 900 micras, o mayores.

20 Aunque se conocían partículas de tamaño menor de 900 micras, no era posible producir tales partículas que poseyeran la propiedad adicional de tener un área superficial significativamente mayor.

25 Según la presente invención se proporciona también un filtro para humo de tabaco, que comprende partículas polímeras que tienen un tamaño de partícula comprendido entre 0,1 y 900 micras de diámetro, caracterizado por que cada partícula tiene un área superficial de al menos 5 m²/g.

30 Como se ha mencionado antes brevemente, se ha ha-



llado que se pueden producir fácilmente polvos de poliole-
fina de filo tamaño de partícula, y áreas superficiales
desusadamente grandes, disolviendo la poliolefina elegida,
en un hidrocarburo volátil, a presión, y enfriando luego
5 la solución mientras es mantenida todavía bajo presión, pa-
ra precipitar el polímero. Después de haberse enfriado la
solución, el recipiente de mezclado puede ser puesto en
comunicación con la atmósfera, permitiendo así retirar la
solución restante. Este procedimiento deja el polímero en
10 forma transparente, seca, dispuesta para su uso como pol-
vo o medio absorbente. El examen detenido de las poliole-
finas pulverizadas producidas de esta manera reveló que
son de tamaño uniforme, y varían entre aproximadamente 0,1
y aproximadamente 900 micras de diámetro, con un área su-
15 perfi- cial de al menos $5 \text{ m}^2/\text{g}$, según la forma en que sean
producidas.

Se han hallado que las poliolefinas tales como po-
lím- ero de etileno, propileno, buteno-1, 4-metil-1-pente-
no, 3-metil-1-buteno, 4,4-dimetil-1-penteno, 3-metilpente-
20 no-1, 4-metilhexeno-1, 5-etilhexeno-1, 6-metilhepteno-1,
hexéno-1, hepteno-1, octeno-1, noneno-1, deceno-1, y simi-
lares, producidas a partir de monómeros que contienen de
2 a 12 átomos de carbono, son bien adecuadas para su uso
en este procedimiento de formación de partículas finamente
25 divididas. Los pesos moleculares de estas poliolefinas, y
sus copolímeros, pueden varían entre 1000 y varios millo-
nes, produciendo aún resultado utilizables. Los puntos de
fusión preferidos de estos polímeros son de aproximadamen-
te 80°C a aproximadamente 175°C, aunque pueden estar com-
30 prendidos entre 50 y 250°C. De hecho, se pueden usar polí-



meros tales como polímeros amorfos y polímeros que funden a mayor temperatura, que se puedan disolver y precipitar según este procedimiento, y son aceptables para formas las partículas finamente divididas deseadas.

5 Se ha hallado que entre los disolventes adecuados para este procedimiento se incluyen aquellos hidrocarburos y materiales clorados que tienen puntos de ebullición de -104 a +100°C. Para este procedimiento son aceptables los hidrocarburos saturados e insaturados que contienen de 1 a 12 átomos de carbono, conteniendo los disolventes preferidos de 2 a 5 átomos de carbono. Son típicos entre estos compuestos el etano, etileno, propano, propileno, butano, buteno, penteno, pentano, hexano, hexeno, heptano, hepteno, y sus isómeros. Los disolventes preferidos son el pentano, butano y propano. También se ha hallado que se pueden usar hidrocarburos halogenados y compuestos aromáticos. Son típicos entre estos compuestos el cloruro de metilo, bromuro de metilo, yoduro de metilo, fluoruro de etilo, cloruro de etilo, bromuro de etilo, yoduro de etilo, fluoruro de n-propilo, cloruro de n-propilo, cloruro de isopropilo, bromuro de n-propilo, bromuro de isopropilo, yoduro de n-propilo, yoduro de isopropilo, cloruro de n-butilo, fluorotriclorometano, fluorodichlorometano, benceno y fluorobenceno. Sin embargo, la mayoría de los compuestos oxigenados, tales como aldehidos, cetonas, alcoholes, y ácidos, no dan los mismos buenos resultados cuando se usan en el procedimiento. Sin embargo, se debe apreciar que el disolvente elegido dependerá de los polímeros que se estén usando en el procedimiento. Por ejemplo, puede ser deseable usar otros disolventes, tal como, por ejemplo, ciclo-

10

15

20

25

30



hexanona, si se usan en el procedimiento otros polímeros, tal como polivinilos, poliamidas, poliésteres y copolímeros de etileno con monómeros de tipo vinílico y acrílico. Por tanto, estos disolventes relacionados se dan a título de ejemplo, y para dar directrices a las personas que trabajen en esta técnica, y no como limitaciones rígidas de la invención expuesta.

5

Se pueden usar diversas concentraciones del polímero en las soluciones, pero se ha descubierto que los polímeros en soluciones de más del 50% conducen a aglomeraciones y trozos gruesos y sólidos de polímero. Además, las concentraciones bajas de polímeros en solución (es decir, de 1 a 5%) darán las partículas de tamaño más fino, mientras que las concentraciones mayores darán partículas de tamaño mayor. Por tanto, el intervalo preferido de concentraciones es de 1 a 20% de polímero, en peso.

10

15

25

25

30

Los únicos requisitos de temperatura son que la mezcla sea calentada hasta la temperatura suficiente, bajo la presión de que se trata, para disolver completamente el polímero. La presión a la que se ha de efectuar este procedimiento puede variar en intervalo bastante amplio, desde aproximadamente 7 kg/cm^2 hacia arriba, según la temperatura, disolvente, volumen del recipiente de reacción y otros factores variables. También se debe observar que los materiales muy volátiles se han de situar bajo presiones mayores, para asegurar que permanezcan en concentración suficiente para disolver la poliolefina. Por tanto, un disolvente que está en forma de gas a temperatura ambiente requerirá un nivel alto de presión, para asegurar que permanezca en estado concentrado en el recipiente, y por tanto



que está disponible para disolver la poliolefina. Normalmente, la densidad de la fase gaseosa ha de ser aproximadamente la de la fase líquida (es decir, la densidad del gas ha de ser mayor de 0,2). La agitación durante el procedimiento no es obligatoria, pero a mayores concentraciones de polímero tal movimiento de la solución asegura un producto más uniforme y un tiempo de reacción más corto.

Una vez disuelto el polímero en el disolvente, bajo esta temperatura y presión elevadas, se deja enfriar la solución. Este enfriamiento de la solución debe ser bastante lento durante el intervalo estrecho de temperaturas, generalmente de solo unos pocos grados de amplitud, conocido como "punto de precipitación" o "punto de turbidez", donde el polímero que había sido disuelto por el disolvente se separa del mismo y precipita. Este punto de precipitación tiene siempre lugar antes de que el recipiente cerrado de reacción llegue a la temperatura ambiente, y mientras existe una presión en él. Se ha hallado que la existencia de estas condiciones hace que el polímero se separe por precipitación en estado finamente dividido, que tiene un área superficial muy grande. Una vez terminada la precipitación del polímero, que tiene lugar cuando la temperatura pasa por el punto de precipitación o turbidez, y cuando la solución se ha enfriado lo suficiente para evitar la aglomeración del polvo durante la etapa de puesta en comunicación con la atmósfera, se comunica con la atmósfera el autoclave u otro recipiente cerrado de reacción usado para el procedimiento. Ello permite que escape el disolvente, dejando una capa, relativamente seca, de partículas policelulares finas uniformes, de aproximadamente 0,1 a aproximada-



mente 900 micras de diámetro. Si se usa un disolvente de evaporación lenta, se puede usar separación por calor o vacío para acelerar el secado del precipitante.

La invención se puede comprender más por consideración de los siguientes ejemplos, que se pueden usar en la práctica comercial real, y que se exponen para ilustrar ciertas realizaciones preferidas.

Ejemplo 1

En un autoclave de 110 ml se pusieron 20 g de polipropileno cristalino, que tenía una viscosidad inherente (V.I.) igual a 1,53. Luego se añadió al autoclave el etileno suficiente para dar una presión interior de 1410 kg/cm² dentro del autoclave cuando se calentase a 140°C. Luego se cerró herméticamente el autoclave, y se calentó gradualmente hasta 140°C. La temperatura de 140°C y presión interior de 1410 kg/cm² se mantuvieron durante 8 horas, con agitación, para asegurar que el polipropileno era disuelto por el etileno, tras lo cual se enfrió el autoclave hasta la temperatura ambiente. Cuando la solución pasó por su punto de precipitación o turbidez, que tiene lugar a aproximadamente 80°C, el polipropileno se separó por precipitación, abandonando al etileno disolvente. Cuando el autoclave estuvo a la temperatura ambiente fué puesto en comunicación con la atmósfera, permitiendo la evaporación del etileno disolvente. El polímero de polipropileno precipitado fué recuperado luego en forma de polvo.

La mayoría de las partículas producidas bajo este conjunto de condiciones predeterminadas tenían un diámetro de aproximadamente 300 a aproximadamente 600 micras, y tenían áreas superficiales desde al menos 45 m²/g para



las partículas de tamaño en el límite inferior, hasta 18 m^2/g para las partículas de tamaño en el límite superior. Esta área superficial ha de ser comparada con 1,7 m^2/g , que es el área superficial más grande observada en partículas del mismo intervalo de tamaños, preparadas por el mejor de los otros métodos conocidos antes de ahora. De hecho, la mayoría de las áreas superficiales observadas en el polvo producido por los otros métodos conocidos son menores de 1 m^2/g .

El procedimiento, según se describe en el ejemplo 1, se volvió a repetir con la excepción de que el autoclave fué puesto en comunicación con la atmósfera antes de haber pasado la solución de polímero por su punto de precipitación, y se enfrió completamente el autoclave hasta la temperatura ambiente (aproximadamente 25°C). Esto hizo que el polímero quedase en el autoclave en forma de un trozo sólido, y no en forma del polvo finamente dividido que se deseaba.

Este ejemplo indica claramente la importancia de mantener la presión dentro del recipiente de reacción cerrado, hasta que la solución de polímero haya pasado por su punto de precipitación, permitiendo así que el polímero se separe lentamente del disolvente por precipitación. En caso contrario no se puede obtener el polímero pulverizado deseado.

Ejemplo 2

Se añadieron 20 g de polipropileno cristalino (V.I. igual a 1,96 a 145°C) y 60 ml de pentano, a un autoclave de 110 ml. El autoclave se calentó a 150°C durante 8



horas, y luego se enfrió. Después de haber tenido lugar el enfriamiento total, se purgó el autoclave. Una porción sustancial del polímero precipitado se recuperó en forma de polvo uniforme finamente dividido, de tamaño comprendido entre 500 y 900 micras, con lecturas de área superficial media de aproximadamente $35 \text{ m}^2/\text{g}$.

Se volvió a repetir el Ejemplo 2, salvo en que se usaron 100 g de polipropileno, en vez de 20 g. El polímero recuperado en este caso estaba en forma de 10 a 12 trozos grandes de polímero, en vez de en forma del material pulverizado deseado. Así, se obtuvieron resultados que ilustran claramente que cuando la concentración de polímero en solución es mayor de aproximadamente 50% se producirán aglomeraciones y trozos grandes sólidos de polímero.

15 Ejemplo 3

Se pusieron 20 g de polietileno de baja densidad y 60 ml de pentano en un autoclave de 110 ml. el autoclave se calentó hasta 150°C , y se mantuvo a esta temperatura bajo la presión generada por el pentano disolvente calentado, durante 8 horas. Luego se enfrió el autoclave hasta la temperatura ambiente y se puso en comunicación con la atmósfera. La porción mayor del polímero polietileno precipitado se recuperó en forma de polvo uniforme finamente dividido, que tenía diámetros de 500 a 900 micras, con una relación media entre superficie y masa igual a $30 \text{ m}^2/\text{g}$.

Ejemplo 4

Se pusieron 10 g de cera de polipropileno crista-



lino de poca viscosidad, que tenía una V.I. igual a 0,36
a 145°C, y 150 ml de pentano, en un autoclave de 300 ml,
y se calentó a 150°C durante 4 horas. Luego se enfrió el
autoclave hasta la temperatura ambiente, tras lo cual se
5 puso en comunicación con la atmósfera. La cera de poli-
propileno se recuperó en forma de polvo, y tenía un tamaño
medio de partícula de aproximadamente 10 micras de diáme-
tro. Se halló que las partículas de tamaño particularmente
pequeño tenían un área superficial extremadamente grande,
10 en comparación con las partículas antes conocidas, que
tenían 44 m²/g. Se ensayaron estas partículas para deter-
minar si se podían usar en emulsiones. Se halló que estas
partículas se dispersan fácilmente en agua cuando se mez-
clan con tensoactivos, de forma bien conocida en la téc-
15 nica.

Quando la precipitación del polímero disuelto se
efectúa en presencia de aditivos que son insolubles en el
disolvente que se esté usando, los aditivos son uniforme-
mente dispersados e incorporados en el polímero incluso en
20 relaciones en peso de hasta 19:1 entre aditivo y polímero.
Los ejemplos siguientes ilustran diversas formas en que se
puede producir una mezcla de polímero finamente dividido,
y aditivo.

Ejemplo 5

25 Se pusieron 4 g de polietileno de baja densidad
y 16 g de almidón de arroz en un autoclave de 300 ml, con
200 ml de pentano. El autoclave se calentó a 150°C duran-
te 4 horas, y luego se enfrió, estando el contenido a pre-
sión. Después de haberse evaporado instantáneamente el
30 pentano, el polímero y almidón se recuperaron del autoclave



en forma de mezcla uniforme de partículas, de diámetros comprendidos entre 300 y 400 micras, con un área superficial media de $5,7 \text{ m}^2/\text{g}$. La menor área superficial hallada en este ejemplo se debe a la incorporación de las partículas de aditivo dentro de la estructura de las partículas de polietileno.

Ejemplo 6

Se trataron 4 g de polipropileno cristalino y 16 g de almidón de arroz, como se ha descrito en el ejemplo 5. La mezcla resultante se obtuvo en forma de mezcla uniforme de partículas que tenían lecturas de diámetro de 300 a 400 micras, y un área superficial media igual a $6,9 \text{ m}^2/\text{g}$.

Ejemplo 7

Se trataron 4 g de polietileno y 16 g de negro de humo, como se ha descrito en el Ejemplo 5. Es sabido que el negro de humo tiene un área superficial relativamente grande, cuando se compara con los polvos producidos por métodos anteriormente conocidos. Se halló que la mezcla de partículas resultante era muy uniforme, con tamaños de 300 a 400 micras, y tenía un área superficial relativamente grande, igual a $60,0 \text{ m}^2/\text{g}$. Se cree que éste fué debido al uso de negro de humo como material de mezcla.

Ejemplo 8

Se pusieron 5 g de polipropileno muy cristalino y 190 ml de pentano en un autoclave, y se calentaron a 150°C . Esta temperatura se mantuvo bajo una presión generada por el disolvente pentano calentado, durante 8 horas. Luego se enfrió el autoclave hasta la temperatura ambiente,



y se puso en comunicación con la atmósfera. El polímero precipitado se recuperó como polvo uniforme finamente dividido, que tenía una distribución de tamaño de partículas de aproximadamente 1 a 5 micras, con un área superficial media igual a 42,5 m²/g.

Ejemplo 9

Se trataron 4 g de polipropileno y 16 g de polimetacrilato de metilo, como se ha descrito en el Ejemplo 5. La mezcla se recuperó como mezcla de polvo homogéneo.

Ejemplo 10

Se mezclaron polietileno y polipropileno al 50:50 (% en peso), y 4 g de esta mezcla se trataron por el método descrito en el Ejemplo 5. El resultado fué un polvo homogéneo de polietileno-polipropileno, con almidón de arroz uniformemente distribuido por todo él.

A título de comparación, un polipropileno policristalino preparado por el procedimiento en suspensión, que tiene un tamaño de partícula de 1 a 5 micras, tiene un área superficial media igual a 1,5 m²/g.

El material producido por el procedimiento en suspensión se forma como polvo sin estar en presencia de ningún medio vehículo, tal como un líquido. En este sentido, el procedimiento en suspensión se puede considerar como similar al procedimiento de la invención, aquí descrito, por el que se forma también directamente el polvo. Un polvo de poliolefina hecho por el método en suspensión no producirá unas partículas que tengan un área superficial relativamente grande. Tales partículas no se consideran útiles,



en general, como absorbente.

También se ha descubierto que se pueden extraer ciertos aditivos del polímero precipitado, dando una nueva estructura celular abierta, de gran área superficial. Entre estos aditivos que se pueden extraer, fácilmente de un polímero precipitado se encuentran materiales finamente divididos tales como, almidón de arroz, de grano y de patata. Otros ejemplos de aditivos que se puedan usar en el procedimiento son cloruro sódico, carbonato cálcico, sales de Epsom y sulfuro sódico. Los materiales tales como negro de humo, otros polímeros (solubles e insolubles), pigmentos, antioxidantes, colorantes, y diversos aditivos similares, se pueden dispersar también extremadamente bien por este método, pero en general no se pueden extraer.

Por elección adecuada del tamaño y tipo del aditivo o aditivos a incluir en el polímero precipitado, se puede controlar con exactitud el tipo de estructura celular que se obtendrá. Por ejemplo, el almidón de arroz tiene un tamaño medio de partícula de aproximadamente 5 micras, el almidón de maíz aproximadamente 15 micras, y el almidón de patata aproximadamente 70 micras, lo que permite elegir en un intervalo de tamaños de partícula, y obtener el cambio resultante deseado del tamaño de las células en la dispersión. Una vez mezclados la poliolefina y los aditivos de almidón, por este método de precipitación, el almidón puede ser extraído por el método de hervir en agua y extraer luego con un ácido diluido tal como, por ejemplo, HCl. También se pueden eliminar otros aditivos de este tipo por disolución o descomposición.

Las partículas policelulares precipitadas se ca-



racterizan por su área superficial desusadamente grande, muy pequeños tamaños de partícula (por elección adecuada de las condiciones, y particularmente con cera de poliole-
fina), y por su gran eficacia como filtros para humo de
5 tabaco. Por tanto, para mayor claridad, y en vista del he-
cho de que estas partículas polielulares precipitadas dan
tales resultados superiores y totalmente inesperados cuan-
do se usan como medios de filtro, las partículas polielu-
lares serán descritas en detalle, ya que se aplican espe-
10 cíficamente en la manufactura y uso de un elemento de fil-
tro para cigarrillos.

Con fines de comparación, uno de los métodos de la
técnica anterior que han tenido más éxito, de los ideados
hasta ahora, para producir una mezcla que contiene aditivo,
15 consistía en incorporar un almidón en el polietileno usan-
do rodillos calientes. El almidón contenido en el polie-
tileno podía ser extraído después, dando un material poro-
so, si ello era deseable. Otro procedimiento para obtener
resultados similares consistía en mezclar entre sí aditi-
20 vos y un monómero, tal como estireno, tras lo cual la mez-
cla se moldeaba por colada, para darle forma maciza, y se
lixiviaba el aditivo, dando un artículo poroso con forma.
Otro método usado antes de ahora para producir materiales
microporosos consistía en incorporar un agente formador de
25 poros, tal como almidón, en una mezcla de policloruro de
vinilo pulverizado y un plastificante temporal, siendo el
agente formador de poros incompatible con la resina o con
el plastificante. Luego se formaban hojas con la mezcla, o
se daba forma de otra manera, tal como extrusión, y el agen-
30 te formador de poros se eliminaba de ella, dejando una plu-



ralidad de poros o microporos de tamaño uniforme dependen
te del tamaño original del almidón.

5 En tiempos pasados se ha conseguido también la pro-
ducción de estructuras polímeras celulares por una varie-
dad de métodos, consistentes generalmente en introducir
un agente de expansión, normalmente gaseoso, en el mate-
rial polímero, a presión, seguido por reducción de la pre-
sión, con lo que se forma una estructura porosa celular.
También se ha usado, con éxito limitado, una operación si-
10 milar del tipo de sinterización.

Sin embargo, en todos estos procedimientos anterior-
mente conocidos, se han producido estructuras porosas que
tienen poros de forma irregular, de tamaño, posición y
propiedades filtrantes no uniformes. Además, estos proce-
15 dimientos son generalmente bastante caros, y a menudo pro-
ducen una estructura que no se puede usar hasta que sea
sometida a etapas adicionales de tratamiento.

En la tabla siguiente se exponen ciertos ejemplos
específicos que ilustran vívidamente la eficacia perfeccio-
20 nada de los filtros para humo de tabaco hechos con mate-
riales polímeros policelulares precipitados, tanto antes
como después de haberse efectuado la extracción de los di-
versos aditivos, en comparación con muestras hechas de una
combinación idéntica de ingredientes, pero preparadas por
25 la técnica llamada de "laminación en caliente", sustancial-
mente según se describe, por ejemplo, en la patente EE.UU.
nº 2.676.929

T A B L A 1

<u>Mues- tra</u>	<u>Aditivo usado</u>	<u>% de adi- tivo</u>	<u>Aditivo extraído</u>	<u>Polímero usado</u>	<u>Técnica de mezcla</u>	<u>Peso del filtro, mg</u>	<u>Alquitrán eliminado</u>
1	ninguno	0	-	Polipropileno	Precipitación	106	38%
2	Almidón de arroz	50	si	Polipropileno	Precipitación	68	62%
3	Almidón de arroz	70	si	Polipropileno	Precipitación	52	72%
4	Almidón de arroz	80	si	Polipropileno	Laminación en caliente	70	60%
5	Almidón de arroz	80	si	Polipropileno	Precipitación	44	75%
6	Almidón de arroz	80	no	Polipropileno	Laminación en caliente	179	39%
7	Almidón de arroz	80	no	Polipropileno	Precipitación	144	55%
8	Almidón de arroz	80	si	Poliétileno	Laminación en calien- te	100	40%
9	Almidón de arroz	80	si	Poliétileno	Precipitación	57	63%
10	Almidón de arroz	80	si	Poliestireno	Precipitación	58	66%
11	Almidón de arroz	80	si	Policarbonato	Precipitación	60	70%
12	Almidón de arroz	80	si	Poliéster	Precipitación	51	68%
13	Carbonato cálcico de 4 micras de tamaño de partí- cula	80	si	Polipropileno	Precipitación	47	70%
14	Fosfato tricálcico de 4 micras de tamaño de partí- cula	80	si	Polipropileno	Precipitación	50	69%

135237

25





En todo este trabajo se usó un tamaño de partícula de 300 a 400 micras, fuese o no fuese sometido el material a extracción.

5 El método de precipitación usado para producir los nuevos materiales precipitados policelulares ilustrados por las especies indicadas en la Tabla 1, se efectuó poniendo 200 ml del disolvente, usualmente pentano, y 20 g totales del material polímero y aditivo elegido para mezclar, si se usó tal aditivo, en un recipiente cerrado de reacción o autoclave, de 310 cc de volumen. La mezcla se calentó a 150°C durante un periodo de 4 horas, con agitación por balanceo, bajo la presión producida naturalmente por los gases desprendidos por el contenido dentro del recipiente. Luego se enfrió lentamente el autoclave hasta 15 la temperatura ambiente, se abrió, y se recuperó el material mezclado, en forma de partículas polímeras finamente divididas. El disolvente que quedaba se separó por evaporación, o se eliminó de otra forma, y se tamizó la muestra, para obtener el tamaño de partícula deseado, que usualmente fué de 300 a 400 micras. La relación entre aditivo y material polímero se cambió, pero la cantidad de disolvente se mantuvo constante. Como se ha mencionado anteriormente, las muestras de aditivo y polímero mezclados en los rodillos calientes se prepararon y trataron de forma idéntica a las muestras precipitadas, en la medida de lo posible.

25 Con ambos tipos de las mezclas producidas, concretamente el formado por el método de precipitación y el producido por el procedimiento de rodillos calientes, se formaron varillas o unidades de filtro, poniendo las partículas



las sueltas en una envoltura. Estas varillas de filtro se formaron como, o se cortaron a, longitudes de 17 mm, y tenían 24,5 mm de circunferencia.

5 La figura única del dibujo adjunto muestra un cigarrillo provisto de un filtro de humo de tabaco, construido de acuerdo con una forma preferida de la invención.

10 Como se ilustra, el cigarrillo comprende una varilla de tabaco 1, encerrada en una cubierta de papel 2, que cierra también un filtro que comprende partículas 3 de poliolefina precipitada, encerradas en una cubierta 4. Preferiblemente, el filtro está provisto también de un par de tapones extremos 5 de acetato de celulosa o material similar para evitar que los polímeros precipitados, finalmente divididos, salgan de la cubierta 4.

15 Luego se ensayó la capacidad de estos cigarrillos con filtro para eliminar alquitrán y partículas sólidas, según métodos de ensayo conocidos. Se debe observar que con los materiales polímeros finamente divididos de la invención se pueden formar elementos de filtro, o se pueden
20 combinar con otros tipos de elementos de filtro para humo de tabaco, incluyendo una mecha de filtro continua.

25 Con referencia a la Tabla 1, se puede ver que la muestra 1 estableció un valor de referencia para un filtro para cigarrillos hecho con partículas precipitadas de polipropileno puro. Se debe observar en particular que aún cuando el polipropileno precipitado tenía un área superficial muy grande, su eficacia como medio de filtro era relativamente mala. La muestra 2 ilustra las propiedades perfeccionadas de filtración que se pueden obtener cuando el 50% del
30 aditivo es almidón de arroz, y la muestra 3 indica los re-



sultados obtenidos con 70% de aditivo.

5 Las muestras 4 y 5 ilustran la diferencia de eficacia y área superficial de los filtros hechos por el método de precipitación y por el método de mezcla en rodillos calientes. En cada caso, el almidón usado como aditivo fue extraído antes de dar forma de filtro de cigarrillo al material precipitado. Las muestras 6 y 7 ilustran la diferencia entre los dos métodos cuando no se extrae el almidón. Se debe observar que el material policelular precipitado, no sometido a extracción, de la muestra 7, es prácticamente igual de bueno, como elemento de filtro para humo de tabaco, que el mejor material hecho por mezclado en rodillos calientes y extracción posterior.

15 Las muestras 8 y 9 ilustran de nuevo la diferencia de eficacia de los elementos de filtro para humo de tabaco, producidos por los dos métodos, totalmente diferentes, después de extraer el almidón, usando polietileno como material polímero.

20 Las muestras 10, 11 y 12 indican el uso de otros diversos tipos de polímeros, en el procedimiento de precipitación, para producir elementos de filtro muy eficaces para humo de tabaco. Los polímeros usados en la muestra 12 fueron politereftalato de etileno, y el disolvente fue butirolactona en vez de pentano. Esta variación de disolvente es necesaria, ya que los poliésteres y poliamidas requieren un disolvente de tipo muy polar, y, por tanto, son diferentes en este sentido, en comparación con las poliolefinas.

30 Las muestras 13 y 14 tienen particular interés, ya que muestran la versatilidad del procedimiento en el uso de



25 ABR

otros tipos de aditivos que se pueden extraer, y que tienen el tamaño de partícula necesario para producir elementos de filtro eficaces para humo de tabaco.

5 La estructura del material policelular precipitado es extremadamente diferente de los medios de filtro de polietileno microporosos, ya que el filtro policelular precipitado está compuesto por huecos mucho más pequeños, y partículas más pequeñas. De hecho, el material policelular tiene una forma física diferente del material micropo-
10 roso, ya que está compuesto por una multiplicidad de partículas esféricas muy pequeñas, arracimadas formando partículas o ristras más grandes, en vez de varillas interconectadas lisas, como sucede en el material microporoso.

En resumen, los filtros para humo de tabaco producidos por el método de precipitación son: (1) extremadamente eficaces, ya se extraiga o no se extraiga el aditivo; (2) de poco peso; (3) tienen áreas superficiales muy grandes; y (4) tienen una estructura notablemente diferente, en comparación con los materiales mezclados por laminación en rodillos diferenciales.
15
20

El propio método de precipitación no tiene igual, ya que permite producir dispersiones muy uniformes de partículas extremadamente pequeñas, en amplia variedad de polímeros. Además, el nuevo procedimiento de precipitación es rápido, relativamente barato, y requiere un mínimo de secado y elaboración del producto.
25

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 16 de Marzo de 1966, bajo el número 534.884, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.
30



Los puntos que como característica de novedad se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Modelo de Utilidad en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5

1º.- Filtro para humo de tabaco, que comprende partículas polímeras que tienen un tamaño de partícula comprendido entre 0,1 y 900 micras de diámetro, caracterizado porque cada partícula tiene un área superficial de al menos $5 \text{ m}^2/\text{g}$.

10

2º.- Filtro para humo de tabaco según la reivindicación 1, en el que las partículas polímeras tienen un área superficial policelular, por ser extraídos de ella los aditivos incorporados.

15

3º.- Filtro para humo de tabaco según la reivindicación 1 ó 2, en el que el material polímero se elige del grupo que consta de poliésteres, copolímeros de etileno, poliolefinas y copolímeros de poliolefinas.

20

4º.- Filtro para humo de tabaco según la reivindicación 1, 2 ó 3, en el que el material acetato de celulosa se combina con las partículas polímeras, para formar la porción de los extremos del filtro.

25

5º.- Filtro para humo de tabaco.

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

135237

25 ABR



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

Madrid, 25 ABR 1968
P.A.

Alberto de Elzabur
[Handwritten signature]

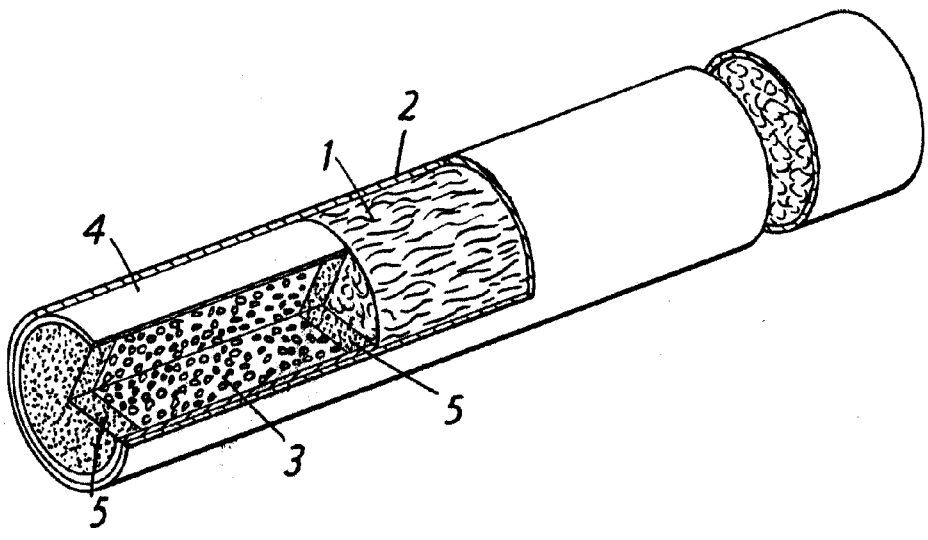


12.3.68
AVS



1768

135237



Alberto de Elzab...
Alberto de Elzab...