

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 694 424**

51 Int. Cl.:

A24D 3/08 (2006.01)

A24D 3/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.06.2012 PCT/GB2012/051451**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.12.2012 WO12175979**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.06.2012 E 12731146 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.08.2018 EP 2723201**

54 Título: **Material filtrante que comprende fibras de polilactida**

30 Prioridad:

23.06.2011 GB 201110669
01.07.2011 GB 201111254

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.12.2018

73 Titular/es:

**BRITISH AMERICAN TOBACCO (INVESTMENTS)
LTD (100.0%)
Globe House, 1 Water Street
London, WC2R 3LA, GB**

72 Inventor/es:

LEMMOUCHI, YAHIA

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 694 424 T3

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

DESCRIPCIÓN

Material filtrante que comprende fibras de polilactida

5 **Campo**

La presente invención se refiere a materiales filtrantes para uso en los filtros o elementos filtrantes de artículos para fumar, en donde los materiales comprenden fibras de polilactida y uno o más plastificantes.

10 **Antecedentes**

Una gran diversidad de materiales fibrosos han sido sugeridos como filtros para el humo de los cigarrillos. La estopa de acetato de celulosa es el material filtrante utilizado más comúnmente. Una desventaja asociada con este material filtrante es, sin embargo, que su degradación es lenta. Mientras que la mayoría de los componentes de un artículo para fumar agotado se disocian en sus partes constituyentes individuales y se degradan en un periodo de tiempo relativamente corto cuando se exponen a humedad y/o abrasión mecánica, el material filtrante acetato de celulosa se degrada lentamente debido a que las fibras de acetato de celulosa propiamente dichas son realmente insolubles en agua y por consiguiente son deficientemente biodegradables.

20 Para productos desechables, es deseable utilizar materiales que sean biodegradables. Los polímeros biodegradables desechados en ambientes bioactivos se degradan por la acción enzimática de microorganismos tales como bacterias, hongos y algas. Sus cadenas polímeras pueden escindirarse también por procesos no enzimáticos tales como hidrólisis química. Como se utiliza en esta memoria, el término "biodegradable" significa que la composición se degrada en el transcurso de un año utilizando el método de test estándar para determinar la biodegradación aerobia de los materiales plásticos en condiciones de compostaje controladas.

El ácido poliláctico o polilactida (PLA), es un polímero biodegradable y biocompatible atractivo. Se deriva de recursos renovables (v.g., maíz, trigo, o arroz) y es biodegradable, reciclable, y compostable. Adicionalmente, PLA exhibe procesabilidad excelente. En realidad, PLA tiene procesabilidad térmica mejor comparado con otros materiales biodegradables tales como poli(hidroxialcanoatos) (PHAs), poli(ε-caprolactona) (PCL), etc. El mismo puede procesarse por moldeo de inyección, extrusión de film, moldeo por soplado, termoformación, hilado de fibras, y formación de film. Sin embargo, el uso de PLA puede verse restringido debido al hecho de que se trata de un polímero hidrófobo y no es apto para solubilización o dispersión en agua.

35 Es deseable producir materiales filtrantes biodegradables, que preferiblemente estén hechos de materiales que puedan procesarse fácilmente para producir fibras, que sean procesables térmicamente y que tengan propiedades mecánicas y físicas satisfactorias. CA puede tratarse con plastificantes para uso en filtros de artículos para fumar. Esto implica aplicar el plastificante (usualmente en forma líquida) a la superficie de las fibras CA, por ejemplo, por pulverización del plastificante líquido sobre la estopa de CA. El plastificante actúa por ligadura de las fibras adyacentes unas a otras en sus puntos de contacto, proporcionando con ello a las varillas del filtro dureza suficiente para la fabricación y uso de los cigarrillos. Así, aunque a los materiales añadidos a CA de esta manera se hace referencia generalmente como plastificantes, los mismos actúan realmente como ligantes o endurecedores más bien que como plastificantes. Plastificantes adecuados para este uso incluyen triacetina (triacetato de glicerina), TEC (citrato de trietilo), y PEG 400 (polietilenglicol de peso molecular bajo). Se sabe también que la estopa de acetato de celulosa plastificada mejora la eliminación selectiva de los compuestos semi-volátiles encontrados en el humo (v.g. fenol, o-cresol, p-cresol y m-cresol). Para este efecto, se considera necesario que el plastificante esté presente en la superficie de las fibras de CA.

50 Lamentablemente, la adición de un plastificante que liga realmente las fibras puede dar como resultado una reducción en la degradabilidad del material filtrante. La fijación de las fibras ralentiza de algún modo la separación de las fibras individuales, convirtiendo la estopa en un artículo para fumar agotado, manteniendo así el haz de fibras y reduciendo su exposición a los elementos que pueden llevar a cabo cualquier proceso de degradación.

Debido al efecto de ligadura de las fibras de los plastificantes, los filtros convencionales de CA incluyen a menudo entre 6 y 8% de plastificante. Se ha encontrado que la inclusión de plastificante en cantidades mayores que ésta tiene un efecto perjudicial sobre la estopa de acetato de celulosa, causando la formación de orificios. WO 2012/012053 da a conocer una varilla de filtro biodegradable para cigarrillos que comprende hasta 99% en peso de polímero de ácido poliláctico y hasta 3% de estabilizador. WO 2011/063628 da a conocer la preparación y uso de fibras biodegradables para filtros de cigarrillos que comprenden ácido poliláctico modificado y un estabilizador opcional. CN 101023811 da a conocer un material filtrante para inclusión en un filtro de un artículo para fumar que comprende fibras de ácido poliláctico plastificadas con triacetina o citrato de trietilo, en donde las fibras están ligadas unas a otras.

65 **Sumario**

Conforme a un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un material filtrante para inclusión en el filtro o elemento filtrante de un artículo para fumar, comprendiendo dicho material filtrante fibras de polilactida y al menos un plastificante, en donde las fibras de polilactida no están ligadas unas a otras por el plastificante. En un segundo aspecto de la presente invención, se proporcionan filtros y elementos filtrantes, que comprenden el material filtrante conforme al primer aspecto.

En un tercer aspecto de la presente invención, se proporcionan artículos para fumar, que comprenden el filtro o los elementos filtrantes conforme al segundo aspecto.

Breve Descripción de las Figuras

La figura 1 muestra gráficos de curva de capacidad de estopa de PLA y estopa de CA.

La figura 2 proporciona un gráfico que muestra la eficiencia de filtración de un filtro de PLA en función de la caída de presión.

La figura 3 proporciona un gráfico que muestra la eficiencia de filtración de NFDM en función de la caída de presión para estopa de PLA y estopa de CA.

La figura 4 proporciona un gráfico que muestra el efecto de la triacetina (TA) utilizada como aditivo en el filtro de PLA sobre la adsorción de los compuestos fenólicos contenidos en el humo.

La figura 5 proporciona un gráfico que muestra el efecto del citrato de trietilo (TEC) utilizado como aditivo en el filtro de PLA sobre la adsorción de los compuestos fenólicos contenidos en el humo.

La figura 6 proporciona un gráfico que muestra el efecto de diferentes aditivos en filtros de PLA sobre la adsorción de los compuestos fenólicos contenidos en el humo.

Descripción Detallada

Las realizaciones de la invención pueden proporcionar materiales filtrantes con propiedades mecánicas satisfactorias, tales como solidez y procesabilidad satisfactoria, siendo también o alternativamente biodegradables y/o proporcionando características excelentes de adsorción cuando se incorporan en un filtro o elemento filtrante de un artículo para fumar.

Como se utiliza en esta memoria, el término "artículo para fumar" incluye productos fumables tales como cigarrillos, cigarros puros y puritos que están basados en tabaco, derivados de tabaco, tabaco expandido, tabaco reconstituido o sustitutos de tabaco, así como productos que se calientan pero no se queman.

Las fibras del material filtrante pueden estar constituidas esencialmente por fibras de polilactida.

Las fibras pueden fabricarse a partir de PLA de modo muy análogo a la fabricación de fibras de CA a partir de CA. Las fibras de CA se fabrican utilizando el proceso de hilado en disolvente, pero las fibras de PLA pueden fabricarse utilizando el proceso de fusión-extrusión.

La polilactida (PLA) utilizada en la presente invención puede producirse por diferentes métodos de síntesis, tales como polimerización de lactida con apertura de anillo o polimerización por condensación directa a partir de ácido láctico. Para uso en esta invención puede seleccionarse cualquier calidad de PLA, y los pesos moleculares del PLA pueden variar dependiendo de las propiedades y uso deseados. Se prefiere la poli(L-lactida) (PLLA) debido a su cristalinidad, que es beneficiosa para la producción de fibras.

La figura 1 muestra gráficos de curva de capacidad de estopa de PLA y estopa de CA, con características de estopa 3Y40000. La curva de capacidad de la figura 1 indica la variación de la caída de presión del filtro en función del peso de estopa utilizado en el filtro. Los resultados presentados corresponden a una varilla filtrante de 132 mm de longitud y 24,30 mm de circunferencia. Esta información permite ajustar el peso del filtro a fin de conseguir la caída de presión deseada, que puede hacerse coincidir con la de un filtro convencional de acetato de celulosa. La curva de capacidad puede proporcionar también los límites de procesabilidad de la estopa (caída de presión máxima y mínima).

La figura 2 muestra la eficiencia de filtración de un filtro de PLA en función de la caída de presión. S1-4 son las muestras de la Tabla 1. El análisis del humo se realizó bajo el régimen ISO (35/2/60) con la zona de ventilación bloqueada. Como se indica por los datos proporcionados en la figura 2, las características de adsorción de un filtro producido a partir de fibras PLA solo eran relativamente deficientes comparadas con un filtro convencional de acetato de celulosa plastificado (con 8,6% de plastificante) para la misma caída de presión. En el gráfico, se ensayaron 4 muestras de filtros fabricados utilizando la estopa PLA sin plastificante, basándose en la caída de presión de estos filtros (377, 421, 486, 540 mm de agua manométricos, respectivamente, longitud de la varilla de filtro = 132 mm). Como se expone con mayor detalle más adelante, la caída de presión de estas muestras es proporcional al peso de PLA (véase Tabla 1).

La figura 3 muestra la eficiencia de filtración de NFDM en función de la caída de presión para filtros fabricados a partir de estopa de PLA y estopa de CA. Los filtros (que tenían una longitud de 22 mm y una circunferencia de 24,3

mm) se fabricaron a partir de estopas de la misma especificación (3.0Y40000). El análisis del humo se realizó bajo el régimen ISO (35/2/60) con la zona de ventilación bloqueada.

Como se ha mencionado arriba, el plastificante incluido en la estopa de CA actúa como ligante, haciendo que las fibras adyacentes se adhieran unas a otras, aumentando con ello la dureza e integridad estructural de la estopa. En contraste, cuando se añaden los mismos plastificantes a las fibras PLA, actúan como plastificantes verdaderos, proporcionando un efecto de ablandamiento, y no causan ligadura entre las fibras.

Sin embargo, se ha encontrado que la adición de al menos un plastificante a las fibras PLA tiene un efecto importante en las características de adsorción de la estopa.

Como puede verse por los datos en las figuras 4 a 6, la estopa de PLA sin plastificante alguno exhibe una adsorción relativamente deficiente de cierto número de Analitos Hoffmann, especialmente cuando se consideran analitos fenólicos. Una medida de 0% en estos gráficos indica que la estopa basada en PLA ha alcanzado la misma eficiencia de la estopa de CA convencional plastificada que se utiliza como el control (a la que se hace referencia como "control de CA" en los gráficos).

Está claro que, para algunos analitos, la adsorción de CA se aproxima, se alcanza o incluso, en algunos casos, se mejora por la adición de un plastificante. Cuando el gráfico muestra una cifra de porcentaje negativa, la adsorción era mejor que la del control de CA.

En algunas realizaciones, el material filtrante incluye uno o más plastificantes seleccionados del grupo constituido por PEG, triacetina y TEC.

La cantidad total de plastificante incluida en el material filtrante puede estar comprendida entre 4 y 15% en peso del material total de estopa de filtro. Así, si se utiliza un solo plastificante, el mismo puede incluirse en una cantidad de 4 a 15% en peso. Si se utiliza una combinación de plastificantes, su cantidad combinada debería ser 4 a 15% en peso del material de estopa filtrante.

En algunas realizaciones, los materiales filtrantes pueden proporcionar un aumento en la eliminación selectiva de compuestos semi-volátiles del humo que son extraídos por el material filtrante. Se cree que el uso de polietilenglicol, TEC y/o triacetina como plastificante aplicado a la superficie de las fibras PLA puede contribuir a este efecto.

En algunas realizaciones, los materiales filtrantes pueden proporcionar características de sabor mejoradas del humo aspirado a través del material filtrante. En algunas implementaciones, el uso de TEC y/o triacetina como plastificante aplicado a la superficie de las fibras PLA puede contribuir a este efecto.

Ejemplos

La presente invención se ilustra con mayor detalle por los Ejemplos específicos que siguen. Debe entenderse que estos Ejemplos son realizaciones ilustrativas y que esta invención no está limitada por ninguno de los Ejemplos.

La estopa de PLA utilizada se designaba 3.0Y40000, lo que significa que el denier del filamento de PLA era 3,0, la forma de la fibra era Y, y el denier de la estopa era 40.000.

El procesamiento se realizó utilizando una máquina KDF2, que es una máquina utilizada para convertir la estopa en varillas de filtro.

La Tabla 1 siguiente muestra la variación en la caída de presión cuando se compara en peso de estopa para estopas de filtro PLA y CA, incorporadas en una varilla de filtro estándar con una longitud de 132 mm y un diámetro de 24,30 mm. Las diferentes muestras se produjeron a partir de la misma estopa de PLA variando el peso de estopa en la varilla de filtro, es decir, en diferentes grados de empaquetamiento de tal modo que se incluían cantidades variables de estopa de PLA en filtros de las mismas dimensiones.

Tabla 1: Variación de la caída de presión (PD) en función del peso de estopa. Longitud de la varilla de filtro = 132 mm, circunferencia = 24,30 mm

	Peso (mg)	PD (mm de agua manométricos, WG)
Muestra 1 (S1)	721	377
Muestra 2 (S2)	772	421
Muestra 3 (S3)	803	486
Muestra 4 (S4)	845	540

La figura 2 proporciona un gráfico que muestra la eficiencia de filtración de un filtro PLA en función de la caída de presión. Los análisis del humo se realizaron utilizando el recíben de fumar ISO (35/2/60) con la zona de ventilación bloqueada.

5 La figura 2 muestra la eficiencia de filtración de los filtros PLA mencionados en la Tabla 1. La eficiencia de filtración expresa el grado de eficiencia del filtro para retener los componentes del humo listados. Esto se mide fumando un cigarrillo de control sin filtro y cigarrillos de test con filtros PLA, y midiendo la cantidad de alquitrán (NFDPM), nicotina y agua suministrados en ambos casos. Los resultados muestran que el suministro puede ajustarse variando la caída de presión del filtro.

10 La figura 4 proporciona un gráfico que muestra el efecto de la triacetina (TA) utilizada como aditivo en el filtro PLA sobre los compuestos fenólicos contenidos en el humo. Los análisis del humo se realizaron fumando bajo régimen ISO (35/2/60) con la zona de ventilación bloqueada. Los resultados están normalizados para alquitrán y se expresan como diferencia de porcentaje con CA. Los datos muestran una comparación entre el suministro de compuestos fenólicos utilizando PLA con cantidades diferentes de TA. Se utilizó como línea base un cigarrillo convencional con un filtro CA plastificado (el control pCA). Los resultados se expresan como porcentaje calculado como sigue:

$$\text{(Suministro por PLA - Suministro por el control)} \times 100 / \text{Suministro por el control}$$

20 Los resultados muestran una disminución de los analitos con el aumento de la cantidad de TA.

25 La figura 5 proporciona un gráfico que muestra el efecto de citrato de trietilo (TEC) utilizado como aditivo en el filtro PLA sobre los compuestos fenólicos contenidos en el humo. Los gases del humo se realizaron bajo régimen de fumar ISO (35/2/60) con la zona de ventilación bloqueada. Los resultados están normalizados para alquitrán y se expresan como diferencia de porcentaje con el control de CA. Los datos se calcularon de la misma manera que se ha expuesto anteriormente en relación con la figura 4. Los resultados muestran que la adición de TEC a las fibras PLA tiene el efecto de aumentar la adsorción selectiva de analitos.

30 La figura 6 proporciona un gráfico que muestra el efecto de diferentes aditivos en el filtro PLA sobre los compuestos fenólicos contenidos en el humo. Los análisis del humo se realizaron bajo régimen de fumar ISO (35/2/60) con la zona de ventilación bloqueada. Los resultados están normalizados para alquitrán y se expresan como diferencia de porcentaje con el control de CA. Los datos se calcularon de la misma manera expuesta anteriormente en relación con la figura 4. Los resultados muestran que la adición de TEC a las fibras PLA tienen un efecto mayor sobre la adsorción selectiva de analitos que la adición de la misma cantidad de triacetina.

35 Así pues, estos datos permiten llegar a la conclusión de que la utilización de aditivos en filtros PLA puede mejorar la eliminación selectiva de analitos Hoffmann.

40 Con objeto de abordar diversos problemas y avanzar en la técnica, la completitud de esta descripción muestra a modo de ilustración diversas realizaciones en las cuales la invención reivindicada puede llevarse a la práctica y proporcionar material de filtración superior. Las ventajas y características de la descripción son las de una muestra representativa de realizaciones únicamente, y no son exhaustivas y/o (las mismas se presentan únicamente para ayudar a la comprensión y exponer las características reivindicadas. Debe entenderse que las ventajas, realizaciones, Ejemplos, funciones, características, estructuras, y/u otros aspectos de la descripción no debe considerarse como limitaciones en la descripción tal como se define por las reivindicaciones o limitaciones en cuanto a equivalentes de las reivindicaciones, y que pueden utilizarse otras realizaciones y pueden hacerse modificaciones sin desviarse del alcance y/o espíritu de la descripción. Diversas realizaciones pueden comprender adecuadamente, estar constituidas por, o consistir esencialmente en, diversas combinaciones de los elementos, componentes, características, partes, pasos, medios, etc., descritos. Adicionalmente, la descripción incluye otras invenciones no reivindicadas en este documento, pero que pueden reivindicarse en el futuro.

50

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Un material de filtración para inclusión en un filtro o elemento filtrante de un artículo para fumar, comprendiendo dicho material de filtración fibras de polilactida y un plastificante, en donde las fibras de polilactida estancos ciclos por polilactida y en donde las fibras de polilactida no están unidas unas a otras por el plastificante.
- 10 **2.** Un material de filtración conforme a la reivindicación 1, en donde el plastificante se selecciona d 0 m otra vez con un frío que tarde tanto el grupo constituido por polietilenglicol, triacetina y TEC.
- 10 **3.** Un material de filtración conforme a la reivindicación 1 ó 2, en donde el plastificante se incluye en una cantidad de 4 a 15% en peso del material de filtración.
- 15 **4.** Un filtro o elemento filtrante que comprende un material de filtración conforme a una cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 15 **5.** Un artículo para fumar que comprende un filtro o elemento filtrante conforme a la reivindicación 4.

Figura 1

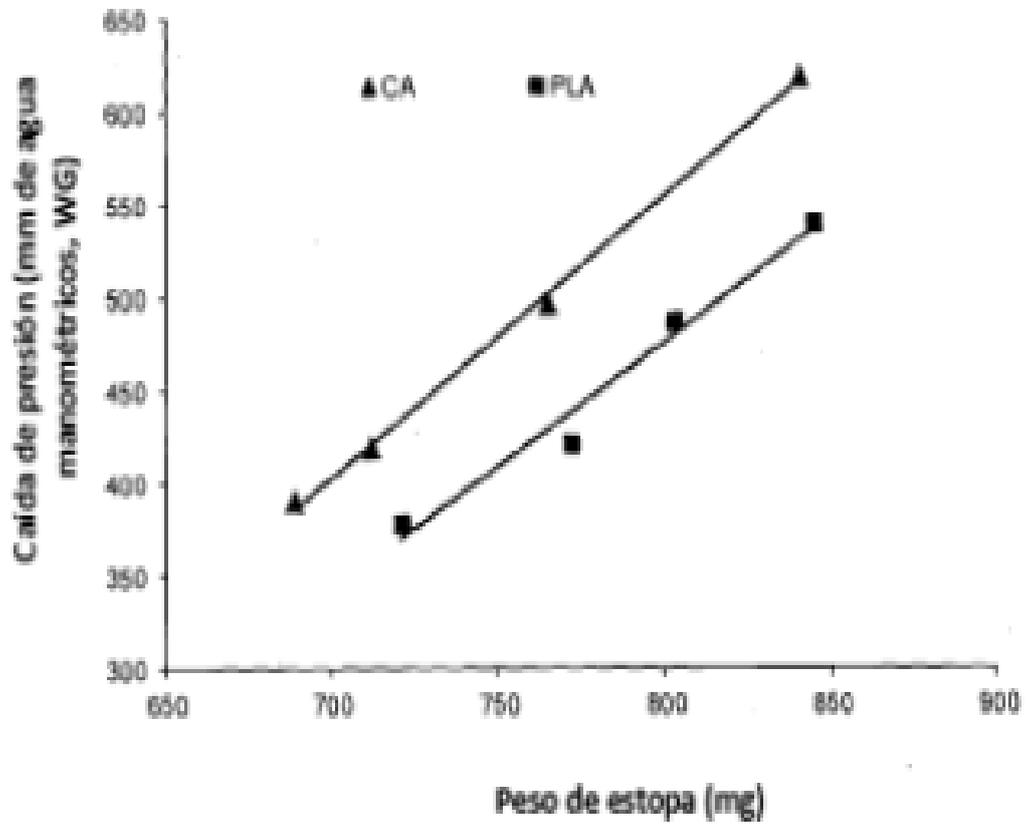


Figura 2

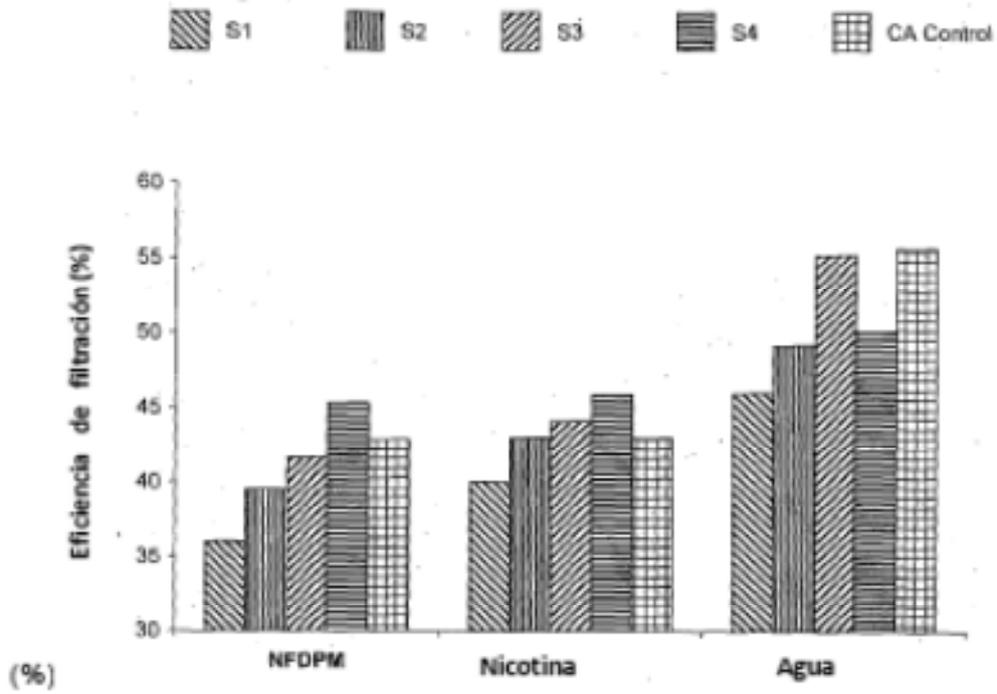


Figura 3

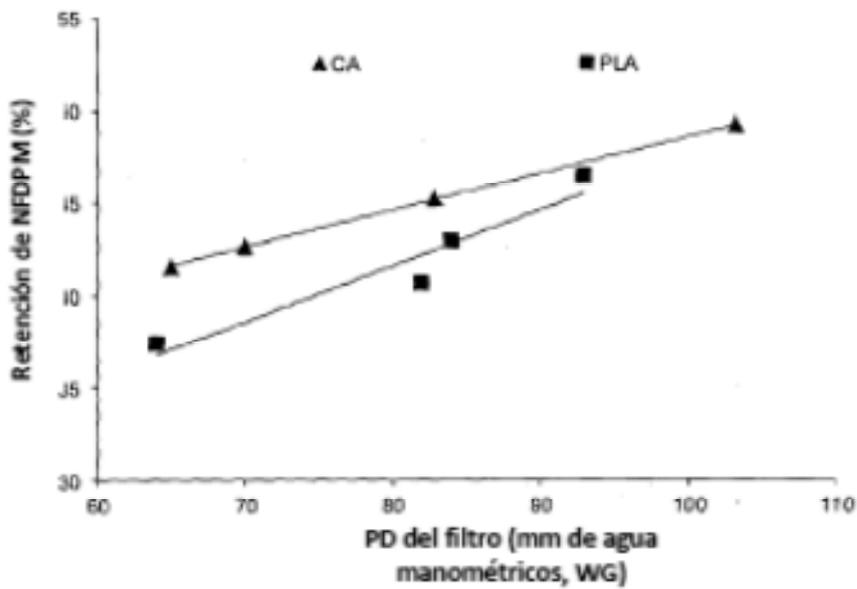


Figura 4

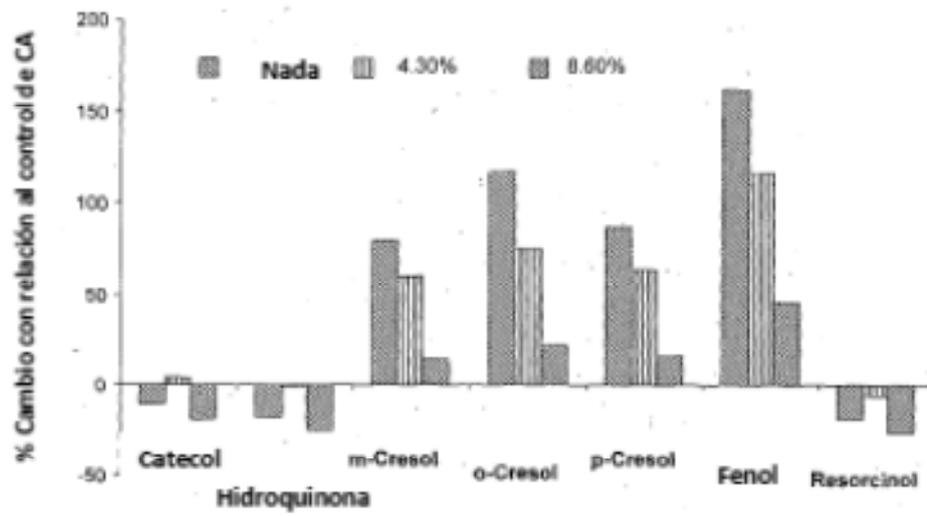


Figura 5

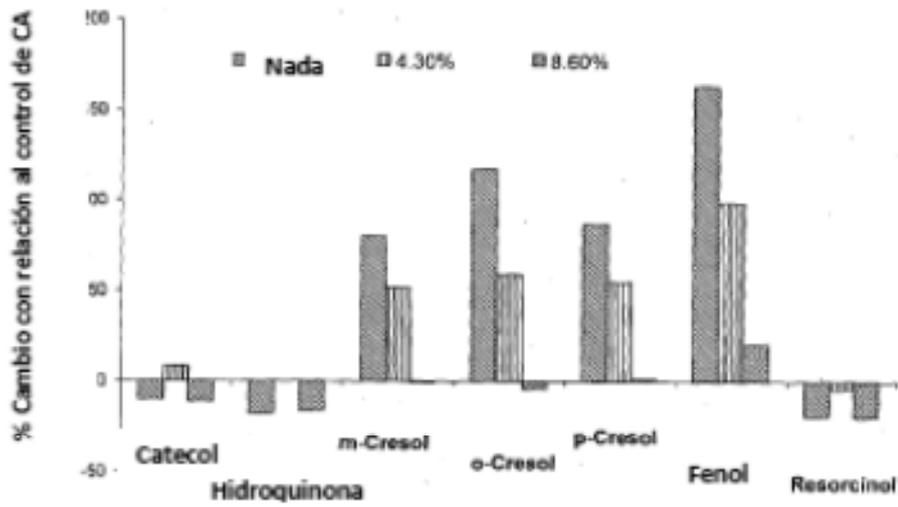


Figura 6

