

307671

P - 28.278

13 ABR. 1965

U.S. Application nº
334.560



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 29 de diciembre de 1.964, con el nº 307.671

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de Eastman Kodak Company, entidad norteamericana,
establecida en 343 State Street, Rochester, Nueva York, Es-
tados Unidos de América, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE COMPOSICIONES PA-
RA EL TRATAMIENTO DE FILAMENTOS AGRUPADOS"

Este invento se refiere a composiciones para el trata-
miento de filamentos agrupados. Más particularmente, este in-
vento concierne (a) a composiciones para el tratamiento de
filamentos agrupados y (b) a elementos de filtro de humo de
5 tabaco que contienen filamentos agrupados tratados con és-
tas.

En la fabricación de filtros de humo de tabaco a par-
tir de una agrupación de filamentos continuos de acetato de
celulosa, es usual tratar los filamentos agrupados con un



plastificante de ester orgánico tal como diacetato de glicerol, triacetato de glicerol, dipropionato de glicerol, tripropionato de glicerol, mono- o diacetato de propilenglicol, ftalato de di(metoxietilo), glicolato de metilftaliletilo, o citrato de trietilo. Usualmente, el plastificante es pulverizado sobre los filamentos agrupados, mientras que estos filamentos agrupados son extendidos en forma de una cinta plana y ancha. El plastificante actúa como agente de unión para los filamentos del filtro. El plastificante ablanda y/o disuelve los filamentos en los puntos en que entra en contacto con los filamentos. Cuando filamentos adyacentes entran en contacto uno con otro en tales lugares, ambos filamentos resultan unidos entre sí. La unión entre los filamentos en tales lugares da como resultado un elemento de filtro firme y rígido. Se conoce también tratar filamentos agrupados con polietilenglicoles para mejorar dichos filamentos agrupados para los fines de filtración de humo de tabaco. Aunque tanto los plastificantes de ester orgánico como los polietilenglicoles han probado ser muy apropiados para sus fines individuales, algunas veces ha sido difícil obtener una aplicación uniforme, debido a la falta de completa compatibilidad, cuando se han hecho intentos de combinar estos dos aditivos. Se ha encontrado que, algunas veces, los sistemas de dos fases hacen menos efectiva su aplicación a los filamentos agrupados. Por consiguiente, el desarrollo de una composición fácil y uniformemente aplicada que utilizase las propiedades deseables de estos dos tipos de aditivos para filamentos agrupados, y que acrecentase la aptitud de las varillas de filtro, preparadas a partir de filamentos agrupados que contienen tal

3 0 7 6 7 1

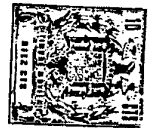


5 composición, para separar determinados componentes indeseables del humo del tabaco, representa un resultado altamente deseable. Después de una amplia investigación, se ha encontrado una composición fácilmente añadida a filamentos agrupados y útil para comunicar a estos buenas características de separación de elemento de filtro mientras que hace al mismo tiempo que los filamentos agrupados, cuando se utilizan en elementos de filtro, convergen la rigidez y firmeza necesarias.

10 Un objeto de este invento es producir una composición útil para tratar filamentos agrupados. Otro objeto es proporcionar elementos de filtro de humo de tabaco que muestran características altamente eficientes de separación, en lo que respecta a hacer mínima la cantidad de componentes gaseosos y sólidos indeseables del humo de tabaco que pasa
15 dentro de la boca del fumador, cuando este fuma. Otro objeto es proporcionar una composición de aditivo para filamentos agrupados que permite la inclusión de agua y agentes tensioactivos para aumentar la uniformidad de aplicación de la misma y que dé como resultado la eficacia del filtro.

20 Otro objeto más es proporcionar un aditivo para ser aplicado a filamentos agrupados para comunicar una capacidad acrecentada de filtración a elementos de filtro de humo de tabaco, en los que se utilizan filamentos agrupados que
25 contienen dicha composición. Otros objetos resultarán evidentes seguidamente.

30 Se ha encontrado que al utilizar una composición preparada con 25 a 50% en peso de polietilén-glicol, 50 a 75% de plastificante de ester orgánico, hasta 15% de agua y hasta 1% aproximadamente de agente dispersante se comunica a



ésta un alto grado de facilidad y uniformidad de aplicación a filamentos agrupados de filtro, y se comunica una alta eficacia de separación, particularmente de fenol, a las varillas de filtro de humo de tabaco que utilizan filamentos agrupados a los que se ha aplicado dicha composición. La composición preferida contiene entre 38 y 46% en peso de polietilenglicol, y entre 46 y 62% en peso de triacetina (conocida también como triacetato de glicerol o triacetato de glicerilo). Cuando la cantidad de polietilen-glicol en la mezcla es mayor que 50% en peso, el efecto de trabazón de la mezcla sobre los filamentos agrupados para producir una varilla firme tiende a disminuir. Por otra parte, cuando la cantidad de polietilen-glicol es menor que 25% en peso, la capacidad de separación de fenol de las varillas de filtro en que se utilizan los filamentos agrupados tratados, puede ser algo disminuida, y puede aparecer alguna pérdida de porosidad debido a la trabazón aumentada de los filamentos del filtro. También, se ha encontrado que deberá estar presente por encima de 2,5%, preferiblemente entre 3 y 8%, en peso de polietilenglicol en el elemento de filtro acabado, basado sobre el peso total de los elementos de filtro menos el peso de la envoltura. Esto es equivalente al menos a 10% aproximadamente de la mezcla plastificante/polietilenglicol.

El polietilen-glicol utilizado en la composición de tratamiento de filamentos agrupados de este invento tiene preferiblemente un punto de fusión por debajo de 35°C y es miscible con la triacetina u otro plastificante con el que es usado. El polietilenglicol preferido tiene un peso molecular medio entre 200 y 600, y es líquido a la tempera-

307671



tura ambiente. Su fórmula estructural puede ser representada como sigue:



5

En esta fórmula n es un número entero entre 2 y 12.

10

Otros plastificantes que pueden ser utilizados de acuerdo con nuestro invento incluyen mono- y diacetatos de glicerilo, mono- di- y tripropionatos de glicerilo, esteres mixtos de glicerina que contienen grupos acetilo y propionilo, ftalato de dimetilo, citrato de trietilo, diacetato de propilenglicol, ftalato de di(metoxietilo) y glicolato de metil-ftalil etilo.

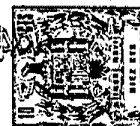
15

20

25

30

Por utilización de la composición plastificante/poli-
tilenglicol de este invento no solamente son acrecentadas las características de separación de los filamentos agrupados a los cuales es añadida ésta, sino que el sabor de la persona, que fuma un cigarrillo que contiene un filtro preparado a partir de filamentos agrupados que contienen dicha composición, es suavizado. También, a pesar de la condición líquida de la composición cuando es aplicado, se producen varillas rígidas de filtro. Además otra nueva ventaja de esta composición es que la mezcla puede contener hasta un 15% en peso de agua sin aparecer un sistema de dos fases, y puede incluir también hasta 1% aproximadamente en peso de agente dispersante tal como un agente tensioactivo o humedecedor soluble en agua. Representativos de agentes dispersantes que se pueden utilizar son: sulfatos de alcoholilo y arilo, sulfonatos de alcoholilo y arilo, alcohol-fenoxi-poli(etilenoxi)etanol, esteres de ácido sulfosuccinico, conden-



sados de oxido de etileno con una base hidrofoba formada condensando oxido de propileno con propilenglicol y similares.

5 Para mayor comprensión de nuestro invento se puede hacer referencia a los siguientes ejemplos que se exponen principalmente con el objeto de explicar nuestras realizaciones preferidas.

Ejemplo 1

10 Se prepararon 10 muestras, comprendiendo cada una un grupo de 1.000 filtros, a partir de una agrupación de filamentos continuos y rizados de filamentos de acetato de celulosa. El acetato de celulosa tenía un contenido en acetilo de 39,7%. Los filamentos individuales de la agrupación
15 eran de 5 deniers, y el total de deniers de la agrupación de filamentos era de 60.000. Se prepararon las muestras de la manera siguiente: Diez porciones iguales de la agrupación fueron configuradas en cintas, cada una de 30 cms. de ancho aproximadamente, extendiendo las porciones en bandas planas
20 y anchas. Cada una de las 10 porciones fué tratada con una composición plastificante diferente. La composición utilizada para la muestra 1 fué triacetina. Las composiciones utilizadas para las otras muestras fueron mezclas de polietilenglicol y triacetina, tal como se muestra en la tabla
25 1 siguiente. Las composiciones fueron pulverizadas sobre las porciones respectivas de filamentos extendidos, hasta que la cantidad de composición añadida a los filamentos agrupados quedó en cada caso dentro del margen de 9,5% a 10,5% en peso, basado sobre el peso total de filamentos
30 agrupados más la composición. Las porciones fueron impulsa-

307671



das entonces sucesivamente a través de un embudo en un molde en que cada porción fué (a) configurada en una varilla cilíndrica con una circunferencia de 25 mm. y (b) envuelta con papel de cigarrillos. Dos horas después de la operación de envoltura, cuando cada varilla resultó suficientemente firme para ser cortada, las varillas fueron cortadas en tramos de 17 mm. de longitud para formar filtros de humo. Seguidamente los filtros fueron ensayados en cuanto a la dureza, es decir la rigidez. Los filtros de la muestra 1, que contenían solamente triacetina, eran rígidos. La rigidez del filtro de las otras muestras era tal como se muestra en la tabla 1.

T A B L A 1

Muestra	Peso molecular medio del polietilenglicol	Relación de partes (en peso) de polietilenglicol a triacetina	Dureza de la varilla de filtro después de dos horas
2	200	5.0:5.0	Semirrigida
3	200	4.0:6.0	Rígida
4	200	3.0:7.0	Muy rígida
5	400	5.0:5.0	Semirrigida
6	400	4.0:6.0	Rígida
7	400	3.0:7.0	Muy rígida
8	600	5.0:5.0	Semirrigida
9	600	4.0:6.0	Rígida
10	600	3.0:7.0	Muy rígida

Un grupo de filtros de cada una de las 10 muestras fué ensayado seguidamente en cuanto a la pérdida de carga.



La pérdida de carga es una medida de la resistencia a la circulación del aire a través de un filtro. La pérdida de carga se determina midiendo, en mm. de agua sobre un manómetro, la diferencia de presión de aire en los extremos de entrada y salida de un filtro mientras se aspira aire a través del filtro a una velocidad constante (es decir 1.050 cm³ de aire por minuto). El resultado medio de los filtros de cada muestra se representa en la columna A de la tabla 2 siguiente.

Seguidamente, 800 de los filtros restantes de cada muestra fueron acoplados a cigarrillos de una única marca. Estos cigarrillos, que originalmente eran de 85 mm. de largo, fueron primeramente acortados cada uno de ellos hasta 68 mm. para compensar la longitud del filtro. Los 800 cigarrillos emboquillados de cada muestra fueron divididos seguidamente en 4 grupos, identificados respectivamente como B, C, D y E. Los filtros de cada uno de los 4 grupos de cada muestra fueron ensayados seguidamente en cuanto a su eficacia para separar constituyentes del humo de tabaco. Los filtros de los grupos B fueron ensayados en cuanto a la separación de alquitrán mientras los filtros estaban frescos, es decir que no tenían más de una semana de vida. Los filtros de los grupos C fueron sometidos a un ensayo idéntico después que estos filtros hubieron sido envejecidos en un recipiente cerrado, a la temperatura ambiente, durante 3 meses. Los filtros de los grupos D fueron ensayados en cuanto a la separación de fenol cuando estaban frescos, y los filtros de los grupos E fueron ensayados en cuanto a la separación de fenol después de envejecimiento durante 3 meses en un recipiente cerrado a la temperatura ambiente.

3 0 7 6 7 1



5 En los ensayos, cada cigarrillo fué fumado hasta una longitud total de la colilla (incluyendo filtro) de 23 mm., en una máquina automática de fumar similar a la máquina tipo B descrita en Tobacco Science, volumen 5, pags. 31-35 (17 de marzo de 1961). La cantidad de alquitrán separado por los filtros de los grupos B y C se determinó por el procedimiento foto-fluorométrico descrito en Tobacco Science, volumen 4, pgs. 55-61 (1960). La cantidad de fenol separada por los filtros de los grupos D y E se determinó por el método descrito en Beitrage zur Tobakforschung Heft, volumen 3, pgs. 101-106 (1961). Los resultados medios de los ensayos de separación de alquitrán y fenol, efectuados sobre las diversas muestras, se muestran en la tabla 2.

10

307671



T A B L A 2

Muestra	Perdida de carga media (mm. de H ₂ O)	% de solidos del humo (alquitran) separados por el filtro		% de fenol separado por el filtro		
		Al comienzo	Despues de tres meses	Al comienzo	Despues de tres meses	
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	
10						
	1	38,0	28	27	82	73
	2	40,5	29	29	84	83
	3	38,0	27	30	85	63
	4	43,0	28	30	87	86
15	5	38,0	30	27	88	87
	6	38,0	27	28	85	86
	7	40,5	28	28	87	85
	8	38,0	29	27	84	83
	9	43,0	28	28	87	88
20	10	38,0	29	28	86	84

Se prepararon filtros adicionales de la manera antes descrita, siendo tratados los filamentos agrupados con 10% en peso de los diversos polietilenglicoles mostrados en la tabla 1 sin adición de triacetina. Los filtros así preparados fueron ensayados en cuanto a dureza después de un almacenamiento de 30 días. Todos los filtros eran blandos, es decir insuficientemente rígidos para cumplir los requerimientos de dureza usuales para su utilización comercial como filtros de cigarrillos.

3 0 7 6 7 1



Los precedentes ensayos muestran lo siguiente:

1. Los filtros preparados a partir de filamentos tratados con triacetina solamente, pierden eficacia para la separación de fenol durante el envejecimiento por tres meses.

5 2. La capacidad de separación de fenol de los filtros preparados a partir de filamentos tratados con mezclas de triacetina y polietilenglicol no es afectada sustancialmente por tal envejecimiento.

10 3. Los filtros preparados a partir de filamentos que han sido tratados con una mezcla apropiada de triacetina y polietilenglicol son suficientemente duros, es decir, rígidos, para ser fácilmente transformados en filtros de cigarrillos en una maquinaria convencional de fabricación de cigarrillos con filtro.

15 4. Los filtros, recientes o envejecidos, preparados a partir de filamentos que han sido tratados con una mezcla apropiada de triacetina y polietilenglicol son en general al menos tan efectivos (cuando no mejores) para la separación de alquitrán y fenol del humo del tabaco, como los filtros preparados a partir de filamentos tratados solamente
20 con triacetina.

Ejemplo 2

25 Para este ejemplo, se emplearon 6 porciones de una segunda agrupación de filamentos de acetato de celulosa para preparación de filtros. La agrupación estaba compuesta de filamentos con un denier de 2,1. El denier total de la agrupación de filamentos era de 12.000. El contenido en acetilo del acetato de celulosa era del 40%. Cada una de las porciones fué extendida en forma de una cinta plana y ancha
30

307671



T A B L A 3

Muestra	Perdida de carga media (mm. de H ₂ O)	% de solidos del humo (alquitran) separado por el filtro		% de fenol separado por el filtro	
		Al comienzo	Despues de tres meses	Al comienzo	Despues de tres meses
11	71,0	45	43	88	79
10 12	66,0	42	43	87	87
13	63,5	41	43	87	78
14	68,5	43	41,	85	85
15	68,5	42	42	86	78
16	66,0	43	44	88	87

15

Tal como se desprende de los datos de la tabla 3, los filtros que contenían solamente plastificante (muestras 11, 13 y 15) eran sustancialmente de la misma capacidad de separación de alquitran, despues de ser envejecidos durante tres meses, que cuando estaban recientemente preparados, mientras que mostraron una pérdida en capacidad de separación de fenol al cabo de los tres meses.

20

Por otra parte, los filtros preparados a partir de agrupaciones de filamentos que contenían la composición de polietilenglicol/plastificante de este invento, tenían sustancialmente la misma capacidad de separación de fenol despues de envejecer que antes.

25

De los ejemplos y descripción precedentes se puede ver que hemos obtenido una composición de polietilenglicol/plastificante especialmente útil para el tratamiento de filamen

30



5 tos agrupados para filtros. Los filtros preparados a partir de filamentos agrupados que contienen dicha composición de tratamiento exhiben características altamente favorables de separación de alquitran y fenol, además de la firmeza y rigidez necesarias, incluso después de periodos considerables de almacenamiento .

10 Se ha descrito el invento en detalle con particular referencia a sus realizaciones preferidas, pero se sobrentenderá que se pueden llevar a cabo variaciones y modificaciones dentro del espíritu y alcance del invento, tal como se ha descrito en lo que antecede y tal como se define en las reivindicaciones siguientes.

15 La presente solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 30 de diciembre de 1.963, bajo el número 334.560, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

N O T A

25 Los puntos de invención propia y nueva que se presenten para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

30 1.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones para el tratamiento de filamentos agrupados, caracterizadas porque dichas composiciones contienen 25 a. 50% en peso de polietilen glicol siendo el resto un plastificante.

307371



2.- Mejoras según el punto 1 según las cuales las composiciones comprenden un plastificante que consiste en un plastificante de ester orgánico seleccionado del grupo consistente en monoacetato de glicerol, diacetato de glicerol, triacetato de glicerol, monopropionato de glicerol, dipropionato de glicerol, tripropionato de glicerol, esteres mixtos de glicerina que contienen grupos acetilo y propionilo, ftalato de dimetilo, citrato de trietilo, monoacetato de propilen glicol, diacetato de propilen glicol, ftalato de di (metoxietilo) o glicolato de metilftaliletilo.

3.- Mejoras según los puntos 1 ó 2 según las cuales las composiciones contienen un agente tensioactivo soluble en agua.

4.- Mejoras según el punto 1 según las cuales las composiciones comprenden 40% en peso de polietilenglicol con un peso molecular medio de 400 y liquido a temperatura ambiente, 49 % en peso de triacetina, 10% en peso de agua y 1% en peso de un agente tensioactivo soluble en agua.

5.- Mejoras según el punto 1 caracterizadas porque las composiciones comprenden una mezcla de 38 a 46% en peso de polietilen glicol con un peso molecular medio de 200-600 y liquido a temperatura ambiente y 54 a 62 % en peso de triacetina, teniendo la mezcla dispersados en ella hasta 15% en peso de agua y hasta 1 % de un agente tensioactivos soluble en agua.

6.- Mejoras según los puntos 3, 4 ó 5 según las cuales el agente tensioactivo soluble en agua comprende un sulfato de alcoholilo o de arilo, un sulfonato de alcoholilo o de arilo, alcoholifenoxi-poli(etilenoxi)etanol, un ester de ácido sulfosuccinico o un condensado de óxido de etileno con

3 0 7 6 7 1



una base hidrofoba formada condensando óxido de propileno con propilen glicol.

5 7.- Un método para tratar filamentos agrupados rizados, continuos, en la producción de filtros para humo de tabaco, que comprende extender los filamentos y aplicarles una composición que contiene 25 a 50% en peso de polietilen glicol siendo el resto un plastificante para la agrupación de filamentos.

10 8.- Un método según el punto 7 en el cual la composición incluye también un agente tensioactivo soluble en agua.

15 9.- Un método según los puntos 7 u 8 en el cual el plastificante comprende un plastificante de ester orgánico seleccionado del grupo que consiste en monoacetato de glicerol, diacetato de glicerol, triacetato de glicerol, monopropionato de glicerol, dipropionato de glicerol, tripropionato de glicerol, esteres mixtos de glicerina que contienen grupos acetilo y propionilo, ftalato de dimetilo, citrato de trietilo, monoacetato de propilen glicol, diacetato de propilen glicol ftalato de di(metoxietilo) o glicolato de metilftaliletilo.

20 10.- Un método según el punto 7 para tratar filamentos agrupados de filamentos de acetato de celulosa, continuos, rizados, en el cual la composición comprende una mezcla de 38 a 46% en peso de polietilen glicol que tiene un peso molecular de 200-600 y liquido a la temperatura ambiente y 54 a 62% en peso de triacetina, conteniendo la mezcla de polietilen glicol y triacetina, dispersados en ella, hasta 15% en peso de agua y hasta 1% en peso de un agente tensioactivo soluble en agua.

30 11.- Un método según el punto 8, el 9 ó 10, en el cual

307371



5: el agente tensioactivo soluble en agua comprende un sulfato de alcoholilo o de arilo, un sulfonato de alcoholilo o de arilo, alcoholilfenoxi-poli(etilenoxi)etanol, un ester de ácido sulfosuccinico, o un condensado de óxido de etileno con una base hidrófoba formada condensando óxido de propileno con propilenglicol.

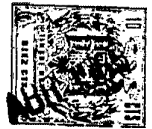
10 12.- Mejoras introducidas en la fabricación de elementos de filtro para humo de tabaco que comprenden filamentos agrupados densificados en forma de varilla que llevan sobre ellos una composición de tratamiento que comprende 25 a 50% en peso de dicha composición, de polietilenglicol, y 50 a 75% en peso de dicha composición, de un plastificante de un ester orgánico compatible que comprenda monoacetato de glicerol, diacetato de glicerol, triacetato de glicerol, mono-
15 propionato de glicerol, dipropionato de glicerol, tripropionato de glicerol, esteres mixtos de glicerina que contienen grupos acetilo y propionilo, ftalato de dimetilo, citrato de trietilo, monoacetato de propilenglicol, diacetato de propilenglicol. ftalato de di(metoxietilo) o glicolato de metilftaliletilo.
20

13.- Mejoras según el punto 12 según las cuales los filamentos agrupados comprenden filamentos continuos y rizados de acetato de celulosa.

25 14.- Mejoras según el punto 13 según las cuales el plastificante comprende triacetina.

30 15.- Mejoras según el punto 14 según las cuales los filamentos agrupados llevan por lo menos 10 % en peso de la composición de tratamiento que comprende 38 a 46 % en peso de la composición, de polietilen glicol con un peso molecular de 200-600, y 54 a 62 % en peso de la composición, de

307071



13

triacetina.

5

16.- Mejoras según cualquiera de los puntos 12 a 15 según las cuales la composición de tratamiento incluye también hasta 1 % en peso de un agente tensioactivo soluble en agua.

10

17.- Mejoras según el punto 16 según las cuales el agente tensioactivo soluble en agua comprende un sulfato de alcoholilo o de arilo, un sulfonato de alcoholilo o de arilo, alcoholifenoxi poli(etileno)etanol, un éster de ácido sulfosuccínico, o un condensado de óxido de etileno con una base hidrófoba formada condensando óxido de propileno con propilenglicol.

15

18.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones para el tratamiento de filamentos agrupados.

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

Esta Memoria consta de dieciocho hojas, escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

P. A.

13 ABR. 1965

Alberto de Euzaburo
Prof. Pástor

IAS/- M. Euzaburo