

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA  
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ AI
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	478.534	
	12-Marzo-1.979	

PATENTE DE INVENCIÓN

16-7-80

MICROFILMADO  
MICROFICHAS  
13-3-78

③① PRIORIDADES: ③② NI MERO	③③ PAIS
886.201	E.U.A.

④⑦ FECHA DE PUBLICIDAD	④⑧ CLASIFICACION INTERNACIONAL	④⑨ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	A24C 5/50//C08L 1/12	

④④ TITULO DE LA INVENCIÓN
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA VARILLA DE FILTRO DE ACETATO DE CELULOSA ESPUMOSO DE CELULAS ABIERTAS Y DE TIPO PLASTIFICADO"

④⑤ SOLICITANTE (S)	(Docket No. f-5775)
CELANESE CORPORATION	

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
1211 Avenue of The Americas, Nueva York, Nueva York, Estados Unidos de América

④⑥ INVENTOR (ES)
CARL JACKSON HOWELL, JR; DAVID WALTER TROTT y JESSE LOUIS RILEY

④⑦ TITULAR (ES)

④⑧ REPRESENTANTE	(P.-71.329)
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ	

MCS/.

1 La presente invención se refiere a un método para  
manufacturar acetato de celulosa espumoso y al producto  
así obtenido. Más específicamente el invento se dirige a  
un procedimiento de extrusión de una masa fundida para pro-  
5 ducir acetato de celulosa espumoso, con una estructura de  
células abiertas, que puede utilizarse particularmente como  
elemento filtrador para un aerosol, como, por ejemplo, el  
humo del tabaco.

10 Ya se conocen los filtros para cigarrillos de  
acetato de celulosa espumoso, dándose a conocer estos fil-  
tros en la Patente norteamericana No. 3.574.803. Las espu-  
mas de acetato de celulosa, según esta patente, se preparan  
disolviendo un gas inerte, bajo presión, en un preparado o  
"dope" madurado de acetato de celulosa en su punto de pre-  
15 cipitación incipiente, para luego precipitar el acetato de  
celulosa, en tanto que se reduce la presión sobre el "dope"  
a fin de producir una espuma sólida y en seguida lavar la  
espuma para purgar la espuma de ácido acético residual y  
las sales. A fin de obtener un producto aceptable, es esen-  
20 cial que se laven las sales hidrosolubles y el ácido acéti-  
co de la espuma sólida y, por lo tanto, deben tener todas  
las áreas de la estructura espumosa una exposición máxima  
a la operación de lavado. Este procedimiento da origen a  
un producto que tiene un área permeable al agua sobre la  
25 periferia de la varilla espumosa y también resulta en un  
producto con una estructura celular desprovista de elemen-  
tos de tipo fibra, con una densidad promedio de aproximada-  
mente 0,13 gramos por centímetro cúbico.

30 Se conocen ya las estructuras de poliolefinas con  
células abiertas y que cuentan con una piel periférica. Es-

1 -tas estructuras se han revelado en las patentes norteameri-  
canas Nos. 3.939.849 y 4.054.550. La estructura poliolefí-  
nica de células abiertas se caracteriza asimismo como una  
estructura reticular en que las células individuales son  
5 cubiertas, en forma de puente, por elementos de tipo fibra.  
Las espumas de poliolefina, cuando se utilizan en aplica-  
ciones para filtros de cigarrillos, funcionan a través de  
su filtración física exclusivamente. En otras palabras,  
ellas atrapan la materia arrastrada por el humo por la vía  
10 mecánica. Una razón principal de la aceptación universal  
de filtros para cigarrillos hechos de acetato de celulosa  
radica en la aceptabilidad por parte de los consumidores  
del sabor o gusto impartido a la corriente del humo del ta-  
baco y también en la capacidad de secuestrar químicamente  
15 los constituyentes del vapor de humo y a la vez atrapar  
mecánicamente la materia arrastrada por el humo, por ejem-  
plo las sustancias de alquitrán. Más específicamente, se  
señala que los filtros de acetato de celulosa exhiben una  
selectividad mucho mayor para separar el fenol y otros  
20 compuestos fenólicos simples del humo del cigarrillo que  
los filtros que se hacen de poliolefinas. Además, se aumen-  
ta la capacidad de los filtros de acetato de celulosa para  
la separación de fenol mediante la presencia de éster de  
éter o simples plastificantes de tipo éster. Por otra parte,  
25 los filtros para cigarrillos que se hacen de acetato de ce-  
lulosa, de tipo comercial, constituyen filtros de alta den-  
sidad (de 0,14 a 0,15 gramos por centímetro cúbico), prepa-  
rados de estopa de acetato de celulosa. La fabricación de  
varillas de filtros a partir de estopa es un procedimiento  
30 costoso que implica la fabricación de la estopa, la apertu-

1 ra del haz de la estopa, una aplicación tópica, bajo gran  
precisión, del plastificante, convertir el haz de estopa  
abierto en una varilla, envolver y encolar la varilla y con-  
tar la varilla en tramos adecuados. Además de la compleji-  
5 dad obvia de la estopa para todo el proceso manufacturero  
de la varilla filtradora para cigarrillos, cuando envejece  
esta varilla, la aplicación tópica del plastificante puede  
provocar una migración interna del plastificante, con varia-  
ciones subsiguientes en la capacidad del plastificante para  
10 separar el fenol del humo de tabaco.

Por consiguiente, es un objeto de la presente in-  
vención proporcionar varillas de acetato de celulosa espu-  
moso, de tipo plastificado, en una estructura de células  
abiertas y de baja densidad, en las cuales se cubran cuando  
15 menos algunas de las células individuales, a modo de puen-  
te, por los elementos de tipo fibra.

Es aún otro objeto de la presente invención sumi-  
nistrar un procedimiento para preparar una varilla de mate-  
rial espuma a base de acetato de celulosa plastificado, de  
20 estructura celular abierta y baja densidad, en la cual las  
células individuales queden cubiertas, a modo de puentes,  
por elementos de tipo fibra.

Estos y otros objetos de la presente invención se  
harán más aparentes en el transcurso del siguiente texto  
25 descriptivo.

En conformidad con la presente invención, se ha  
descubierto ahora que es posible obtener un filtro mejorado  
para cigarrillos de acetato de celulosa espumoso, con célu-  
las abiertas y de densidad baja, mediante un procedimiento  
30 que consiste en extruir una masa fundida a través de un ex-

1 -trusor equipado con un troquel elíptico o circular, hasta  
dentro de una atmósfera de temperatura acondicionada, cons-  
tando esta masa fundida de una mezcla compuesta por acetato  
de celulosa, plastificante, agente de soplado y agente nu-  
5 cleante. Se ha encontrado que la presencia de un plastifi-  
cante disminuye la temperatura de transición a vidrio del  
acetato de celulosa y hace posible la extrusión en masa  
fundida de un acetato de celulosa espumoso sin sufrir una  
degradación térmica inconveniente del polímero. De prefe-  
10 rencia, el extrusor es un extrusor de tornillo.

El procedimiento debe llevarse a cabo en forma  
tal que el gas del agente de soplado no pueda escapar, es  
decir que no pueda alejarse en una dirección de desalaja-  
miento de la dirección extrusora. Si se permite que el agen-  
15 te de soplado escape de esta manera, el procedimiento se  
torna difícil de controlar y así se producen densidades li-  
neales y a granel no uniformes, dentro del producto final.  
El escape del agente de soplado se impide mediante un gra-  
diente de presión en que la presión corriente arriba de la  
20 compuerta para la inyección del agente de soplado es mayor  
que la presión corriente abajo de esta compuerta para in-  
yectar el agente de soplado. Preferiblemente el gradiente  
de presión se logra mediante una cortina que es generada  
por llenar el cilindro del extrusor con acetato de celulo-  
25 sa derretido o bien a través de un dispositivo mecánico de  
cortina que forma una porción de un extrusor de tornillo.  
Por consiguiente, el procedimiento requiere que se agregue  
agente soplador corriente abajo de esta cortina. Por lo  
tanto, puede dividirse el procedimiento de extrusión en  
30 seis zonas, manteniéndose cada zona dentro de un margen

1 preciso de temperaturas. Hay que tener presente que las zonas indicadas como las zonas dos, tres y cuatro se encuentran dentro del extrusor de tornillo.

5 La primera zona puede clasificarse como una zona alimentadora de polímero, en la cual el copo de acetato de celulosa se mantiene a una temperatura de  $-20$  hasta  $100^{\circ}\text{C}$ , para impedir la aglomeración durante la carga del copo en un extrusor.

10 La segunda zona, que se encuentra dentro del extrusor, es una zona de masa fundida polimérica a base de acetato de celulosa, que se mantiene a una temperatura de entrada no menor de  $100^{\circ}\text{C}$  y a una temperatura de salida no mayor de  $240^{\circ}\text{C}$ .

15 La tercera zona, que se encuentra dentro del extrusor, es una zona de alto grado de cizallamiento y presión elevada, la cual se mantiene a temperaturas por encima de la temperatura de transición a vidrio-hule del acetato de celulosa. La tercera zona está provista con un dispositivo de restricción o sea con una cortina para impedir que  
20 el gas vaya desalojándose desde la dirección extrusora. La tercera zona es igualmente la región en que se agrega el agente soplador, corriente abajo del dispositivo de cortina.

25 La cuarta zona, que se encuentra dentro del extrusor, es una zona mezcladora que se mantiene a una temperatura menor que la zona tres.

La quinta zona es la zona del troquel de extrusión, que se mantiene a temperaturas en el margen de  $180$  a  $270^{\circ}\text{C}$ .

30 La sexta zona es una zona acondicionadora que se mantiene a una temperatura desde  $45^{\circ}\text{C}$  hasta dentro de  $5^{\circ}\text{C}$

1 de la temperatura de transición a vidrio-hule del extruda-  
to mediante la cual se controla el escape del agente sopla-  
dor y se logra una formación adecuada de la piel sobre la  
varilla y se reduce a la vez el aplastamiento de la estruc-  
5 tura de la espuma.

La varilla, después de pasar a través de un gabi-  
nete acondicionador, se deja pasar a través de un disposi-  
tivo configurador de varilla, manteniéndose la varilla bajo  
suficiente tensión para inhibir el combeo o hundimiento de  
10 la varilla, en tanto que la varilla es halada a través del  
dispositivo configurador de varilla. Se logra el tensado  
mediante un elemento de tracción de la varilla. Dispositi-  
vos para halar la varilla y que son útiles para utilizarse  
en combinación con el presente invento, se han revelado en  
15 la patente norteamericana No. 3.813.200. La varilla luego  
se corta según el tramo deseado de la varilla del filtro,  
se cortan después las varillas según el largo deseado de  
la punta y se unen a los cigarrillos pegando con cola papel  
para embocadura alrededor de la punta y alrededor de la co-  
20 lumna de tabaco del cigarrillo. Las puntas están constitui-  
das por cilindros rígidos, plastificados virtualmente de  
modo uniforme y dimensionalmente estables, con una piel  
virtualmente impermeable al agua y una densidad substancial-  
mente uniforme en sección transversal. La varilla para el  
25 filtro de acetato de celulosa espumoso, de tipo plastifica-  
do y de células abiertas, puede estar caracterizada por es-  
tar fundamentalmente plastificada, de modo homogéneo, con  
una densidad menor 0,12 gramos por centímetro cúbico, una  
baja de presión de 20 a 200 mm de agua y una dureza, antes  
30 y después de fumar, cuando menos del 20 por ciento para una

1 varilla que tiene un largo de 20 mm y una circunferencia  
de 24,8 mm, con una estructura celular reticulada, en la  
cual cuando menos algunas de las células individuales con-  
5 tienen miembros de tipo filamentosos y de puentec, y prefe-  
riblemente con una estructura de la piel de la varilla que  
es substancialmente impermeable al agua. La distribución  
virtualmente homogénea del plastificante inhibe la migra-  
ción del plastificante, la cual, según se sabe, da origen  
a una variación en la eficiencia para separar el fenol. El  
10 filtro de la presente invención, que cuenta con un plasti-  
ficante distribuido homogéneamente, es, por lo tanto, vir-  
tualmente constante en cuanto a la separación de fenol.

El término de "acetato de celulosa", según se uti-  
liza en el presente texto, tiene por objeto definir un  
15 éster preparado de pulpa de madera de grado de acetilación  
con más de 90 por ciento en peso de alfacelulosa, en donde  
el grado de esterificación, según se expresa por el valor  
de acetilo, es de un 55,0 por ciento, como ácido acético  
combinado. El acetato de celulosa totalmente acetilado con-  
20 tiene un 44,8 por ciento de acetilo combinado o 62,5 por  
ciento como ácido acético combinado. Luego se hidroliza el  
triacetato de celulosa para dar origen a un acetato de ce-  
lulosa que contiene alrededor de 39,42 por ciento de aceti-  
lo combinado o 55,0 por ciento + 6 - 0,35 por ciento como  
25 ácido acético combinado.

Preferiblemente, el copo de acetato de celulosa,  
de acuerdo con la presente invención, tiene una desviación  
estándar en la viscosidad, en soluciones al 6 por ciento,  
de menos de 8 centipoises, aproximadamente. La viscosidad  
30 de una solución al 6 por ciento del copo de acetato de ce-

1 -lulosa se mide cronometrando el flujo a través de un visco  
símetro calibrado de una solución que contiene alrededor  
de 6 por ciento en peso de acetato de celulosa en un sol-  
vente, que consta preferiblemente de 95/5 por ciento en pe-  
5 so de acetona/agua. De preferencia también el copo tiene  
una desviación estándar en el grado de esterificación, ex-  
presada como ácido graso inferior combinado, menor de 0,20  
por ciento, preferiblemente menor de 0,15 por ciento apro-  
ximadamente.

10 El contenido de sulfato fijado del acetato de ce-  
lulosa debe controlarse en un valor mínimo por el efecto  
de estos sulfatos sobre la estabilidad térmica y las visco-  
sidades a temperatura elevada. La determinación del sulfa-  
to se efectúa a partir de una muestra tratada con ácido  
15 clorhídrico caliente, al 0,07 por ciento en peso, en un  
autoclave de vapor, a fin de separar los grupos de sulfato  
unidos. Estos, conjuntamente con las sales solubles de sul-  
fato, se separan por lixiviación y se determina gravimétri-  
camente, después de precipitar con el cloruro de bario.

20 Los resultados se reportan como un porcentaje de sulfato,  
 $SO_4$ , en peso. Preferiblemente el contenido de sulfato fija-  
do del copo de acetato de celulosa aquí empleado debe ser  
menor de 0,003 por ciento en peso.

25 Se puede obtener una comprensión mayor del inven-  
to tomando nota del siguiente texto y estudiando los dibu-  
jos, en los cuales:

la Figura 1 es un diagrama de flujo del procedi-  
miento para producir el elemento de filtro de la presente  
invención;

30 la Figura 2 es una vista esquemática de un tipo

1 de extrusor de tornillo, útil para emplearse en la presente invención;

5 la Figura 3 es una vista esquemática de otro tipo de extrusor de tornillo, útil para emplearse en la presente invención;

la Figura 4 es una gráfica donde se ha proyectado la presión contra el largo de tornillo de un extrusor de doble tornillo, eficaz para emplearse en la presente invención;

10 la Figura 5 es una vista proyectada del elemento de filtro preparado según el Ejemplo 1 de la presente invención;

15 la Figura 6 es una vista proyectada de un elemento de filtro de acetato de celulosa correspondiente a la técnica anterior;

la Figura 7 es una vista en corte transversal de una varilla de filtro de acetato de celulosa según la técnica anterior;

20 la Figura 8 es una vista en corte transversal de la varilla de filtro de acetato de celulosa, preparada en conformidad con el Ejemplo 1 de la presente invención;

25 la Figura 9 es una vista de la piel de una varilla de filtro de acetato de celulosa de la técnica anterior;

la Figura 10 es una vista de la piel de una varilla de filtro de acetato de celulosa, de acuerdo con la técnica anterior;

30 la Figura 11 es una vista de la piel de la varilla de filtro de acetato de celulosa, preparada de

1 acuerdo con el Ejemplo 1 de la presente invención;  
la Figura 12 es una vista de la piel de la  
varilla de filtro de acetato de celulosa, preparada se-  
gún el Ejemplo 1 de la presente invención.

5

En la Figura 1

- 1 = Copo de éster de celulosa.  
2 = Agente nucleante.  
3 = Plastificante.  
10 4 = Mezclador de volteo "V Shell"  
5 = Tamiz.  
6 = Extrusor.  
7 = Agente de soplado.  
8 = Boquilla del extrusor.  
15 9 = Cabina de acondicionamiento.  
10 = Tubo de encolado.  
11 = Extractor.  
12 = Cortador de varilla.

20

En la Figura 2

- 13 = Inyección de agente de soplado.  
14 = Volátiles.  
15 = Tolva de alimentación.  
16 = Material extruido.

25

En la Figura 3

- 17 y 18 = Inyección de agente de soplado.  
19 = Dispositivo de cortina.  
20 = Volátiles.

30

1                    21 = Tolva de alimentación.

                    22 = Material extruido.

En la Figura 4

5                    23 = Presión manométrica.

                    24 = Longitud del extrusor.

                    25 = Extrusión.

                    26 = Inyección del agente de soplado.

                    27 = Ventilación de volátiles.

10                    28 = Alimentación.

Haciendo ahora referencia a la Figura 1 de los dibujos, un copo de acetato de celulosa, con 10 a 26 por ciento en peso de un plastificante basado en el peso de la composición total y desde 0,5 a 15 por ciento en peso de un agente nucleante, basado en el peso de la composición total, se cargan en un mezclador de volteo, se mezcla el material y luego se seca hasta lograr un contenido húmedo menor de 0,5 por ciento de H<sub>2</sub>O. Por otra parte, también se puede secar el copo de acetato de celulosa antes de mezclar, y el secado, en cualquier caso, puede llevarse a cabo a fin de impedir que la humedad cause una aglomeración. El plastificante es de tipo no tóxico, de sabor compatible y térmicamente estable, con un punto de ebullición no menor de 180°C, que se selecciona del grupo compuesto por ésteres de ácidos dibásicos saturados, ésteres de alcoholes polihídricos saturados, ésteres de ácidos grasos y resinas de sulfonamida y más específicamente un plastificante seleccionado del grupo compuesto por el dietil-adipato, dicapriladipato, dimetoxietil-adipato, dietoxietilo dimetoxietoxidipato, trietil-citrato, tris-n-butil-citrato, acetil-tri-

1 etil-citrato, glicerol-monoacetato, glicerol-diacetato, glic  
cerol-triacetato, (etoxicarbonil)-metil-metil-ftalato,  
bis(2-metoxietil)-ftalato, dietilen-glicol-diacetato,  
trietilen-glicol-diacetato, glicerol-triisopropionato,  
5 etilen-glicol-dipropionato, dietilen-glicol-dipropionato,  
dimetil-sebacato, dietil-succinato, dibutil-tartrato, poli-  
éster de glicol de propilen-isoftálico así como los glico-  
les de polialquileno. El plastificante preferido es un  
plastificante seleccionado del grupo compuesto por el gli-  
cerol-triacetato, el trietilen-glicol-diacetato y sus mez-  
10 clas. El glicerol-triacetato y el trietilen-glicol-diaceta-  
to también pueden utilizarse como plastificantes en combi-  
nación con varias cantidades de glicol de polietileno.

Adecuados agentes nucleantes son preferiblemente  
15 materiales inorgánicos con una elevada zona superficial,  
preferiblemente de 0,28 metros cuadrados por gramo o más y  
que producen más células en la espuma de lo que se produ-  
cirían en su ausencia.

El agente nucleante es preferiblemente un agente  
20 nucleante seleccionado del grupo compuesto por materiales  
de tamices moleculares, dióxido de titanio, perlita, tierra  
de infusorios, piedra caliza y talco. Sin embargo, debe  
entenderse que también es posible utilizar otros agentes  
nucleantes inorgánicos, de tamaño de partículas uniforme,  
25 no tóxicos y térmicamente estables, siempre y cuando estos  
agentes nucleantes no impartan un color inconveniente al  
extrudato. Después de mezclar y secar, se separa la mezcla  
de este aparato volcador y se tamiza preferiblemente para  
eliminar las partículas de tamaño excesivo y obtener un  
30 polvo de moldeo satisfactorio.

1 A continuación se carga el polvo de moldeo, con  
una tasa constante, a un extrusor que tiene preferiblemen-  
te las siguientes características: un buen transporte con  
una distribución estrecha de tiempo de residencia, es de-  
5 cir un retromezclado mínimo; un control de temperatura en  
zonas múltiples con un buen control de temperatura de trans-  
ferencia térmica para el calentamiento y el enfriamiento y  
una buena mezcla de los componentes, especialmente del agen-  
te de soplado, con una formación mínima de calor; un tiempo  
10 de residencia, después del tornillo, mínimo, así como un  
flujo laminar mínimo, después del tornillo, a fin de impe-  
dir la degradación de las capas de pared. Preferiblemente  
las revoluciones por minuto del tornillo se controlan para  
proporcionar un tiempo de residencia mínimo, con una degra-  
15 dación mínima de cizallamiento. Preferiblemente también es-  
tá dividido el extrusor en una pluralidad de zonas de con-  
trol de temperatura, y la primera zona es la tolva donde  
las temperaturas se controlan en el margen de 20 a 100 gra-  
dos centígrados, para impedir la aglomeración del copo de  
20 acetato de celulosa. La segunda zona de control de la tempe-  
ratura es la zona de fusión donde se mantienen las tempera-  
turas dentro del margen de 100 a 240°C, y preferiblemente  
de 150 a 200°C. En esta segunda zona, se debe utilizar una  
compuerta de ventilación para permitir que el agua y el  
25 aire arrastrado escapen a la atmósfera. En la tercera zona,  
se mantiene la temperatura del material presente en el ex-  
trusor por encima de la temperatura de transición a vidrio-  
-hule. El agente de soplado, en cantidades de 2 a 7 por  
ciento en peso, basado en el peso de la composición total,  
30 se inyecta en la tercera zona, en tanto que se controlan

1 -las temperaturas dentro del margen de 200 a 700°C, y prefe-  
riblemente entre 240 y 250°C. El acetato de celulosa fundi-  
do, que contiene al agente de soplado, luego se pasa a tra-  
vés de una cuarta zona que es una zona mezcladora que se  
5 mantiene a una temperatura menor que la zona 3ª. El agente  
soplador, que se inyecta en la tercera zona, es cuando me-  
nos un solvente parcial para el acetato de celulosa y se  
selecciona del grupo compuesto por cetonas, ésteres y alcohó-  
les monohídricos que cuentan con puntos de ebullición no  
10 superiores a 120°C. De preferencia se selecciona el agente  
soplador del grupo que consta de acetona, acetato de meti-  
lo, acetato de etilo, metanol, etanol, propanol y agua.

Se puede obtener una comprensión mejor de la fun-  
ción del extrusor de tornillo, considerando las Figuras 2,  
15 3 y 4 de los dibujos.

La Figura 2 es una ilustración esquemática de un  
arreglo extrusor de un solo tornillo, adecuado para emplear-  
se en combinación con la presente invención. En cualquier  
operación de extrusión con tornillo, se convierte en mate-  
20 rial moldeable un sólido, tomando como base la energía  
friccional y la energía térmica externa. Se transporta el  
material a través del aparato y se somete a cizallamiento,  
manteniéndose la temperatura correcta de carga. En el pro-  
cedimiento de la presente invención igualmente es necesario  
25 retirar volátiles, agregar un agente soplador y generar su-  
ficiente presión para forzar la masa fundida a través de un  
troquel elíptico o circular.

Tal y como se puede apreciar en la Figura 2 de  
los dibujos, el extrusor de un solo tornillo, ilustrado  
30 esquemáticamente, el cual no está dibujado a escala, tiene

1 diferentes profundidades de tornillo, las profundidades de  
tornillo incrementadas, que son aparentes en la región de  
la tolva de alimentación, la compuerta ventiladora de volátiles  
5 y la compuerta de inyección del agente soplador para  
reducir el volumen total del tornillo en estos puntos en  
particular y aliviar correspondientemente la presión en tales  
lugares. Hay que apreciar que también puede lograrse  
una baja en el volumen y una reducción correspondiente en  
la presión, variando más bien el paso del tornillo y no  
10 tanto su profundidad. Igualmente, hay que notar en la Figura  
2 de los dibujos que cualquier cantidad de humedad arrastrada  
o material volátil presente en la mezcla alimentada de la tolva  
de alimentación hasta dentro del extrusor de tornillo, se reduce  
15 virtualmente en la compuerta ventiladora para volátiles.

Es esencial en el extrusor de un solo tornillo, utilizado en la presente invención, que el perfil de la presión por la extensión longitudinal del tornillo único sea tal que se impida que cualquier agente soplador vaya  
20 ascendiendo y saliendo a través de la compuerta ventiladora para volátiles. Para los fines de la presente invención, es preferido que se utilice un extrusor de doble tornillo para lograr una mejor transferencia térmica, una mejor mezcla de cizallamiento y también un mejor control de perfil  
25 de presión a la vez que un control mejorado de la distribución en tiempos de residencia.

Una ilustración esquemática de un arreglo de extrusor de doble tornillo, adecuado para emplearse en combinación con el presente invento, se aprecia en la Figura 3  
30 de los dibujos. En tanto que para mayor facilidad ilustra-

1 tiva se ha mostrado en la Figura 3 de los dibujos un solo  
tornillo, hay que apreciar que para las finalidades de es-  
ta invención debe preferirse un extrusor de doble tornillo,  
que giran en el mismo sentido y que quedan engranados el  
5 uno dentro del otro.

Se ha encontrado que los dispositivos extrusores  
de doble tornillo son preferibles a los dispositivos de ex-  
trusión de un solo tornillo, ya que los dispositivos de do-  
ble tornillo reducen a un mínimo cualquier tendencia que  
10 tenga la masa fundida a elevarse o pulsarse a través del  
extrusor a raíz de una mejor estabilización del perfil de  
presión por la extensión longitudinal de los extrusores de  
doble tornillo. Asimismo, puede establecerse que la cons-  
trucción de doble tornillo, engranado el uno dentro del  
15 otro, cuenta con una acción de autobarrido, que impide que  
cualquier porción de la carga polimérica experimente un  
tiempo de residencia indebidamente largo dentro del extru-  
sor, y tal tiempo de residencia prolongado resultaría, des-  
de luego, en una degradación del polímero. Según se puede  
20 ver en la Figura 3 de los dibujos, cada miembro de tornillo  
idéntico del dispositivo de doble tornillo contiene seccio-  
nes de diferente paso de tornillo, y se hace máximo el paso  
del tornillo en la región de la compuerta ventiladora de  
volátiles y de la compuerta inyectora de agente soplador,  
25 por lo cual se reducen las presiones en estas zonas. Los  
miembros de tornillo idénticos del extrusor de doble torni-  
llo, según la Figura 3, cuentan igualmente con un disposi-  
tivo de cortina entre la compuerta para la salida de voláti-  
les y la compuerta para la inyección del agente soplador.  
30 El dispositivo de cortina está compuesto por una sección de

1 - tornillo de lado opuesto. El dispositivo de cortina, forma-  
do cambiando el lado del paso del tornillo, impide que el  
agente soplador inyectado en la compuerta inyectora de agen-  
te soplador vaya pasando hacia arriba y se escape a través  
5 de la compuerta ventiladora de volátiles.

Como hemos notado anteriormente, se puede dividir  
el aparato de la presente invención en seis diferentes zo-  
nas de temperatura, de las cuales la primera es una zona de  
control de temperatura en la tolva de alimentación y la  
10 sexta zona es una zona para el control de temperatura para  
el gabinete acondicionador de vainilla. El cilindro del ex-  
trusor está dividido en las zonas de control de temperatu-  
ra 2, 3 y 4, en tanto que el troquel de extrusión constitu-  
ye la quinta zona controladora de temperatura. Además, pue-  
15 de dividirse el cilindro del extrusor en una pluralidad de  
zonas de control de presión, tal y como puede verse en la  
Figura 4 de los dibujos, que constituye una proyección idea-  
lizada de presión contra la longitud del cilindro. Se expe-  
rimentan las mayores presiones entre la compuerta ventila-  
20 dora de volátiles y el miembro de cortina, y las presiones  
relativamente menores están presentes entre la compuerta  
inyectora de agente soplador y el orificio de extrusión.  
En tanto que el diagrama específico de la Figura 4 se ha  
proyectado para el aparato extrusor de la Figura 3, hay que  
25 apreciar que también se logra un perfil de presión similar  
en un extrusor de un solo tornillo, tal y como se ilustra  
en la Figura 2 de los dibujos, pero, según hemos menciona-  
do anteriormente, es mucho más difícil de controlar el per-  
fil de presiones de un extrusor de un solo tornillo y, por  
30 lo tanto, para los fines de la presente invención, se da la

1 preferencia al extrusor de doble tornillo.

5 El material del extrusor se deja pasar a un troquel de extrusión. La temperatura del troquel, que constituye una quinta zona controladora de temperatura, es sumamente crítica y se debe controlar en tolerancia de más o de menos 1°C de una temperatura preseleccionada entre 180 y 270°C, para lograr el diámetro de la varilla contemplado así como las propiedades deseadas en el filtro. La etapa de extrusión de la masa fundida es seguida por transferencia del material a una sexta zona controladora de temperatura, que constituye un gabinete acondicionador que cuenta con aberturas de entrada y salida para permitir que la varilla pase a través de las mismas y además tiene elementos para controlar la temperatura dentro del gabinete. Este gabinete controla la temperatura de la piel y la porosidad para permitir el escape del agente soplador. Se mantienen temperaturas desde unos 45 hasta dentro de 5°C de la temperatura de transición a vidrio-hule del extrudato.

10

15

20 Cuando la varilla se extruye hasta dentro de una atmósfera fresca, se enfriará demasiado rápido y se aplastará. Una vez evaporado el agente soplador, la varilla enfriada habrá perdido su elasticidad. Se necesita un tiempo mínimo de residencia, de aproximadamente un segundo, en el gabinete acondicionador para impedir cierta pérdida en el diámetro de la varilla.

25

Después de emerger de la etapa acondicionadora, la varilla pasa a través de un dispositivo de dimensionamiento, de tipo calentado, para el arreglo o corte final del diámetro de la varilla y para suavizar la piel de la varilla. Un elemento de tracción para la varilla mantiene una

30

1 -tensión suficiente sobre esta última a fin de impedir el  
hundimiento de la varilla cuando pasa a través del tubo di-  
mensionador. Un elemento de corte, que se encuentra en el  
lado de descarga del dispositivo de tracción de la varilla,  
5 corta la varilla según un tramo conveniente para su manejo.

Los siguientes ejemplos específicos se proporcio-  
nan para fines ilustrativos y no deben considerarse como  
limitando el espíritu o alcance de la presente invención.

#### 10 Ejemplo I

Copo de acetato de celulosa se tritura en un mo-  
lino hasta un tamaño de partículas menor de 3 mm.

A continuación se prepara una composición de pol-  
vo de moldeo, mezclando íntimamente 78,9 por ciento en peso  
15 de copos de acetato de celulosa sin secar (5% de H<sub>2</sub>O),  
16,9 por ciento en peso de plastificante de triacetato de  
glicerol así como 4,2 por ciento en peso de agente nuclean-  
te de perlita. Luego se seca este compuesto por 14 horas a  
65°C para bajar el nivel de humedad a menos de 0,5 por cien-  
20 to en peso. Se deja enfriar el compuesto seco a la tempera-  
tura ambiente y se alimenta, con precisión, a un extrusor  
de dos tornillos, a través de una garganta alimentadora en-  
friada (zona 1). Se funde el material (zona 2) y se ventila  
para separar el aire arrastrado y cualquier vapor de agua  
25 remanente. A continuación se calienta la masa fundida en  
forma adicional y se añaden 3,75 por ciento en peso de agen-  
te soplador de acetona, basado en el peso de la composición  
total (zona 3). Después se enfría la mezcla a 229°C (zona 4)  
antes de la salida del tornillo y de entrar en el bloque de  
30 extrusión, desde donde se extruye a una temperatura del tro

1 -quel de 240°C (zona 5), pasando por un orificio circular de  
3 mm al interior de una cámara de aire caliente, con un lar-  
go de un metro, que se mantiene a una temperatura de 73°C  
(zona 6). Luego se hala la varilla solidificada a través  
5 de un dispositivo configurador y dimensionador, para asegu-  
rar el carácter redondo y el tamaño propio, mediante rodi-  
llos recubiertos con material espuma, a una velocidad de  
17,7 metros/minuto, y se corta la varilla en secciones con  
un largo de 120 mm.

10 El producto obtenido, según se encuentra, es una  
varilla redonda con un diámetro de 7,73 mm. Tanto la piel  
de la varilla como el aspecto final, según se nota, tiene  
un color blanco uniforme, con una estructura de células pe-  
queñas y abiertas en sistema uniforme. La densidad es de  
15 0,109 gm/cc. Luego se cortan las varillas en embocaduras  
con un largo de 20 mm, que se prueban por los métodos bien  
conocidos entre los expertos en la práctica de filtración  
de cigarrillos. Se mide la baja de presión encapsulada a  
58 mm de H<sub>2</sub>O con una eficiencia separadora de humo de 33,4  
20 por ciento de la materia particulada total. El peso de la  
embocadura es de 0,102 gm/20 mm de embocadura, con una fir-  
meza, antes y después de fumar, de 96 por ciento, según se  
mide con el probador de firmeza "FILTRONA".

#### 25 Ejemplo II

Se repite el procedimiento del Ejemplo I, salvo  
que se ha variado el nivel del plastificante así como las  
condiciones de temperatura del extrusor, de la forma siguien-  
te:

30

1	Condiciones del extrusor de tornillo				Tor- sión	Triacetina en	
	Zona 2	Zona 3	Zona 4	Zona de troquel		carga % peso	varilla final
	180°C	313°C	290°C	292°C	110+%	0%	0%
	152°C	271°C	237°C	246°C	80-90%	14,7%	10%
5	152°C	260°C	230°C	235°C	74%	18%	15%
	128°C	215°C	194°C	210°C	80%	23%	21,5%

Los extrudatos de varilla obtenidos con 14,7 y 18% de triacetina, según se ha encontrado, son satisfactorios en todos los aspectos. El extrudato de varilla obtenida con 0% de triacetina, según se ha notado, se encuentra altamente degradado, sin ningún control, en cuanto al tamaño o a la estructura celular razonable y, por lo tanto, es comercialmente inaceptable. Se ha encontrado que el extrudato de varilla obtenido con 23% de triacetina está sobreplastificado, es decir, la estructura celular es grande y abierta y comercialmente inaceptable.

### Ejemplo III

El aparato de volteo con casco en V se carga con 69,84 por ciento en peso de acetato de celulosa y 3,23 por ciento en peso de agente nucleante de piedra caliza, y se mezcla por 10 minutos, después de lo cual se añade 6,79 por ciento en peso de alcohol metílico, con una velocidad de 8 mililitros por minuto, seguido por la adición de 3,23 por ciento en peso de acetona y 15,73 por ciento en peso de triacetina. Se continúa la mezcla por otros 30 minutos y se filtra a través de un tamiz del 3-1/2 para eliminar los aglomerados. Después se carga la mezcla en un extrusor Modelo 250 CS Brabender, que tiene un tornillo de 19 mm y una

1 -proporción de 25 a 1 de largo a diámetro. Se funde la mezcla  
 en el extrusor sin ventilar y se extruye a través de un ori-  
 ficio que tiene un diámetro de 4,57 mm. Después de extruir,  
 se acondiciona la varilla en un gabinete de calentamiento,  
 5 se dimensiona con un troquel y luego se corta. Las condicio-  
 nes de operación del equipo son como sigue:

Temperaturas de zonas de extrusión (°C)				Tor- nillo rpm	Diám. orifi- cio	Presión de cilin- dro kg/cm <sup>2</sup>	Perfil del gabi- nete ca- lentado °C
2	3	4	Troquel (zona 5)				
130	139	215	220	130	4,57mm	14	105.110 120.100

15 Se encuentra que el producto terminal de la vari-  
 lla es una estructura de célula abierta, pero el tamaño de  
 poros no es tan uniforme y, por lo tanto, no es tan conve-  
 niente el producto en comparación con aquél obtenido por  
 el extrusor de tornillo ventilado del Ejemplo 1.

20 La baja de presión, según se informa en los  
 ejemplos anteriores, se mide por el siguiente método: se  
 succiona aire a través de un tramo de 20 milímetros del  
 filtro totalmente encapsulado, con una tasa constante de  
 1050 centímetros cúbicos por minuto y se mide la diferencia  
 en la presión resultante por el filtro con un manómetro de  
 agua. El resultado se expresa en milímetros del manómetro  
 25 de agua.

30 La dureza de la varilla del filtro de cigarrillo,  
 según se informa en los ejemplos anteriores, se mide con  
 el Probador "FILTRONA" (fabricado por la casa Cigarette  
 Components Limited), en una prueba en la cual una varilla  
 (por ejemplo un tramo de 120 milímetros de la resina espu-

1 -mosa) y que tiene un diámetro medio (D), por ejemplo, de  
7,8 milímetros, se comprime entre dos placas provistas en  
el instrumento. Se somete la varilla a compresión por 15 se-  
gundos, con una carga de 300 gramos, que se aplica a lados  
5 opuestos de la cara cilíndrica de la varilla y se mide la  
depresión promedio (A), es decir la baja en el diámetro de  
la varilla. La dureza es el diámetro de la muestra que se  
mide con una carga de 300 gramos y que se expresa como un  
porcentaje del diámetro original, es decir, se proporciona  
10 por la siguiente fórmula:

$$\% \text{ de dureza} = \frac{[D-A]}{D} \times 100.$$

15 La eficiencia de separación del humo, según se in-  
forma en los ejemplos anteriores, se determinó del siguien-  
te modo:

Veinte embocaduras pesadas se unen a columnas de  
tabaco estándar y se efectúa la fumada en una máquina fuma-  
dora Keith-Newsome, según se indica en Tobacco Science  
20 1:51-54 (1957). Se utilizan trampas para recoger el mate-  
rial en forma de partículas que pasa a través del filtro  
del cigarrillo. Se calcula la eficiencia separadora de hu-  
mo dividiendo el aumento en peso de las embocaduras entre  
la suma de los aumentos en peso de las embocaduras y de las  
25 trampas Cambridge.

El producto de la presente invención se ilustra  
de la mejor manera en la vista proyectada de la Figura 5 de  
los dibujos y en sección transversal por la Figura 8 de los  
dibujos. El producto, según se puede ver, es cilíndrico, con  
30 una piel bien formada que, según se ha encontrado, es vir-

1 -tualmente impermeable al agua. Dentro de la piel se encuen-  
tra una espuma celular expandida, de interconexión, y cuan-  
do menos algunas de las células están caracterizadas adi-  
cionalmente por la presencia de fibrilos, que cubren las  
5 paredes de las células como puentes, y toda la estructura  
tiene una alta proporción de paredes celulares membranosas  
a fibrilos. Aunque los gases presentes en el humo del ciga-  
rillo se mueven a través de la espuma con cierta facilidad,  
se atrapa una cantidad notable de material particulado y  
10 vapor condensable dentro de la espuma por incidencia y ab-  
sorción. El filtro proporciona una superficie grande dispo-  
nible para la captura de las partículas del humo debido al  
tamaño reducido de las células y por la presencia de los  
fibrilos, cuando menos presentes en algunas de las células.  
15 Por lo tanto, se distribuye el humo con uniformidad relati-  
va en toda la sección transversal del filtro.

La Figura 6 de los dibujos es representativa de  
una vista proyectada de la embocadura del filtro de acetato  
de celulosa precipitado, según la patente norteamericana  
20 No. 3.574.803. En vez de ser una espuma expandida, se carac-  
teriza este filtro tal y como se ha ilustrado en sección  
transversal por la Figura 7 de los dibujos, como estructu-  
ra sinterizada que contiene huecos. No hay evidencia de  
membranas o microfibrilos asociados normalmente con estruc-  
25 turas espumosas extruidas en masa fundida caliente.

Las diferencias entre la estructura de piel de la  
varilla de filtro de acetato de celulosa precipitado, se-  
gún la patente norteamericana No. 3.574.803, tal y como se  
ha representado por las Figuras 9 y 10 de los dibujos, res-  
30 pecto a la estructura de piel de la varilla de filtro de

1 acetato de celulosa, de acuerdo con la presente invención  
y según se ha ilustrado en las Figuras 11 y 12 de los dibu-  
jos, saltan a la vista. Las Figuras 9 y 10, que se han  
amplificado 100 y 1000 veces, respectivamente, revelan hue-  
cos de superficie grandes que hacen permeable al agua la  
5 varilla. Las Figuras 11 y 12, que también se han amplifica-  
do 100 y 1000 veces, respectivamente, se encuentran libres  
de huecos de superficie y estas estructuras son, por lo  
tanto, impermeables al agua.

10

15

20

25

30

17039

1

- REIVINDICACIONES -

5

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

10

1ª.- Un procedimiento para la preparación de una varilla de filtro de acetato de celulosa espumoso, con células abiertas y de tipo plastificado, dicho procedimiento comprende extruir la masa fundida a través de un orificio elíptico o circular, una mezcla de acetato de celulosa, plastificante, un agente de soplado, que es por lo menos un solvente parcial para el acetato de celulosa, y un agente nucleante, estando esta masa fundida virtualmente libre de aire arrastrado.

15

20

2ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual se deja pasar el extrudato a través de un dispositivo dimensionador.

25

3ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el agente soplador es cuando menos un solvente parcial para el acetato de celulosa y se selecciona del grupo compuesto por cetonas, ésteres y alcoholes monohídricos, con puntos de ebullición no superiores a 120°C.

30

4ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el plastificante se selecciona del grupo compuesto por ésteres de ácidos dibásicos saturados, ésteres de alcoholes polihídricos saturados, ésteres de ácidos grasos y resinas de sulfonamida.

1 5ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el plastificante se selecciona del grupo compuesto por triacetato de glicerol, diacetato de trietilen-glicol y sus mezclas.

5 6ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el agente nucleante es un material inorgánico que tiene un área superficial cuando menos de 0,28 metros cuadrados por gramo.

10 7ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el plastificante está presente en cantidades de 10 a 26 por ciento en peso, basado en el peso del acetato de celulosa, y el agente nucleante está presente en cantidades de 0,5 a 15 por ciento en peso, basado en el peso del acetato de celulosa.

15 8ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, en el cual el plastificante es el triacetato de glicerol.

20 9ª.- El procedimiento según la reivindicación 1ª, que se conduce en seis zonas de control secuenciales, estando formadas estas zonas por: (a) una primera zona clasificada como zona alimentadora de polímero, en la cual se mantienen los copos de acetato de celulosa a una temperatura comprendida entre -20 y 100°C, para impedir la aglomeración de los copos de acetato de celulosa; (b) una segunda zona, que es una zona para la masa fundida del polímero de acetato de celulosa, que se mantiene a una temperatura de entrada cuando menos de 100°C y a una temperatura de salida no superior a 240°C; (c) una tercera zona, que es una zona de presión elevada y alto grado de cizallamiento, que se mantiene a temperaturas por encima del punto de fusión del acetato de celulosa y a cuyo contenido se agrega el agente so-

25  
30

1 plador; (d) una cuarta zona, que es una zona mezcladora,  
que se mantiene a una temperatura menor que aquélla de la  
zona tres; (e) una quinta zona, que es una zona de troquel  
de extrusión, que se mantiene a temperaturas en el margen  
5 de 180 a 270°C; y (f) una sexta zona, que es una zona acondi-  
cionadora, que se mantiene a una temperatura desde 45 hasta  
dentro de 5°C de la temperatura de transición a vidrio-  
-hule del extrudato.

10 10<sup>a</sup>. - El procedimiento según la reivindicación  
9<sup>a</sup>, en el cual la segunda, tercera y cuarta zonas se en-  
cuentran contenidas dentro de un extrusor de tornillo.

11<sup>a</sup>. - El procedimiento según la reivindicación  
10<sup>a</sup>, en el cual el extrusor de tornillo es un extrusor de  
tornillo ventilado.

15 12<sup>a</sup>. - El procedimiento según la reivindicación  
10<sup>a</sup>, en el cual el extrusor de tornillo es un extrusor de  
doble tornillo ventilado y los tornillos son co-rotatorios  
y engranan el uno dentro del otro.

20 13<sup>a</sup>. - Un procedimiento para la preparación de  
una varilla de filtro de acetato de celulosa espumoso de  
células abiertas y de tipo plastificado.

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

25

30

1

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

5

Madrid, 10. JUL. 1979

P.A.

**Alberto de Elzaburu**  
Por Poder.

10

15

20

25

30

06079

JL/.

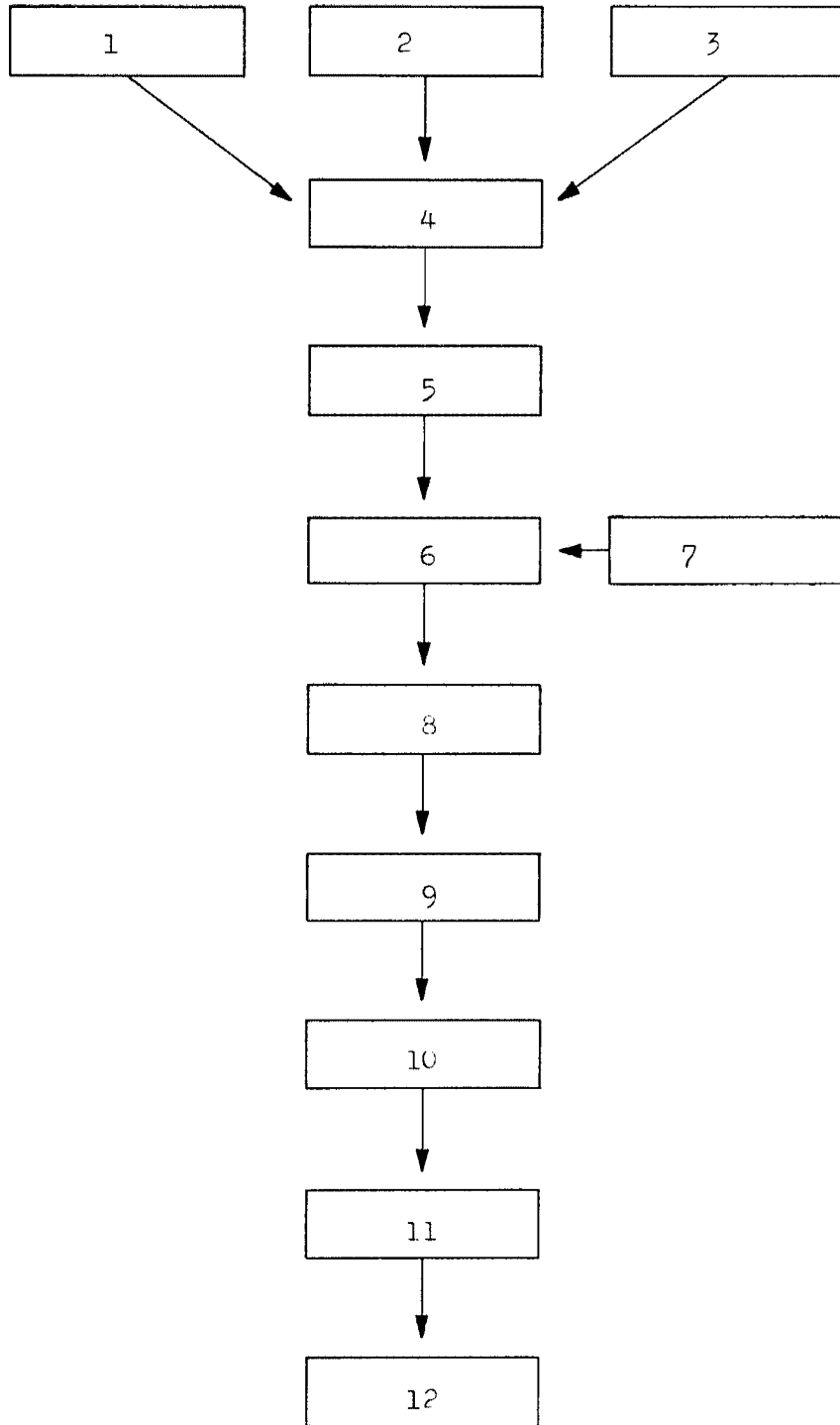


FIG. 1

Alberto de la Cruz  
For Patent

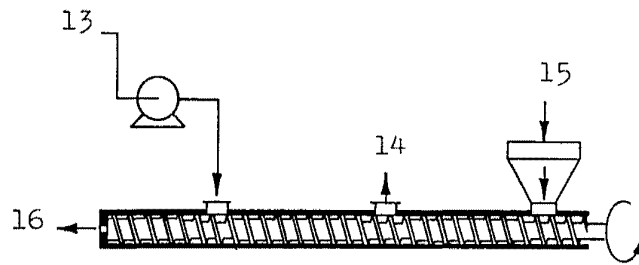


FIG. 2

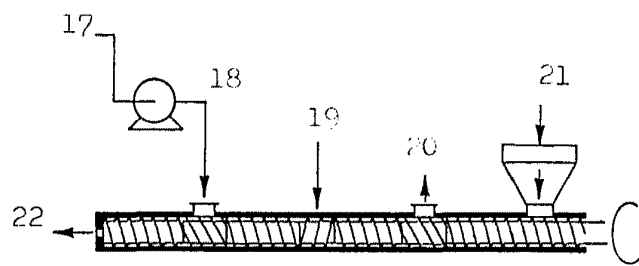


FIG. 3

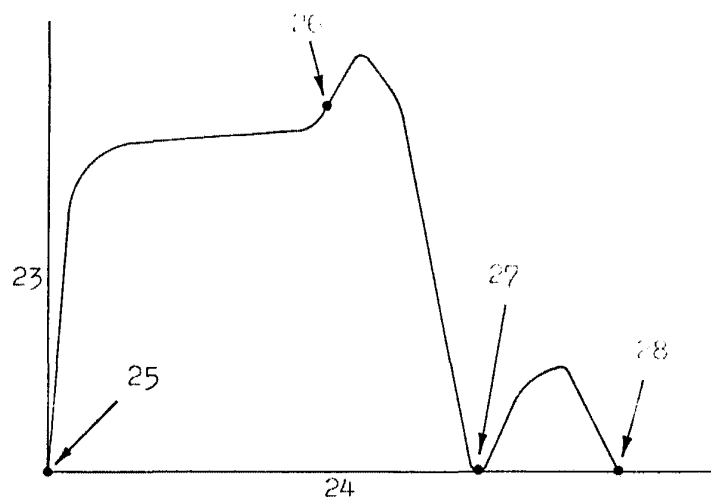


FIG. 4

STAINLESS STEEL COILS  
12/17

Fig. 5

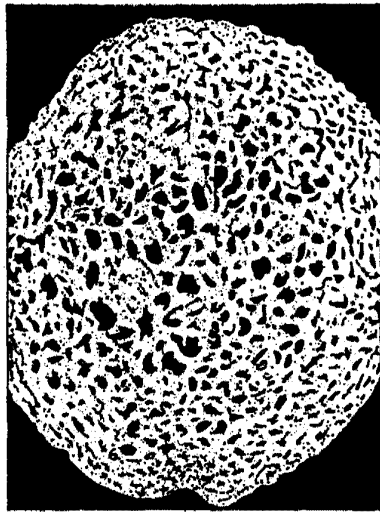


Fig. 6

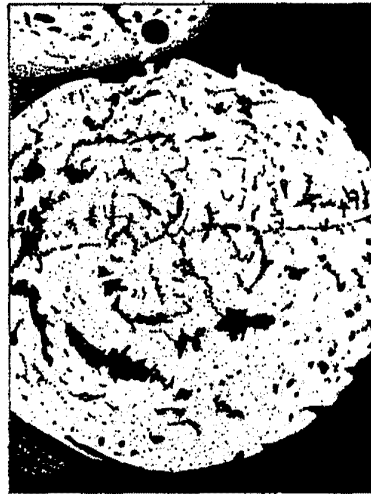


Fig. 7

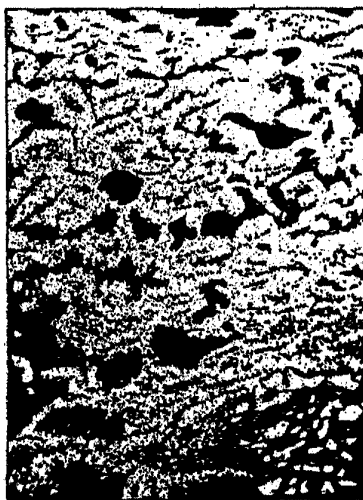
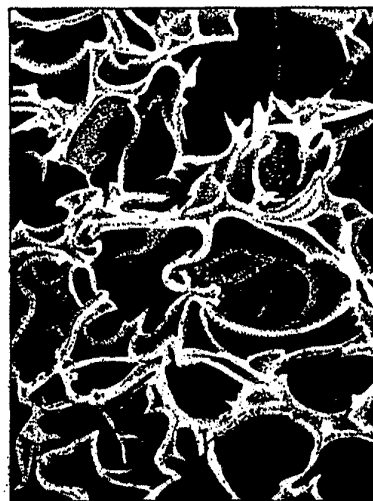


Fig. 8



Alberto de Eizaburo  
Por Poder

