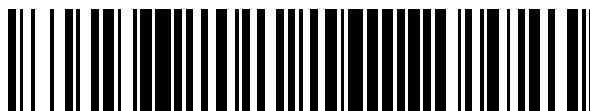


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 147**

51 Int. Cl.:

**A24D 3/10** (2006.01)

**D01F 2/00** (2006.01)

**D01F 2/02** (2006.01)

**D01F 2/28** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.09.2010 E 10760393 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **07.01.2015 EP 2490557**

54 Título: **Haz de filamentos biodegradables para filtros de cigarrillos y su proceso de fabricación**

30 Prioridad:

**23.10.2009 GB 0918633**

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

**24.03.2015**

73 Titular/es:

**INNOVIA FILMS LIMITED (100.0%)  
Station Road  
Wigton Cumbria CA7 9BG, GB**

72 Inventor/es:

**MARSHALL, COLIN y  
MOFFAT, JAMIE**

74 Agente/Representante:

**PONTI SALES, Adelaida**

**ES 2 532 147 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Haz de filamentos biodegradables para filtros de cigarrillos y su proceso de fabricación

5 **[0001]** La presente invención se refiere a materiales compuestos biodegradables para su uso en haces de filamentos para filtros de cigarrillo.

10 **[0002]** Los primeros filtros de cigarrillos se desarrollaron en la década de 1920 y estaban compuestos de papel crepé, a veces junto con guata de celulosa. La preocupación posterior sobre los efectos perjudiciales del tabaquismo en la salud provocó un aumento de la demanda de filtros que tuvieran como resultado niveles más bajos de alquitrán. Se desarrolló un filtro dual que comprendía fibras de acetato de celulosa dentro de una vaina de papel, lo que permitió la adición de otros componentes funcionales, como por ejemplo el carbón activo.

15 **[0003]** Las crecientes preocupaciones sobre la salud, la legislación cada vez más estricta y las presiones del mercado para obtener niveles reducidos de alquitrán, nicotina y monóxido de carbono, requieren el desarrollo continuo de la tecnología de los filtros. En la actualidad, el mercado mundial de cigarrillos supera los 5,8 billones de cigarrillos individuales al año, de los cuales el 97% cuenta con filtros. De los cigarrillos con filtro, un 80,4% se fabrica con fibra estándar de acetato de celulosa (4,5 billones de cigarrillos), un 16,6% se clasifica como filtros "especiales" y un 3% se fabrica con polipropileno.

20 **[0004]** Normalmente, los filtros de cigarrillos comprenden un "haz de filamentos para filtro", fibras generalmente rizadas de acetato de celulosa revestidas por un papel de boquilla. Esta invención se refiere al componente de haz de filamentos del filtro.

25 **[0005]** Uno de los problemas más acuciantes para los fabricantes de cigarrillos y de filtros de cigarrillos es la velocidad a la que se biodegradan los filtros. Los filtros de acetato de celulosa pueden tardar entre un mes y tres años en biodegradarse, dependiendo de las condiciones ambientales, lo que no resulta lo suficientemente rápido para evitar el problema de la acumulación de basura. Los filtros de cigarrillos desechados encabezan la lista en casi todos los estudios relacionados con la limpieza de las zonas costeras. El problema de la basura no es solo meramente visual, sino que se ha descubierto que las toxinas adsorbidas por los filtros de cigarrillos pueden filtrarse al medio ambiente y entrañar un riesgo biológico potencial.

35 **[0006]** Se ha sugerido una variedad de enfoques para la preparación de un haz de filamentos de filtros biodegradable, entre los cuales figuran el uso de materiales compuestos de acetato de celulosa con otros polímeros biodegradables, aditivos para aumentar la velocidad de degradación del acetato de celulosa, un acetato de celulosa con un bajo grado de sustitución (DS, *Degree of Substitution*) para obtener una mayor biodegradabilidad y polímeros biodegradables como, por ejemplo, PHB/PVB y almidones como la materia prima del haz de filamentos del filtro.

40 **[0007]** En EP 0706766 se divulga un material de filtro de tabaco que comprende una fibra o partícula con un núcleo y una capa superficial que rodea al núcleo, en el que la capa de superficie comprende un éster de celulosa y el núcleo comprende una celulosa no esterificada.

45 **[0008]** En EP 1167589 se divulga una estructura de acetato de celulosa en la que al menos una parte de la región de la superficie de la estructura incluye una composición de acetato de celulosa biodegradable que contiene un agente de promoción de la biodegradación. Este agente incluye al menos un compuesto seleccionado del grupo que consiste en una sal de oxoácido de fósforo, un éster de oxoácido de fósforo o una sal del mismo, ácido carbónico y una sal del mismo.

50 **[0009]** En EP 0987276 se divulga un artículo moldeado a partir de una composición de acetato de celulosa que comprende, contenido en el acetato de celulosa, un material compuesto de un agente de aceleración de la descomposición y un agente de control de la reacción.

55 **[0010]** En WO 95/14398 se divulga un filtro de cigarrillo en el que el cuerpo del filtro comprende papel que contiene fibras lyocell o consiste esencialmente en las mismas.

60 **[0011]** Sin embargo, hasta la fecha no se ha encontrado ninguna solución comercial satisfactoria para la producción de filtros que resulten aceptables para el consumidor y que se degraden lo suficientemente rápido como para superar el problema causado por la basura. Una de las principales restricciones de los enfoques anteriores ha sido lograr un compromiso aceptable entre la velocidad de biodegradabilidad que se puede lograr y el perfil de absorción/sabor proporcionados por el material del filtro.

**[0012]** La presente invención tiene como objetivo abordar estos problemas.

65 **[0013]** Según la presente invención, se proporciona un haz de filamentos para filtros de cigarrillo biodegradable que comprende filamentos compuestos de celulosa y acetato de celulosa, en el que los filamentos compuestos son fibras

hiladas a partir de una pasta que comprende celulosa y acetato de celulosa, o películas trituradas moldeadas a partir de una pasta constituida de forma similar.

5 [0014] La celulosa y el acetato de celulosa son normalmente moldeados en forma de fibras o películas. Cualquiera de estas formas de moldeo es apropiada para la preparación de los haces de filamentos de filtros de cigarrillo biodegradables de la invención. Cuando se moldea en forma de películas, es necesario después triturar la película resultante para producir el material adecuado para los haces de filamentos de filtros de cigarrillo. Los haces de filamentos de filtros preferidos, según la invención, comprenden fibras hiladas a partir de una solución coagulada de celulosa y acetato de celulosa.

10 [0015] Se sobreentenderá que las referencias en el presente a los filamentos compuestos de celulosa/acetato de celulosa se refieren a las fibras hiladas a partir de una pasta que comprende celulosa y acetato de celulosa o a películas trituradas moldeadas a partir de una pasta constituida de manera similar.

15 [0016] Hemos descubierto que los filamentos compuestos de celulosa/acetato de celulosa poseen una biodegradabilidad significativamente mayor que los filamentos equivalentes que comprenden únicamente celulosa o acetato de celulosa. Sin desear estar limitados por una teoría de este tipo, creemos que la presencia del acetato en el compuesto puede perturbar la cristalinidad de la celulosa, haciendo que se biodegrade más rápidamente que la propia celulosa.

20 [0017] Convencionalmente, la celulosa se moldea o hila a partir de viscosa y resulta difícil o imposible moldear o hilar acetato de celulosa a partir de la misma mezcla debido a la probabilidad de hidrólisis del acetato de celulosa en estas condiciones. Por el contrario, el acetato de celulosa convencionalmente está moldeado o hilado a partir de acetona y resulta difícil o imposible moldear o hilar celulosa a partir de la misma mezcla debido a la solubilidad limitada de la celulosa en acetona.

25 [0018] No obstante, hemos descubierto que al moldear o hilar celulosa y acetato de celulosa a partir de un líquido iónico (LI) o a partir de *N*-metilmorfolina *N*-óxido (NMMO), es posible formar fibras hiladas y películas moldeadas que comprenden una mezcla compuesta de estos materiales. No se ha reconocido previamente la biodegradabilidad mejorada de estos compuestos y su idoneidad para el uso en la fabricación del haz de filamentos para filtros de cigarrillos.

30 [0019] En consecuencia, se forma preferentemente el haz de filamentos para filtros de cigarrillos de la invención a partir de fibras o películas de celulosa y acetato de celulosa hiladas o moldeadas como una mezcla a partir de un líquido iónico (LI) o de *N*-metilmorfolina *N*-óxido (NMMO).

35 [0020] Se ha documentado ampliamente el uso de líquidos iónicos y NMMO para disolver la celulosa y otros polímeros, por ejemplo en US 20050288484 y US 20070006774 de la Universidad de Alabama, US 20080188636 de la Universidad Estatal de Carolina del Norte y WO 2005098546 de Holbrey *et al.* Una amplia gama de líquidos iónicos, incluidos los divulgados en las publicaciones mencionadas anteriormente, son apropiados para la disolución de la celulosa y el acetato de celulosa y para el moldeo como fibras o películas de mezclas de las mismas. Entre los tipos generales de líquidos iónicos apropiados figuran los basados en cationes de imidazol, pirrol, tiazol o pirazol en combinación con aniones de halógeno, fosfato, carboxilato o cloruro de metal. Entre los líquidos iónicos especialmente preferidos figuran el cloruro de 1-butil-3-metilimidazolio (BMIM-Cl), el acetato de 1-butil-3-metilimidazolio (BMIM-Ac) y el acetato de 1-etil-3-metilimidazolio (EMIM-Ac).

40 [0021] La solución de celulosa y acetato de celulosa a partir de la cual se hilan fibras o se moldean películas se denomina en el presente pasta (*dope* en inglés). La pasta también puede comprender un disolvente aprótico, como por ejemplo DMSO, DMF, THF o dioxano, para contribuir a la disolución de la celulosa y/o del acetato de celulosa. Un disolvente aprótico especialmente preferido es el DMSO.

45 [0022] La mezcla de acetato de celulosa y celulosa en la pasta también puede comprender uno o más materiales termoplásticos adicionales, como por ejemplo polihidroxicanoatos, tales como PHB y/o PHVB, que pueden añadir una funcionalidad adicional, por ejemplo la funcionalidad de barrera contra el agua, a los haces de filamentos de filtros de cigarrillo de la invención. Otros aditivos funcionales pueden incluir la triacetina, el poliacrilonitrilo (PAN), el poli-2-hidroxietilmetilacrilato (PHEMA), el alcohol de polivinilo (PVA), la polianilina y el polietilenglicol para fines funcionales, como por ejemplo la modificación de la absorción y/o el perfil del sabor, la mejora de la degradación (mediante, por ejemplo, materiales solubles en agua) y la mejora de la capacidad de procesamiento, por lo que respecta por ejemplo a la resistencia en húmedo (la triacetina puede mejorar el perfil de sabor, además de actuar como plastificante).

50 [0023] La relación en peso entre la celulosa y el acetato de celulosa en la pasta, y por consiguiente en el haz de filamentos para filtros de cigarrillo de la invención, varía de 10:90 a 90:10, por ejemplo de 20:80 a 80:20, o de 30:70 a 70:30.

65

[0024] Normalmente, la pasta comprende un contenido de sólidos de hasta aproximadamente 50% en peso, preferentemente hasta aproximadamente 40% en peso, más preferentemente hasta aproximadamente 30% en peso e idóneamente hasta aproximadamente 20% en peso.

5 [0025] Los haces de filamentos para filtros de la invención pueden comprender adicionalmente uno o más plastificantes, como por ejemplo la triacetina, que pueden contribuir al rizado de los filamentos compuestos. En el haz de filamentos para filtros de cigarrillo de la invención, los filamentos compuestos de celulosa/acetato de celulosa están rizados preferentemente para proporcionar puntos de contacto de barrera contra el humo. El plastificante puede estar incluido en la pasta o puede añadirse posteriormente al hilado o moldeo, por ejemplo mediante la  
10 pulverización sobre la superficie del haz de filamentos para filtros antes o durante el rizado.

[0026] Los haces de filamentos de filtros de la invención pueden comprender adicionalmente un catalizador que promueve la degradación oxidativa del haz de filamentos del filtro. Entre los catalizadores apropiados figuran los óxidos y cloruros de hierro y de cobre, los cuales pueden ser introducidos en el haz de filamentos mediante la  
15 inmersión de los filamentos compuestos en una solución acuosa de una sal de hierro o de cobre soluble en agua, como por ejemplo sulfato o cloruro, y la precipitación del óxido (preferentemente en formato nano) sobre o en el filamento por tratamiento con hidróxido de sodio u otro agente de precipitación apropiado.

[0027] Los haces de filamentos pueden comprender también uno o más lubricantes para reducir la carga electrostática. Entre los lubricantes preferidos figuran los aceites minerales. Por ejemplo, se puede aplicar un 1% en peso de aceite mineral con un emulsionante a los filamentos compuestos durante el hilado de las fibras o el moldeo de las películas.

[0028] Preferentemente los haces de filamentos de filtros de la invención comprenden filamentos compuestos de celulosa/acetato de celulosa fabricados en 1, 5 o 9 deniers por filamento (se define el espesor de filamento (denier por filamento) como la masa (gramos) de 9.000 metros de un solo filamento no rizado).

[0029] La masa de haz de filamentos total (denier total) (definida como la masa total de 9.000 metros de haz de filamentos de filtro no rizado, que comprende típicamente muchos miles, por ejemplo 11.000, de fibras individuales)  
30 puede variar considerablemente dependiendo de los métodos utilizados en el hilado de fibras y del número de fibras individuales en el haz de filamentos. Una masa de haz de filamentos típica sería de 35.000 gramos.

[0030] Preferentemente, los haces de filamentos para filtros de la invención comprenden fibras que poseen una sección transversal de filamento trilobular (formado opcionalmente mediante el uso de orificios de una hilera triangulares) para optimizar el área de la superficie.

[0031] Los haces de filamentos para filtros de la invención comprenden preferentemente fibras rizadas, estando la estructura del rizo definida por el índice de rizado, que es la relación entre el haz de filamentos de filtro estirado (25 kilogramos de carga) y sin estirar (0,25 kilogramos de carga). El índice de rizado variará considerablemente  
40 dependiendo del método preciso de fabricación.

[0032] El contenido de humedad de los haces de filamentos de filtros de cigarrillos, según la invención, es preferentemente de al menos aproximadamente 2% en peso, más preferentemente de al menos aproximadamente 5% en peso, e incluso más preferentemente de al menos aproximadamente 10% en peso. Se ha descubierto que el contenido de humedad resulta importante para prevenir cargas eléctricas, pero es preferible que no sea demasiado alto (por ejemplo, no superior al 50% en peso), debido a que un contenido muy elevado de humedad puede dificultar que el haz de filamentos retenga un rizo.

[0033] Los haces de filamentos para filtros de la invención comprenden preferentemente filamentos enredados.

[0034] También se proporciona, según la invención, un filtro de cigarrillo que comprende el haz de filamentos para filtros de cigarrillo descrito anteriormente revestido por una envoltura de boquilla.

[0035] Preferentemente, la envoltura de boquilla es en sí misma una sustancia biodegradable y puede, por ejemplo, comprender papel o un sustrato biodegradable alternativo como celulosa, ácido poliláctico (PLA), hidroxialcanoatos, un polímero a base de almidón u otra forma de biopolímero.

[0036] Cuando la envoltura de boquilla comprende un biopolímero, preferentemente comprende un suavizador en una cantidad no superior a aproximadamente un 25% en peso para conseguir propiedades adecuadas, en particular por lo que respecta al alargamiento y enrollamiento del tubo.

[0037] El suavizante puede, en la envoltura de boquilla biopolimérica, ser de cualquier material adecuado, pero se selecciona preferentemente de entre el glicerol, el propano-1,2-diol o cualquier otro suavizante apropiado seleccionado de entre los que aparecen en la normativa alemana sobre el tabaco (TVO, *TabakVerordnung*).

**[0038]** También se proporciona, según la invención, un cigarrillo que comprende una sustancia que se puede fumar y un filtro de cigarrillo como el descrito anteriormente.

5 **[0039]** También se proporciona, según la invención, un procedimiento para la fabricación de haces de filamentos para filtros de cigarrillos que comprende suministrar una solución que comprende una mezcla de celulosa y acetato de celulosa en un líquido iónico o en NMMO, e hilar o moldear la mezcla en un disolvente prótico con el fin de generar fibras o películas, y convertir las fibras o películas en haces de filamentos para filtros de cigarrillo.

10 **[0040]** El agua es el disolvente prótico preferido para el moldeo regenerativo de la mezcla.

**[0041]** En el proceso de la invención se pueden producir los materiales compuestos de celulosa/acetato de celulosa en cualquier proporción mediante la regeneración de soluciones en agua y/u otros disolventes próticos. Se ha descubierto que la velocidad de coagulación en agua depende del contenido de acetato de celulosa de la pasta, en donde un aumento de los niveles de acetato de celulosa reduce la velocidad de coagulación.

**[0042]** La invención se describirá ahora de una forma más detallada mediante los Ejemplos que se muestran a continuación y en los que se hace referencia a los siguientes dibujos:

La Figura 1 consiste en tres diapositivas que muestran fibras de: (1) acetato de celulosa; (2) celulosa; y (3) una mezcla de celulosa y acetato de celulosa según la invención.

En la Figura 2 se muestran las diapositivas de la Figura 1 después de dos semanas de biodegradación en condiciones anaeróbicas.

En la Figura 3 se muestran las diapositivas de la Figura 1 después de cuatro semanas de biodegradación en condiciones anaeróbicas.

En la Figura 4 se muestran las diapositivas de la Figura 1 después de seis semanas de biodegradación en condiciones anaeróbicas.

### Ejemplo 1

30 **[0043]** Se evaluó la biodegradabilidad de fibras hiladas en húmedo de celulosa/acetato de celulosa mezcladas en comparación con fibras hiladas en húmedo equivalentes de celulosa y fibras hiladas en húmedo equivalentes de acetato de celulosa.

**[0044]** Utilizando un equipo estándar de hilado en húmedo se hilaron las fibras a partir de soluciones de: (1) celulosa (DP ~ 800) y (2) 1:1 de celulosa: acetato de celulosa (Eastman, CA-398-30), en 10% de sólidos en EMIM-Ac: DMSO (20:80). Se utilizó una hilera de 40 orificios con un diámetro de orificio de 70  $\mu\text{m}$ , la cual fue sumergida en un baño de coagulación a temperatura ambiente que contenía agua limpia. Las fibras se enrollaron en húmedo, se lavaron exhaustivamente en el carrete y a continuación se secaron a 50°C.

**[0045]** Por lo que respecta a las Figuras 1 a 4, una propiedad sorprendente de estos materiales compuestos es que la velocidad de biodegradación en entornos anaeróbicos supera a la de la celulosa y es mucho mayor que la del acetato de celulosa en las mismas condiciones (véase el apéndice 1). Se cree (aunque de ninguna forma esta teoría debe considerarse vinculante) que los dos componentes forman un material compuesto mezclado íntimamente y que la mayor velocidad de degradación se debe a una reducción en la cristalinidad de la celulosa. Se piensa que la degradación del componente de celulosa del material compuesto hace que el componente de acetato de celulosa se deposite a escala molecular. También hemos descubierto que se mejora de manera similar la velocidad de biodegradación en condiciones aeróbicas de los haces de filamentos para filtros de cigarrillo de acuerdo con la invención.

50 **[0046]** La aplicación de estos materiales compuestos en la fabricación de haces de filamentos para filtros de cigarrillos ofrece un método para lograr un producto que posee el perfil de absorción y la firma de sabor deseados mediante el uso único de acetato de celulosa, pero con un gran aumento de la velocidad de biodegradación.

### Ejemplo 2

55 **[0047]** Se fabricó un haz de filamentos para filtro según la invención mediante un proceso de hilado en seco. Se preparó en primer lugar una pasta al disolver diacetato de celulosa y celulosa (mezcla 1:1) a 10% de sólidos en EMIM-Ac: DMSO (20:80). Se añadió  $\text{TiO}_2$  para proporcionar una apariencia blanquecina. A continuación se filtró la pasta y se hiló en cámaras, haciendo que los filamentos se solidificaran y volvieran más delgados. Se hilaron más de 60 10.000 filamentos a partir de una serie de armarios de hilado, los cuales se combinaron para formar una sola banda. Se utilizó una caja de rizado para aportar al haz de filamentos de filtro una estructura de rizo, y se revistió el haz de filamentos de filtro resultante con un papel de boquilla para conformar un filtro de cigarrillo.

**[0048]** Se ha descubierto que el filtro de cigarrillo resultante conserva unas propiedades de biodegradabilidad ventajosas, como se muestra en el Ejemplo 1, y posee una firma de sabor aceptable.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Haz de filamentos biodegradables para filtros de cigarrillos que comprende filamentos compuestos de celulosa y acetato de celulosa, en el que los filamentos compuestos son fibras hiladas a partir de una pasta que comprende celulosa y acetato de celulosa, o películas trituradas moldeadas a partir de una pasta constituida de forma similar.
- 10 2. Haz de filamentos para filtros, según la reivindicación 1, que comprende además uno o más materiales termoplásticos adicionales.
- 15 3. Haz de filamentos para filtros, según la reivindicación 2, en el que el material termoplástico adicional se selecciona entre uno o más de PHB, PHVB, poliacrilonitrilo, poli-2-hidroxiethylmetilacrilato, alcohol de polivinilo, polianilina y polietilenglicol.
- 20 4. Haz de filamentos para filtros, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la relación en peso entre la celulosa y el acetato de celulosa varía entre 10:90 y 90:10.
- 25 5. Haz de filamentos para filtros, según la reivindicación 4, en el que la relación entre la celulosa y el acetato de celulosa varía de 20:80 a 80:20.
- 30 6. Haz de filamentos para filtros, según la reivindicación 5, en el que la relación entre la celulosa y el acetato de celulosa varía de 30:70 a 70:30.
- 35 7. Haz de filamentos para filtros, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, que comprende además uno o más plastificantes.
- 40 8. Haz de filamentos para filtros, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende además un catalizador que promueve la degradación oxidativa del haz de filamentos para filtros.
- 45 9. Haz de filamentos para filtros, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, que comprende además uno o más lubricantes con el fin de reducir la carga electrostática en el haz de filamentos.
- 50 10. Filtro de cigarrillo que comprende el haz de filamentos para filtros de cigarrillo, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, revestido por una envoltura de boquilla.
- 55 11. Cigarrillo que comprende una sustancia que se puede fumar y un filtro de cigarrillo, según la reivindicación 10.
- 60 12. Proceso para la fabricación de un haz de filamentos para filtros de cigarrillo, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, que comprende suministrar una pasta en solución que comprende una mezcla de celulosa y acetato de celulosa en un líquido iónico o en *N*-metilmorfolina *N*-óxido, hilar o moldear la mezcla en un disolvente prótico con el fin de generar fibras o películas, y convertir las fibras o películas en el haz de filamentos para filtros de cigarrillo.
- 65 13. Proceso, según la reivindicación 12, en el que la pasta comprende además un disolvente aprótico para contribuir a la disolución de la celulosa y/o el acetato de celulosa.
- 70 14. Proceso, según la reivindicación 13, en el que el disolvente aprótico comprende uno o más de DMSO, DMF, THF o dioxano.



FIG. 1



FIG. 2



FIG. 3

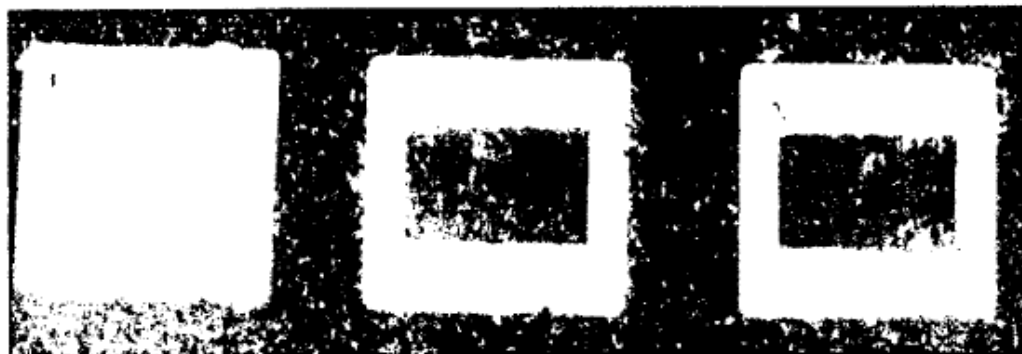


FIG. 4