

Даний винахід відноситься до високоєфективного сигаретного фільтра, який має механічну руйнувальність, на основі волокон або елементарних ниток з складних ефірів целюлози.

Більшість сигаретних фільтрів, що застосовуються у цей час, виготовляють з фільтруючого джгута, який складається з нескінченних сплутаних волокон 2,5-ацетил-целюлози. Для виробництва фільтруючого джгута пропускають приблизно 30%-ий розчин 2,5-ацетилцелюлози в ацетоні через багатоканальні екструзійні головки для екструзії тонких ниток, випаровують ацетон у прядильній шахті шляхом обдуву нагрітим повітрям, збирають велику кількість елементарних ниток (3.000-35.000) у джгут і потім цей джгут сплутують у відповідній камері. Після цього продукт сушать, збирають у нагромаджувач і потім пресують у пакунки вагою до 300-600кг. Загальна кількість фільтруючих джгутів, що виробляється цим часом у всьому світі даним способом, складає близько 500.000 тонн у рік, що підкреслює економічне значення процесу. Після транспортування фільтруючого джгута виготовлювачам фільтрів або сигарет, фільтруючі джгути витягують з пачки та обробляють на машині для виготовлення фільтруючих стрижнів, як це описане, наприклад, у патенті США №5,460,590, для одержання фільтруючих стрижнів. При цьому фільтр витягують у відповідному пристрої, вводять у нього добавку для проклеювання волокон, і після утворення трьохмірного фільтруючого стрижня вводять його за допомогою завантажувальної лійки у формуючий вузол, поперечно стискають, обгортають папером і розрізають на остаточні відрізки фільтруючих стрижнів.

Добавка, яка вводиться для проклеювання елементарних ниток, являє собою, як правило, висококиплячий розчинник ацетилцелюлози, наприклад, гліцеринтриацетат (триацетин), який після його додавання на короткий час розчиняє поверхню елементарних ниток. При цьому у тих місцях, де безладно стикаються дві елементарні нитки, через деякий час створюється жорстке місце склеювання, а надлишки мігрують у поверхню волокон, при цьому рідка крапля розчину 2,5-ацетату целюлози у доданому розчиннику затвердіває. Після деякого періоду витримки (менше однієї години) одержують, з умовою вищезазначеної міграції речовини, механічно міцні, з трьохмірною прошивкою фільтруючі стрижні (які нижче означаються як "об'ємний фільтр") з низькою щільністю (у цей час прийнято 80-120мг/см³), які завдяки їх жорсткості можна без ускладнень обробляти на сучасних сигаретних машинах з великими швидкостями.

Переваги даного способу полягають у високій ефективності виготовлення фільтруючих джгутів, у низькій вартості транспортування джгута від виготовлювача до кінцевого замовника та особливо у високій продуктивності при виготовленні фільтрів, яка не в останню чергу залежить від погонної довжини джгутів у пачках. Переробка фільтруючих джгутів проводиться на традиційних (комерційних) машинах для виготовлення фільтруючих стрижнів, наприклад, машинах KDF 3/AF 3 фірми Körber AG, Гамбург. Згідно з рівнем техніки, швидкість виробництва становить 600м/хв. Продуктивність виготовлення фільтрів може бути ще значніше збільшена при застосуванні описаної у DE-A-43 40 029 технології зведеного джгута та при застосуванні представленої у DE-A-43 20 303 технології виготовлення зведеного джгута. Ще одна перевага звичайного виготовлення фільтра обґрунтована тим, що шляхом зміни співвідношення швидкостей між підготовчим та формуючим вузлами, властивості фільтра у частині падіння тиску і тим самим ефективність фільтрування можуть змінюватися у широких межах при збереженні характеристик фільтруючого джгута. Крім того, за описаним способом можна шляхом зміни титру волокна або загального титру виготовити майже будь-яку кількість фільтрів з різною ефективністю (продуктивністю) фільтрування.

Для виготовлення об'ємних фільтрів у цей час широко застосовують 2,5-ацетат целюлози. Беручи до уваги дискусію про куріння та здоров'я, він має підтверджені високі властивості питомої утримуючої здатності. Так, наприклад, фільтр з ацетату целюлози фільтрує небезпечні для здоров'я нітрозаміни та феноли значно ефективніше, ніж конденсат та нікотин. Крім того, смак диму звичайних у цей час сумішей тютюну, наприклад, "American Blend", "German Blend" та "Virginia" у комбінації з об'ємним фільтром з ацетату целюлози оцінюється курцем як найбільш приємний. Інша неоцінима перевага об'ємного фільтра з 2,5-ацетату целюлози заснована на оптичній однорідності поверхні розрізу фільтрів.

Всі інші можливі полімери, з якими можна було б виготовити об'ємні фільтри за допомогою аналогічного способу, не змогли завоювати ринок внаслідок негативного впливу на смак диму, відсутності питомої утримуючої здатності, ускладнень із затвердінням та розрізанням джгутів на машині для виготовлення фільтруючих стрижнів, а також на сигаретній машині. Надзвичайно негативна оцінка присмаку диму та недостатня питома утримуюча здатність при застосуванні інших полімерів для виготовлення об'ємних фільтрів дають зрозуміти, що переваги даних фільтрів з ацетату целюлози причинно не пов'язані з фізичною конструкцією фільтра, а пояснюються адсорбційними властивостями 2,5-ацетату целюлози, які повинні себе виявити позитивно так само і у плоских фільтрах. Зрозуміло, об'ємні фільтри з 2,5-ацетату целюлози, незважаючи на їх безперечну перевагу на ринку, визначили деякі серйозні недоліки: опір потоку диму та фільтраційну здатність, які визначені для об'ємних фільтрів на основі конструктивних та фізичних даних. Фільтрування частинок або утримання конденсату "R_k" звичайного об'ємного фільтра являє собою функцію титру елементарних ниток (тонкість волокна), діаметра фільтра, опору потоку диму та довжини фільтра.

Дійсно:

$$R_k = f(dpf, D, l, \Delta P) \quad (1),$$

де:

dpf - титр волокна [dtex]

D - діаметр фільтра [мм]

l - довжина фільтра [мм]

ΔP - опір потоку диму [daPa]

Були проведені випробування для відображення взаємозв'язку між цими величинами за допомогою одержаних емпіричним шляхом рівнянь. Приклади цьому можна знайти у наступних друкарських виданнях: "Design of Cigarettes". C.L. Brown, Hoechst - Celanese Corporation, 3 Auflage, 1990 und Cable©: Capability Line Expert Copyright © 1994 by Rhodia Acetow AG, D-79123 Freiburg.

У тогочасній комп'ютерній програмі "Cable" для розрахунку фільтра застосовували наступну одержану емпіричним шляхом взаємозалежність:

$$R_k = 100 \cdot (I - D_k) \quad (2)$$

де D_k = фільтруюча здатність фільтра відносно конденсату, причому: $D_k = \exp(L \cdot A + B) \quad (3)$

$$A = K_1 - K_2 \cdot dpf \quad (4)$$

$$L = 21 - I \quad (5)$$

$$B = -(K_3 \cdot D^4 \cdot \Delta P + K_4 / dpf + K_5) \quad (6)$$

При цьому K_1 - K_5 є постійними, які розраховуються відповідно до застосованої суміші тютюну і кожний метод визначення утримуючої здатності визначається емпіричним шляхом. Іншими словами: для заданої довжини фільтра та встановленого діаметра ефективність (продуктивність) сигаретного фільтра однозначно визначається опором потоку диму фільтра та титром волокна типу фільтруючого джгута, що використовується.

Проводили також випробування з метою збільшення ефективності фільтрування об'ємних фільтрів із збереженням таких даних, як довжина, діаметр, опір потоку диму та титр волокна. Такий високопродуктивний фільтр описаний, наприклад, у DE-A-26 58 479, причому у цьому випадку збільшення ефективності досягається за рахунок додавання підвищуючих утримуючих здатність тонкодисперсних оксидів металів. Також однозначно визначений опір потоку диму об'ємного фільтра ΔP . Він залежить від діаметра D фільтра, його довжини l , титру волокна dpf , загального титру G [g/10exp4*m], а також від маси волокна m_A [г].

$$\Delta P = f(D, l, dpf, G, m_A) \quad (7)$$

Для заданого фільтруючого стрижня з опором потоку диму ΔP , діаметром D та довжиною l при застосуванні певного фільтруючого джгута однозначно визначається маса волокна. Зв'язок між масою волокна та опором потоку диму внаслідок різноманіття фільтруючих джгутів, що є у розпорядженні, розмірів фільтруючих стрижнів, здійснюваних різних залишкових звитостей не треба вважати математично обмеженням цим рівнянням. Але вищезгаданий джгут дозволяє розрахувати для кожної специфікації джгутів, залишкової звитості та розмірів фільтруючих стрижнів масу волокна для заданого опору потоку диму.

Маса волокна m_A фільтра визначається за допомогою залишкової звитості та загального титру наступним рівнянням:

$$I_R = 10.000 \cdot m_A / (G \cdot l) \quad (8)$$

При цьому залишкова звитість розуміється як співвідношення довжини звитих волокон до довжини фільтра. Залишкова звитість є характеристикою певного сигаретного фільтра. На основі можливих за допомогою рівня техніки значень залишкової звитості та загальноприйнятих у цей час титрів волокон для об'ємних фільтрів можна охарактеризувати загальну кількість об'ємних фільтрів співвідношенням маси волокна з опором потоку диму, співвіднесеним з титром волокна. У об'ємності фільтра співвідношення маси волокна та опору потоку диму S , яке відноситься до титру волокна, чітко визначено і це значення ніколи не перевищує 0,7 і тим самим являє собою характеристичну величину. Цю залежність можна виразити для об'ємного фільтра зі складного ефіру целюлози наступною формулою:

$$S = (m_A / AP_{7,8}) / dpf < 0,7 [10m/daPA] \quad (9)$$

причому для опору потоку диму повинне завжди застосовуватися значення, перераховане на діаметр 7,8мм. Для перерахунку придатне наступне рівняння:

$$\Delta P_{7,8} = \Delta P_x \cdot (D_x / 7,8)^{5,8} [daPA] \quad (10)$$

де індекс x означає діаметр дійсної проби.

Незважаючи на витікаюче звідси неймовірне різноманіття можливих об'ємних фільтрів, внаслідок різних обставин (рівняння 2) існують обмеження відносно реально досяжних утримуючих здатностей конденсату.

Технічно нескладно виготовляти фільтри з традиційними характеристиками фільтрувальних джгутів типу "Filter Tow" для сигарет "повного смаку" ("Full Flavour"), середніх та легких сигарет. Проблеми виникають, коли потрібна така ефективність фільтра необхідна для надлегких сигарет, яка збільшена на суттєво більш ніж 50% при звичайному діаметрі фільтра, який становить 7,80мм, та довжині фільтра 21-25мм. Оскільки дим в об'ємному фільтрі проходить паралельно напрямку волокон, цього можна досягнути тільки завдяки вираженому зниженню титру волокна, що при одночасному збереженні загального титру призвело б до явного підвищення опору потоку повітря. Отже, необхідно рівно зменшувати загальний титр та титр волокна для того, щоб різко зменшити твердість фільтра, особливо під час куріння. Це явище назване фахівцями «гарячим колапсом» ("Hot-collapse") і вважається абсолютно небажаним.

Регулювання питомої утримуючої здатності, що забезпечується добавками, можна здійснити тільки при порівняно високій основній утримуючій здатності. Так наприклад, WO 97/16986 описує антимутогенні добавки, які діють активно тільки у взаємодії з такою ж високою мінімальною утримуючою здатністю для нікотину. Ця вимога чітко обмежує спектр джгутів типу "Filter Tow", що застосовуються у WO 97/16986 (порівн. приклади на таблиці II, стор.13).

Іншим безперечним недоліком об'ємних фільтрів, виготовлених з ацетату целюлози, є їх погана механічна руйнувальність у навколишньому середовищі. Погана руйнувальність сповільнює розклад попадаючих у довкілля сигаретних фільтрів. Було доведено, що розклад волокон ацетату целюлози можна ефективно прискорити за допомогою різних заходів. Але всі ці заходи однаково направлені на поліпшення здатності до біологічного розкладу полімеру ацетату целюлози, але не на полегшення дезинтеграції фільтра. Заходи, описані, наприклад у DE-C-4322966 та DE-C-4322965, по суті обмежуються трьохмірним зшиванням волокон в об'ємному фільтрі. Тому розкладаючі матеріал фільтра мікроорганізми мають у відкритому ґрунті дуже малий доступ до волокон і тим самим до біологічного розкладу полімеру. Таким чином, хоча здатність полімеру до біологічного розкладу і поліпшена, її приглушує погана механічна руйнувальність об'ємних фільтрів.

Оскільки при вищезазначеному сплутанні волокон у камері мова йде про трьохмірне зшивання, то у пучку волокон, який утворюється при виготовленні фільтра без додавання затвердівача, а також і при використанні водорозчинних клеїв, як запропоновано у DE-C-4322966, відбувається трьохмірне зшивання, яке настільки значне, що і у цих випадках створюється помітна перешкода механічному руйнуванню фільтрів у навколишньому середовищі. Подібні обмеження діють і відносно фотохімічного розкладу волокон. Описане у EP-A-0716117 та EP-B-0732432 прискорення на практиці обмежено вищеописаними конструктивними

недоліками об'ємного фільтра.

Тому у EP-A-0880907 було запропоновано як можна більше перешкодити поперечному зчепленню шляхом застосування джгутів з надзвичайно низькою залишковою звистістю (дивися вище рівняння 8) у готовому фільтрі. Зрештою це досягається за рахунок різкого підвищення загального титру і тим самим збільшення ваги фільтрів. Природно, це приводить до збільшення опору потоку диму. Тому для компенсації високого опору потоку диму відповідно повинен бути підвищений титр волокна (див. приклад II).

Як наступний захід EP-A-0880907 описує часткове розрізання фільтра після його виготовлення та використання водорозчинних клеїв. Заради повноти опису потрібно згадати про те, що розкритий у EP-A-0880907 сигаретний фільтр, який руйнується, відповідає критеріям об'ємного фільтра відносно співвідношення маси/опору потоку диму $S < 0,7$, пов'язаного з титром волокна (приклад II: $S = 0,31 \text{ m/daPA}$).

Абсолютно відмінний спосіб виготовлення аерозольних фільтрів використовує як вихідний матеріал підкладку, наприклад, папір, прядильне полотно, текстильні тканини або нетканий матеріал (у подальшому такі фільтри означаються як "плоскі фільтри"). Такі фільтри долають вищезгадані обмеження відносно продуктивності фільтрування та дезинтеграції. При цьому виготовлювачі фільтруючого матеріалу виготовляють підкладку, намотують її на бобіни і потім направляють на обробку. Виготовлювач фільтрів та сигарет змотує матеріал з бобіни, змотує його у вигляді стрижня для того, щоб потім ущільнити його поперечно осі у формуючому вузлі машини для виготовлення фільтруючих стрижнів, обернути папером та розрізати на остаточні відрізки фільтруючих стрижнів. Додатково до цього підкладку, як правило, але не обов'язково, перед цією обробкою піддають звиванню у стрижень паралельно напрямку руху за допомогою гофруючого пристрою. Тим самим досягають, з одного боку, зменшення щільності матеріалу і, з іншого боку, збільшення падіння тиску (опору потоку диму) фільтра. Проте щільність упаковки відомих у цей час плоских фільтрів, дорівнює $120\text{--}300 \text{ mg}$ маси волокна/ cm^3 , значно вище щільності відомих об'ємних фільтрів з ацетату целюлози. Як правило, не здійснюють поперечного зшивання шарів волокнистої маси, так цього і не прагнуть.

Самий відомий плоский фільтр складається з паперу і, наприклад, входить на ринок від фірми Фільтрона, Гамбург, під торговим ім'ям Myria Filter (Mіріа Фільтр). У WO 95/14398 описаний фільтр з паперу зі штучних багатониткових («високофібрильних») целюлозних волокон ліоцельного волокна у суміші з волокнами целюлози або ацетатними волокнами. Крім того, WO 95/35043 стосується сигаретного фільтра з тканини, обробленої водяним голкопробиванням, яка також містить як складову частину волокна ліоцелу.

Нарівні із згаданими у названих заявках способами можна, зрозуміло, застосовувати всі відомі способи для створення підкладок у поєднанні з дуже цікавими по причинах їх діаметра волокон після фібрилування волокнами ліоцелу для виготовлення плоских фільтрів.

Всі ці фільтри добре розкладаються біологічно, що зумовлене легкою руйнівальністю, відсутністю зшивання поверхневих шарів та невеликою водостійкістю виробів, виготовлених у процесі виготовлення паперу. Після повторного намотування сигаретного фільтра у плоский виріб під впливом навколишнього середовища такий плоский виріб, на відміну від об'ємних фільтрів, які важко розкладаються, має порівняно суттєво більшу поверхню для мікроорганізмів, які підходять для біологічного розкладу. Інша суттєва перевага плоских фільтрів полягає у більш високій утримуючій здатності конденсату у порівнянні з опором потоку диму, відповідним об'ємним фільтрам. Ця більш висока продуктивність фільтрування пояснюється фізичною конструкцією плоских фільтрів і тому не залежить від застосованого фільтруючого матеріалу.

Однак, при використанні плоских фільтрів, в яких фільтруючий матеріал не складається з ацетату целюлози або складається з нього тільки частково, споживачами негативно оцінюється так само негативні смакові якості диму, наприклад, внаслідок наявності волокон целюлози. Крім того, ці фільтри, які складаються в основному з волокон целюлози, не мають типових для об'ємних фільтрів з ацетату целюлози високих показників селективної утримуючої здатності відносно фенолів та нітрозамінів.

Тому у минулому були також спроби запропонувати плоскі фільтри на основі ацетату целюлози. Так наприклад, DE-A-2744796 описує застосування так званого фібрету (волокнистого матеріалу) з ацетату целюлози у комбінації з волокнами ацетату целюлози та природними або синтетичними волокнами для виготовлення плоских фільтрів. Наприклад, US-A-3509009 описує застосування способу видування з розплаву (melt-blown) для виготовлення волокнистої маси для застосування у сигаретних фільтрах.

У DE-C-19609143 розкрито одержане видуванням з розплаву волокно для виготовлення сигаретних фільтрів, виходячи з термопластичного ацетату целюлози. Всі виготовлені з описаних матеріалів сигаретні фільтри мають ту перевагу, що продуктивність фільтрування (виміряна як здатність утримання нікотину або смоли) цих фільтрів відносно порівнянних за опором потоку диму з об'ємними фільтрами з ацетату глюкози значно вище, ніж у останніх. Крім того, відомо, що чистий ацетат целюлози не придатний для переробки у процесах з термічною обробкою полімеру. Виникаючі при цьому проблеми детально описані у D-EC-19609143.

Крім того, недоліком є також те, що внаслідок згаданої високої щільності фільтрів, витрата матеріалу є такою високою, що навіть при застосуванні дешевого вихідного матеріалу, наприклад, паперу на основі целюлози для паперу, ціна одного фільтра майже не відрізняється від ціни об'ємного фільтра з ацетату целюлози. Але фільтри стають значно дорожчими, якщо застосовувати плоскі фільтри з прядених нескінченних волокон. У цих випадках спочатку проводиться процес прядіння для виготовлення звитого джгута, який потім розрізається на волокна, які потім знову переробляються у додатковій робочій операції у плоский виріб як вихідний матеріал для виготовлювача фільтрів. Приклади такого способу дії описані у згаданому WO 95/14398 або також у DE-A-2744796.

У зв'язку з вищеописаними недоліками стає ясным, що технологія плоских фільтрів, виготовлених багатоступінчастим способом (прядіння, розрізання, виготовлення волокнистої маси) при обробці масових виробів (Full-Flavour або Light-Segment) ніколи не могла мати успіху.

Зовсім інший спосіб виготовлення плоских фільтрів з ацетату целюлози описує DE-A-1930435. У ньому звичайний фільтруючий джгут, виготовлений з нетермопластифікованих волокон ацетату целюлози, витягують з пакунка, розпрямляють у звичайній підготовчій деталі, розтягують та забезпечують звичайним пластифікатором. На відміну від звичайних способів обробки для виготовлення об'ємних фільтрів підготовлену

смугу з фільтруючих джгутів нагрівають у нагрівальному пристрої і потім термопластично зшивають за допомогою профільованого валка, що обігрівається, під тиском. Одержаний таким чином двомірний посилений плоский виріб захоплюють, ущільняють поперечно осі, об'язують папером та розрізають. У результаті утворюється, як описано у US-A-4007745, плоский фільтр з нескінченних волокон складного ефіру целюлози. Перевага способу полягає у тому, що він, вперше, з точки зору властивостей продукту фільтра, об'єднує переваги у частині здатності утримання нікотину та конденсату з перевагами полімеру ацетату целюлози у частині питомої утримуючої здатності та смаку. Перевагою є також одноступінчасте перетворення фільтруючого джгута, яке недорого коштує, у плоский фільтр. Однак фільтр відрізняється великою кількістю трикутних димових каналів, утворених волокнистою масою, яка має велику кількість прямокутних поглиблень. Інший недолік цієї конструкції фільтра полягає у тому, що трикутні канали, зокрема, при курінні добре видно, що робить їх помітними як оптичний недолік готових продуктів.

Представлений у DE-A-1930435 спосіб, а також відповідний сигаретний фільтр US-A-4,007,745 мають все-таки і інші значні недоліки: викликані термопластичним сплавленням волокон повністю сплавлені частини поверхні з низькою пористістю (див. фіг.2-6), які неефективні для фільтрування диму. Як наслідок, для цих фільтрів необхідна витрата матеріалу, яка значно перевищує даний об'ємний фільтр. Наприклад, у US-A-4,007,745 описані фільтри, витрата матеріалу в яких у два - два з половиною рази перевищує прийняті у цей час звичайні кількості (див. приклад 4-7).

Крім того, звивання у незатверділих частинах поверхні орієнтоване тривимірно (див. DE-A-1930435, фіг.6) з тим наслідком, що сусідні шари поверхні при поперечному осьовому ущільненні у фільтруючий стрижень знову частково зшиваються тривимірно. Це ще більш посилюється тим фактом, що внаслідок короткої термічної обробки фільтруючих джгутів перед термопластичним зшиванням волокнистого матеріалу нанесений для пластифікації пластифікатор ще не мігрував у волокно і тому, у відповідності з затвердінням об'ємних фільтрів з ацетату целюлози, сприяє склеюванню сусідніх шарів волокнистого матеріалу. При цьому потрібно знати, що в описаних у DE-A-1930435 продуктах, що застосовуються для пластифікації ацетату целюлози, мова йде про ті самі хімічні речовини, які застосовуються для затвердіння об'ємних фільтрів з ацетату целюлози у їх функції як розчинники.

Обидва названі останніми недоліки заважають повторному намотуванню плоских фільтрів у стрічку волокнистої маси. Відповідальні за це принципи відповідають принципам об'ємних фільтрів, що обговорювалися вище.

Інший недолік технічного рішення DE-A-1930435 заснований на тому, що стрічка з фільтруючих джгутів до моменту утворення волокнистої маси, як вже згадано, змочується затвердівачем, внаслідок чого поверхня стає дуже клейкою. Це приводить до склеювання на валі каландра і тому дуже утрудняє проведення процесу, зокрема, при швидкостях обробки >100м/хв.

Тим самим, в основу винаходу покладена задача виготовлення плоских фільтрів на основі нескінченних волокон складного ефіру целюлози, які не мають перелічених вище недоліків фільтрів, зокрема, описаних у US-A-4,007,745. Крім того, вони повинні також мати без трьохмірного зшивання достатню твердість, причому можливість їх механічного руйнування повинна відповідати можливості розкладу плоских фільтрів, виготовлених з волокнистої маси з короткими волокнами. При цьому твердість фільтра повинна бути орієнтована на потреби ринку. Крім того, плоскі фільтри повинні зберігати відомі з рівня техніки переважні або в окремих випадках, поліпшені властивості.

Згідно з винаходом вищезгадана задача вирішується високоефективним сигаретним фільтром з можливістю механічного руйнування на основі волокон або елементарних ниток складного ефіру целюлози, який відрізняється тим, що

a) віднесене до титру волокна співвідношення маси волокна та опору потоку диму S більше 0,7, причому величина S обчислюється за формулою:

$$S = (mA / \Delta P_{7,8}) / dpf [10m / daPA],$$
де mA означає масу волокна $[g]$, ΔP опір потоку диму $(daPA)$ та dpf титр волокна $(dtex)$ і для опору потоку диму застосовано значення, перераховане на діаметр 7,8мм,

b) залишкова звитість матеріалу фільтра не перевищує значення 1,45,

c) маса волокна становить максимально 10мг/мм довжини фільтра і

d) твердість сигаретного фільтра дещо перевищує 90% твердості фільтрона. Для виготовлення фільтра згідно з винаходом застосовують або термопластичний складний ефір целюлози у волокнах або елементарних нитках, або - у разі нетермопластичного складного ефіру - розчинний у воді склеювальний засіб. Якщо розглядати волокнистий матеріал, то дійсним є відповідне виконання також і для філаментного матеріалу, якщо це доцільне. (Відносно термопластичних властивостей похідних складного ефіру целюлози посилаємося на DE-A-19609143 у зв'язку з внутрішніми та зовнішніми пластифікаторами (S1 Z65 ff). Висловлені там твердження мають основоположне значення для розуміння наступних міркувань. Крім того, для визначення термопластів посилаємося на "Römpfs Chemielexikon, 8. перероблене та розширене видання, т.6, Franckh'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart 1988", стор.4229"). Для термопластичного волокнистого матеріалу зі складного ефіру целюлози можна розрізняти два випадки. У першому випадку волокнистий матеріал виготовляють з вже від природи термопластичного складного ефіру целюлози, наприклад, ацетобутирату целюлози. У ньому фільтруючий джгут можна переробити у фільтр згідно з винаходом без додаткових операцій. У випадку нетермопластичного вихідного полімеру, наприклад, 2,5-ацетату целюлози, його необхідно термопластифікувати добавкою відповідного пластифікатора. У цьому випадку пластифікатор повинен бути однорідно розподілений у волокнах. Однорідний розподіл пластифікатора у волокнах підтверджується різними методами. Це, наприклад: запис кінетики випаровування пластифікаторів. Для цього можна нагрівати пробку фільтра у потоку інертного газу та встановлювати кінетику випаровування по спаленню у полум'яно-іонізаційному детекторі, що є у продажу (ПІД). Кінетика випаровування рівномірно введенного у волокно пластифікатора завжди відрізняється у залежності від нанесеного на поверхню пластифікатора. Оскільки випаровування відбувається під дифузійним контролем, кінетика випаровування при

рівномірному розподілі завжди значно повільніша, ніж при поверхневому нанесенні. Інша можливість полягає у тому, щоб представити кінетику випаровування за допомогою диференціальної термогравіметрії. По-третє, рівномірний розподіл можна визначити за допомогою короткочасного способу екстракції у придатних для полімеру розчинниках з подальшим кількісним аналізом пластифікатора. Даний метод дає для однорідно розподіленого пластифікатора значно менше значення результату аналізу у порівнянні з пластифікатором, нанесеним тільки поверхово при однаковому відсотковому вмісті. Інша можливість якісно розрізняти поверхневі та рівномірно розподілені пластифікатори полягає у можливості дослідження за допомогою ближнього інфрачервоного відображення. Даний метод дає для однорідно розподіленого пластифікатора значно менше значення результату аналізу у порівнянні з нанесеним тільки на поверхню пластифікатором при однаковому відсотковому вмісті.

Для виготовлення фільтра згідно з винаходом фільтруючий джгут виймають з пакунка, пневматично розпрямляють та витягують прийнятим для об'ємних фільтрів способом. Перед власне операцією виготовлення фільтра проміжно створюється нетканий матеріал з можливо низькою твердістю у напрямку обох плоских осей. Несподівано виявилось, що це особливо вдається тоді, коли пластифікатор, необхідний для термопластифікації полімеру, рівномірно розподілений у волокні.

У рамках даного винаходу співвідношення маси волокна та опору потоку диму S , співвіднесене до титру волокна за вищезгаданою формулою більше 0,7. Якщо це значення нижче, то це приводить до значень утримуючої здатності, які мають місце у звичайних фільтрах з ацетату целюлози. Переважно співвідношення маси волокна та опору потоку диму S , співвіднесене з титром волокна складає максимально близько 2 і, зокрема, у межах 0,8-1,3. Якщо переважне значення близько 2 для співвідношення S перевищене, то даний продукт не відповідає бажаним вимогам економічності.

Відносно інших основних параметрів переважно дійсними є наступні типові умови:

Залишкова звітність IR фільтруючого матеріалу менше 1,45. Переважно залишкова звітність становить близько 1,05-1,4, зокрема, 1,1-1,3.

Маса волокна може містити у рамках суті винаходу максимально 10мг/мм довжини фільтра, зокрема максимально 9,0 мг/мм довжини фільтра та переважно не менше близько 4мг/мм довжини фільтра. Переважний діапазон становить приблизно 5-8мг/мм довжини фільтра. Якщо максимальне значення 10мг/мм довжини фільтра перевищене, то такий продукт вже не економічний. Переважно дотримується мінімальне значення близько 5мг/мм довжини фільтра. Якщо дана величина менше, то за рівнем техніки вже неможливо дотримувати необхідну мінімальну твердість сигаретного фільтра 90%. Граничне мінімальне значення твердості фільтра 90% орієнтоване на вимоги ринку. Твердість фільтра сигаретного фільтра згідно з винаходом може бути при цьому встановлена приблизно на 90-95%, зокрема, приблизно на 91-93%. (Визначення твердості фільтра: Циліндричний стрижень діаметром 12мм натискає своєю плоскою торцевою поверхнею вертикально з навантаженням 300г на встановлений горизонтально фільтруючий стрижень. Співвідношення стислого діаметра з одержаним до цього шляхом зіткнення вихідним діаметром дає відсоткові дані про твердість фільтра). Особливою перевагою виявляється те, що високоефективний сигаретний фільтр згідно з винаходом за тестом CBDTF через 10 тижнів тривалості тесту має втрату ваги мінімально 40%, зокрема мінімально близько 50мас%.

Опір потоку диму фільтра відповідно до винаходу складає переважно у межах 1-12daPA/мм довжини фільтра. Титр волокна застосованого фільтруючого джгута становить 1-20dtex.

Здатність до руйнування сигаретного фільтра згідно з винаходом підвищується внаслідок невеликої залишкової звітності IR. Ця незначна залишкова звітність зменшує поперечне зчеплення волокон всередині і між площинами і нетканим матеріалом. Залишкова звітність фільтра відповідно до винаходу, як пояснено вище, становить менше 1,45.

Для подальшого поліпшення здатності до механічного руйнування фільтра згідно з винаходом рекомендується виготовляти його зі смуг волокон багаторазової ширини відповідно до рішення DE 4340029. Відповідно до іншого варіанту виконання сигаретний фільтр можна виготовляти зі смуги волокна, яка перед введенням у штрангову частину машини для виготовлення фільтруючих стрижнів розділена на декілька смуг.

Нескінченні термопластичні волокна складного ефіру целюлози згідно з винаходом можуть містити ацетат целюлози, зокрема, 2,5-ацетат целюлози, бутират целюлози, ацетобутират целюлози, ацетопропіонат целюлози і/або пропіонат целюлози. Переважно нескінченні термопластичні волокна з ацетату целюлози згідно з винаходом мають ступінь заміщення близько 1,5-3,0, переважно близько 2,2-2,6.

Використані для термопластифікації застосованих складних ефірів целюлози та рівномірно розподілені у волокнах пластифікатори можуть бути вибрані з наступних груп: складний ефір гліцерину (зокрема, гліцеринтриацетат), карбонат етилену та пропілену, етил лимонної кислоти (зокрема, ацетилцитрат та триетилцитрат), складний ефір гліколю (зокрема, триетилглікольдіацетат (TEGDA) або диетилглікольдібензоат), карбовакс®, (зокрема, поліетиленгліколь з молекулярною вагою 200-14.000, виготовлений приблизно як на фірмі UCC, США), сульфолан (тетрагідротіофен-1,1-діоксид), ефір жирної кислоти (зокрема, триоктилфосфат, трифенілфосфат або триметилфосфат), складні ефіри фталевої кислоти (зокрема, диметилфталат, діетилфталат і/або діізодецилфталат) та суміші будь-якого складу з одного або декількох цих речовин.

Кількість пластифікуючих пластифікаторів і/або розчинних у воді клеючих засобів, що застосовуються, фахівець може без великих зусиль дізнатися з рівня техніки. Загалом вміст пластифікаторів і/або клеючих речовин складає від близько 1 до близько 40мас.%, в особливих випадках вміст пластифікатора може і перевищувати цю межу, не торкаючись технічною ідеєю винаходу.

Як розчинні у воді клеючі засоби, які переважно знаходяться на поверхні волокон, можуть застосовуватися звичайні висококиплячі розчинники, які застосовуються при виготовленні об'ємних фільтрів з ацетату целюлози, наприклад, поліалкіленоксида (наприклад, поліетиленгліколі, поліпропіленгліколі або сополімери з поліетилен- та поліпропіленоксиду, а також їх похідні), розчинні у воді складні або прості ефіри (а також складний ефір або простий ефір целюлози), крохмаль, похідні крохмалю, p-полівінілові спирти (частково або

повністю гідролізовані, а також їх похідні), простий ефір полівінілу (і його похідні), р-полівінілацетати і/або полісахариди, розчинні у воді поліаміди та оліоакрилати, тобто, накладаються на стрічку волокна.

У наступному переважному варіанті виконання винаходу волокна або елементарні нитки складного ефіру целюлози містять добавки у вигляді фотохімічних реакційних добавок, добавки, які сприяють біологічному розкладу, добавки з селективною дією утримуючої здатності і/або кольоровими пігментами. Як фотохімічна реакційна добавка переважно застосовується тонкодисперсний діоксид титану типу анатаза зі середньою величиною частинок менше 2мкм. Як добавки, які сприяють біологічному розкладу, потрібно особливо назвати: азотомісні речовини, природні або мікробні продукти розкладу яких вивільняють основні аміни (наприклад, сечовину та її похідні; олігопептиди та протеїни, наприклад, бета-лактоглобулін; продукти конденсації з карбонілів та амінів, як гексаметилентетрамін; а також азотомісні органічні гетероциклічні сполуки, зокрема, карбазол).

Переважними добавками з селективною утримуючою дією є речовини, які сприяють фільтруванню, названі, наприклад, у WO 97/16986. Переважно застосовуються органічні кислоти, наприклад, складні ефіри карбонової кислоти, багатоатомні феноли або похідні порфірину.

Тим самим завдяки відповідним заходам можна поліпшити високоефективні сигаретні фільтри відносно біологічного та фотохімічного руйнування у такій мірі, що в об'ємних фільтрах з рівня техніки це є можливим тільки відносно.

Пов'язані з винаходом переваги тим самим є різноманітними. Зокрема, велика перевага полягає у легкості руйнування фільтра згідно винаходу під впливом навколишнього середовища. Це можна значно поліпшити з точки зору біологічного та фотохімічного розкладу у порівнянні з відомими об'ємними фільтрами. Крім того, у порівнянні з об'ємними фільтрами, наприклад, з ацетату целюлози, виконується задача підвищеного утримання при однаковому опорі потоку диму, причому одночасно поставлені перед фільтром вимоги, зокрема, виготовлювачем сигарет, а також кінцевим споживачем, повністю виконуються. Завдяки змішуванню різних вихідних джгутів будь-якої величини волокон (титру волокон) можна, крім того, відповідно встановити оптимальний розмір площі та продуктивність фільтрування. Такий принцип роботи дозволяє також оптимізувати фільтр також відносно твердості його фільтрона. Крім того, за допомогою пластифікатора, який г, наприклад, триацетину, дозволяє домогтися впливу на смакові відчуття, причому одночасно значно менше пластифікатора переходить безпосередньо у дим. Внаслідок цього у високоефективному сигаретному фільтрі згідно з винаходом констатоване значне зменшення концентрації.

Нижче винахід описаний детальніше на прикладах, які не обмежують технічне рішення. У рамках розкриття винаходу фахівцеві зрозумілі нижченаведені приклади виконання.

Приклади:

Порівняльний приклад 1:

Як порівняльний приклад 1, який представляє прийнятий у цей час сигаретний фільтр (об'ємний фільтр), був виготовлений сигаретний фільтр з фільтруючого джгута 3,0 Y 35. Цей фільтр складається з титру елементарних волокон 3,33dtex та загального титру 38.889dtex, причому Y описує поперечний перетин елементарного волокна. Фільтри мають довжину 21мм при діаметрі 7,80мм. Вміст триацетину становить 7% (=8,5мг). Опір потоку диму становить 60daPA при масі використаного ацетату 107мг. Фільтри були оточені непориною паперовою оболонкою фірми Glatz (D-67468 Neidenfels) з позначенням F 796-28. Твердість фільтрона фільтруючих стрижнів становить 92,2%. У зв'язку з цим фільтр має нормоване за титром елементарного волокна співвідношення маси/опору потоку диму $S=0,54$ (10m/daPA). Ці фільтри були після цього досліджені за описаним нижче, розробленим робочою групою фірми CORESTA, методом випробувань (випробування CBDTF) відносно їх руйнування. Результати представлені у таблиці 1.

Матеріал для випробувань (10 фільтруючих вставок, вільних від паперу) був опромінений ксеноновим пальником при довжині хвиль більше 290nm. Інтенсивність опромінення визначали при 340nm та встановили у вигляді $0,35 \text{ Wm}^{-2}\text{nm}^{-1}$. Температура, виміряна стандартом білого, становить 55°C. Двічі у день проводять зрощування проб деіонізованою водою. Один раз у день проби піддають механічному навантаженню шляхом струшування чотирма сталевими кульками $M=16\text{г}$, $D=1,2\text{мм}$) у сталевій склянці. Один раз у тиждень після кондиціонування проб проводять визначення маси та вибірково об'єму. Для визначення утримуючої здатності конденсату фільтра фільтри довжиною 21мм були приєднані до тютюнового джгута "American Blend" та викурені по CORESTA №22 та 23. Фільтр Кембриджа і відділені від тютюнового недопалка фільтри були екстраговані у метанолі і після відповідного розбавлення призначені для ультрафіолетової спектроскопії для екстинкції розчинів при довжині хвилі 310nm. Після цього утримуюча здатність розраховується за наступною формулою:

$$Rk = E_{\text{Filter}} / (E_{\text{filter}} + E_{\text{cambridgefilter}})$$

У порівняльному прикладі 1 утримуюча здатність конденсату була 37,5%. Порівняльний приклад 2:

Фільтруючий джгут 3.0 Y 55 (титр волокна: 3.33dtex; загальний титр: 61.111dtex) був приготований на звичайному правильному двоступеневому верстаті KDF 2 фірми Наші, Гамбург, та зрощений 8%-ним триацетином. Після виходу з направляючого валка стрічка з фільтруючого джгута, що має мінімальну ширину 250мм, вводиться у пару валків каландра, яка нагрівається, та обробляється на каландрі з ефективним лінійним тиском 40кг/см. Профільовані валки каландра мають діаметр 230мм та ширину 350мм з канавками і мають 10 профільних канавок на 1см. Їх нагрівають силіконовим маслом до температури $205 \pm 3^\circ\text{C}$. Профіль канавок має трапецеїдальну форму з шириною у верхній частині 0,4мм та глибиною 0,45мм та з внутрішнім кутом 35° .

Після виходу з валка каландра виготовлений таким чином нетканий матеріал внаслідок введення у вхідне сопло складають у вигляді джгута та обгортають папером у діючій установці KDF2 фірми Körber, Гамбург, зі швидкістю джгута 70м/хв та розрізають на довжину 126мм фільтруючих стрижнів. Діаметр фільтруючих стрижнів встановлений на 7,8мм. Твердість фільтрона фільтруючих / стрижнів становить 89,5%. Потім з цих стрижнів нарізують фільтруючі вставки довжиною 21мм, які потім, як представлено у порівняльному прикладі 1, досліджують на їх руйнівальність (Результати наведені у таблиці 1). Опір потоку диму даних фільтрів

становить 51daPA при масі введенного ацетату 141мг. Тим самим пов'язане з титром волокна співвідношення маса волокна/опір потоку диму становить $S=0,83[10\text{m}/\text{daPA}]$. Утримуюча здатність конденсату, яка визначається як описано у порівняльному прикладі 1, становила 42,3%.

Підтвердження неоднорідності розподілу напilenого триацетину проводиться таким чином: виготовлену за три місяці до дати випробувань фільтруючу вставку довжиною 21мм вводять у сталеву трубу V2A, яка має внутрішній діаметр 7,5мм. Внутрішній діаметр сталеві труби зменшений з обох сторін за допомогою відповідних технічних засобів до діаметра 0,3мм. З боку входу вводять азотний газ зі швидкістю потоку 30мл у хвилину і на вихідній стороні з'єднують зі стандартним полуменево-іонізаційним детектором (FID). Трубку для проб нагрівають у нагрівальній печі зі швидкістю нагріву $75^{\circ}\text{C}/\text{хв}$ до температури печі 150°C . Зареєстрований сигнал полуменево-іонізаційного детектора (FID) досягає свого максимуму інтенсивності не пізніше ніж через дві хвилини і базисної лінії приблизно через 6 хвилин.

Приклад:

В універсальний змішувач з подвійними стінками загальним об'ємом 615л та з охолоджувальним та нагрівальним пристроями заповнюють 300кг пластівців ацетилцелюлози. Пристрій 1 для змішування виконаний суцільним з трьома лопатями у районі днища по колу і встановлений вертикально на привідний вал. Горизонтально відносно привідного валу встановлений суцільний дробильний пристрій 2 з чотирма лопатями, який запобігає агломерації під час подачі та розподілу пластифікатора і працює з окружною швидкістю 21м/сек (2890об./хв).

Змішувач 1 був запущений у роботу з окружною швидкістю 6,5м/сек. Протягом 10хв рівномірно подавали 65кг триацетину. Перед цим моментом включається дробильний пристрій 2. Далі протягом 12хв проводилося інтенсивне перемішування з метою внутрішнього змішування. Протягом наступних 20хв проводився нагрів до температури матеріалу 76°C . Ця температура підтримувалася протягом 5хв. Потім було зроблене безперервне охолодження до 20°C . Загальна тривалість впливу триацетину на пластівці становила 67хв. Потім змішувач був протягом трьох хвилин спорожнений з великою швидкістю. Одержаний даним способом продукт виявився дуже сипким та стійким до зберігання термопластифікованим гранулятом ацетилцелюлози і був перероблений за допомогою звичайного способу сухого формування у фільтруючий джгут 3,0 Y 55 [титр волокна 3,33dtex; загальний титр 61.111dtex].

Даний фільтруючий джгут був виготовлений на звичайному двоступеневому правильному верстаті KDF 2 фірми Naupі, Гамбург. На відміну від порівняльного прикладу 2 після витягу не наноситься додатковий пластифікатор. Після виходу з направляючого валика стрічку фільтруючого джгута з мінімальною шириною 250мм вводять у пару валків каландра, які обігріваються, та каландрують. Профільовані валки каландрів мають діаметр 150мм та ширину 550мм і мають 10 профільних канавок на 1см. Їх нагрівають силіконовим маслом до температури $180\pm 3^{\circ}\text{C}$. Профіль канавок трапецеїдальний з шириною угорі 0,4мм та глибиною 0,45мм і внутрішнім кутом 35°C . Після виходу з валка каландра виготовлену таким чином волокнисту масу складають у вхідне сопло у вигляді джгута та обгортають у RDF2 фірми Körber, Гамбург, при швидкості руху джгута 120м/хв, у папір та розрізають на довжину фільтруючих стрижнів 126мм. Діаметр фільтруючих стрижнів встановлений на 7,8мм. Твердість фільтра фільтруючих стрижнів становить 91,4%.

З даних стрижнів потім вирізають фільтруючі вставки довжиною 21мм, які потім, як показано у порівняльному прикладі 1, досліджуються на руйнівальність (результати об'єднані у таблиці 1). Опір потоку диму цих фільтруючих мундштуків становить 51daPA при масі волокна, що використовується, 156мг. Тим самим співвіднесене з титром волокна співвідношення маси волокна та опору потоку диму становить $S=0,92[10\text{m}/\text{daPA}]$. Значення утримуючої здатності, що визначається як у порівняльному прикладі 1, становило 44,1%.

Підтвердження рівномірності розподілу напilenого триацетину проводиться таким чином: Виготовлену за три місяці до дати випробування фільтруючу вставку довжиною 21мм вводять у сталеву трубку V2A з внутрішнім діаметром 7,5мм. Внутрішній діаметр сталеві трубки з обох сторін звужується за допомогою відповідних технічних засобів до діаметра 0,3мм. З боку входу вводять азотний газ зі швидкістю потоку 30мл у хвилину та з'єднують зі стандартним полуменево-іонізаційним детектором (FID). Трубку для випробувань нагрівають у нагрівальній печі зі швидкістю нагріву $75^{\circ}\text{C}/\text{хв}$ до температури печі 150°C . Зареєстрований сигнал FID досягає своєї максимальної інтенсивності не раніше ніж через чотири хвилини і лінії базису після приблизно 10 хвилин.

На таблиці представлені результати випробувань на руйнівальність за порівняльними прикладами 1, 2 і прикладом згідно з винаходом.

Таблиця 1

Тривалість випробувань у тижнях	Порівняльний приклад 1. Залишкова маса [%]	Порівняльний приклад 2. Залишкова маса [%]	Приклад Залишкова маса [%]
1	93	95	87
2	92	94	85
3	92	94	82
4	91	94	75
5	88	93	69
6	86	93	62
7	81	92	47
8	78	91	34
9	76	90	28
10	72	89	21

З вищенаведених даних таблиці видно, що руйнування виробу, виготовленого згідно з винаходом, із збільшенням тривалості експерименту значно перевищує значення порівняльних прикладів.

У таблиці 2 зібрані всі виміряні дані.

Таблиця 2

	Dpf	G	IR	Опір потоку повітря	Маса волокна	Діаметр	S	Твердий
	[dtex]			[daPA]	[мг]	[мм]	[10m/daPA]	[%]
Порівн. приклад 1	3,33	38,889	1,31	60	107	7,8	0,54	92,2
Порівн. приклад 2	3,33	61,111	1,09	51	141	7,8	0,83	89,5
Приклад	3,33	61,111	1,22	51	156	7,8	0,92	91,4