

90c/90

51.030/DK

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

100/90

A

-56256-

K i v o n a t

Papír burkolat dohányárúhoz, főleg cigarettához és
eljárás annak előállítására

PHILIP MORRIS PRODUCTS INC., EICHMOND VIRGINIA, US

A bejelentés napja: 1990.02.22.

Elsőbbsége: 1989. 02. 23. /315,388/ US

A találmány tárgya burkolat dohányárúhoz és el-
járás ilyen burkolat előállítására. A cigaretta /100/ bur-
kolatának /102/ szabályozható égési jellemzői vannak, ezen
belül a látható oldaláramú füst csökken. A burkolatban ci-
garettapapír és egy amorf, szervetlen vázszerkezet van,
ami gélből készül. A gél gélgyűrűként /101/ visszük fel
a cigarettapapírra.

/2. ábra/ - jellemző ábra, ~~4. ábra ábrát~~

h/

906/90

10:10:10 /20

51.030/DK

S.B.G. & K.
Budapesti Nemzetközi Ügyvédi
és Szabadalmi Iroda
10. Budapest, Dáskányi u. 10.
Telefon: 153-3733, 131-4200

Papír burkolat dohányárúhoz, főleg cigarettához és
eljárás annak előállítására

PHILIP MORRIS PRODUCTS INC., RICHMOND VIRGINIA, US

Feltalálók: KALLIANOS, G. Andrew, MIDLOTHIAN,
LILLY, A. Clifton Jr., CHESTERFIELD,
WHIDBY, F. Jerry, RICHMOND,
DWYER, W. Rowland Jr., RICHMOND,
VIRGINIA, US

A bejelentés napja: 1990. 02. 22.

Elsőbbsége: 1989. 02. 23. /315,388/ US

A találmány tárgya papír burkolat dohányárúhoz,
főleg cigarettához és eljárás ilyen burkolat előállításá-
ra. A találmány tárgya különösen egy oldási-gélezési vagy
"szol-gél" eljárással előállított gélek alkalmazása do-

hányárúk burkolatai égésének szabályozására. Az egyik kiviteli alak szerint az ezzel az eljárással előállított géleket papirrestra bevonatként visszük fel, mielőtt a papírt dehányárúk burkolatává alakítjuk. A találmány szerinti bevont papír burkolatok hasznosak, mivel csökkentik a látható oldaláramú füstöt és csökkentik vagy megátolják a dehányárúk burkolatainak égését. A burkolatok hasznosak a cegaretták tömegégési sebességének szabályozásában is.

A dohányárúk, így cigaretták egyik problémája az égés alatt keletkező oldaláramú füst mennyisége. Oldaláramú füst akkor keletkezik, amikor a cigaretta ég, de a dohányos nem szívja, például akkor, amikor a szivások között a cigarettát egy hamutartóra teszi. Az oldaláramú füstöt a nemdehányszók kifogásolhatják.

A cigarettákkal keltett oldaláramú füst mennyiségét megkísérelték csökkenteni. Bár ezek a módszerek csökkenthetik az oldaláramú füst mennyiségét, de nem nyújtanak a dohányos számára olyan cigarettát, ami ugyanúgy néz ki, ugyanolyan illata és íze van, mint a szokványos cigarettáknak.

Cline és társai 4,231,377 számú amerikai szabadalma ismerteti egy eljárást az oldaláramú füst csökkentésére, ami szerint bizonyos mennyiségű magnézium-oxidot vagy magnézium-hidroxidot speciális kémiai hatás erősítő adalékokkal kombinálva töltőanyagként vagy bevonatként a papirrostba visznek. A magnéziumsókat oldatként alkalmazták. Cline és társai egy másik, 4,433,697 számú ame-

rikai szabadalma szerint azonban a 4,231,377 számú amerikai szabadalom szerinti eljárással preparált papírból készült égő cigaretták hamura - lepergési hajlama miatt - elfogadhatatlan. A 4,433,697 számú amerikai szabadalom azt javasolja, hogy a hamu lepergési hajlamának csökkentése végett kerámia szálakat adjanak hozzá a papírpéphez. Ez az eljárás - a kerámia szálak jelentős költsége miatt - problematikus. További hátránya az ebben a szabadalomban javasolt eljárásnak az, hogy kerámia szálakat kell hozzáadni a papírpéphez. A kereskedelemben kapható cigarettapapírokat nem lehet gyártásuk után a javaslat szerint módosítani.

Owens 4,450,847 számú amerikai szabadalma fínon részecskeméretű magnézium-hidroxid gél alkalmazását javasolja a 4,231,377 és 4,433,697 számú amerikai szabadalomban javasolt magnézium-hidroxid helyett. Bár a 4,450,847 számú amerikai szabadalom a javasolt magnézium-hidroxidot gélként jellemzi, mégis megállapítja, hogy a gél tulajdonképpen "egy látszólag homogén szubsztancia vagy diszperzió, ami egy folyadékkal szoros kapcsolatban álló, igen kis részecskék aggregátumából áll és a gél a találmány szerint alkalmazott tömegegységekben valójában pelyhekké töredezett, amelyek a vizes közegben lebegnek" /3. lap, 62-68. sor/.

A 4,450,847 számú amerikai szabadalom szerinti magnézium-hidroxid gél magnézium-oxiddal vagy kalcium-karbonáttal és egy alkalmas kémiai hatás erősítő adalékkal együtt kell használni ugyanúgy, mint a 4,231,377

és 4,438,697 számú amerikai szabadalomban.

Hempl és társai GB 2 191 930 A számú szabadalomban nagy fajlagos felületű töltőanyagokkal előállított cigarettapapírt javasol. Ezek a cigarettapapírok - cigarettaburekként használva - a szabadalom szerint csökkentik az oldaláramú füstöt. Hasznosnak tartják az olyan töltőanyagokat, mint atapulgit agyag, gőzlögtetett vagy aktivált alumínium-oxid, kalcium-karbonát, gőzlögtetett szilícium-dioxid, valamint magnézium-peroxid, kalcium-peroxid és stroncium-peroxid. Hasznosak lehetnek más töltőanyagok is - így bizonyos fémek karbonátjai, foszfátjai, szulfátjai, aluminátjai és szilikátjai -, ha fajlagos felületük meghaladja a 20 m²/g értéket.

Az eddig említett szabadalmak szerinti módosított burkolatoknak - a korábban már jelzett problémákon kívül - komoly hátránya, hogy a magnézium-oxidot vagy magnézium-hidroxidot tartalmazó papírból készült cigaretták visszaszívások. Feltételezhető, hogy ezt az írt a felhasznált magnézium és egyéb vegyszerek erősen alkalis természete okozza.

Emellett a 4,231,377, a 4,433,697 és 4,450,847 számú amerikai szabadalomban és a GB 2 191 930 A számú szabadalomban alkalmazott részecskék mérete kritikus. Ha a részecskék túl kicsik, akkor kimoszulnak a burkolatból és kifogásolható por keletkezik. Ha a részecskék túl nagyok, akkor rontják a burkolat porózusságát és akadályozzák a dohány égő végének égését.

Találmányunk célja olyan burkolat kialakítása

dohányárúkhöz, ami lényegesen kisebb mennyiségű oldal-
áramú füstöt fejleszt, ami csökkenti vagy meggátolja a
dohányárúk burkolatának égését és ami a dohányárúval úgy
dolgozható össze, hogy annak külleme, illata és íze ugyan-
olyan, mint a szokványos dohányárúké.

Ezt a feladatot a találmány értelmében úgy old-
juk meg, hogy a kívánt égési jellemzőkkel rendelkező bur-
kolat előállítására, ami bedolgozható a hagyományos ci-
garettákéval megegyező küllemű, illatú és ízű dohányárú-
ba, szel-gél folyamatok alkalmazásával olyan fémoxid-fil-
met állítunk elő, ami felvihető egy cigarettapapírra és
a kívánt égési és szubjektív jellemzőket biztosítja.

A szel-gél eljárás a preparatív szilárdtest-
kémia lágy kémiai eljárása. A folyamat terméke egy amorf,
szervetlen vázszerkezet, Lásd általánosságban R. Roy
"Ceramics By The Solution-Sol-Gel-Route", Science, 238 sz.,
1664-69 oldal /1987/ és H. Schmidt, "Chemistry of Material
Preparation By The Sol-Gel Process", Journal of Non-
-Crystalline Solids", 100 sz., 51-64. oldal /1988/.

A találmány egyik kiviteli alakjánál a szel-
-gél eljárást arra alkalmazzuk, hogy kiválasztott fém-
oxidok géljét állítsuk elő és ezt szokványos cigarettá-
papír rostjainak felületére filmként felvigyük. Egy má-
sik kiviteli alaknál a találmány szerinti szel-gél eljá-
rással előállított gélből legalább gyűrűalakú szalagot
visszünk fel a cigaretta felületére és így olyan cigaret-
tát állítunk elő, amelynek tömegégési sebessége nullá-
hoz közeledik, ha egy előre meghatározott időtartamon

át nem szívják. Tömégégési sebességen a cigaretta időegység alatti súlyesökkenését értjük. Előnyös módon több diszkrét szalagot viszünk fel és mindegyik ilyen szalag lényegében körülveszi a dohányárú területét. Egy további kiviteli alaknál egy újszerű dohányárú burkolatát írjuk le egy egyidejűleg benyújtott, 1990. január 24-én közlötett, O 352 109 sz. európai szabadalmi bejelentésben. Erre a továbbiakban mint "ismertett típusú dohányárúra" hivatkozunk. Ezt módosítjuk a jelen szabadalom szerint előállított gélekkel, hogy megakadályozzuk ezen újszerű dohányárú burkolatának égését.

A találmány előbb említett és egyéb céljait és előnyeit a következő leírás ismerteti. Találmányunkat annak példaképpen kiviteli alakjai kapcsán ismertetjük részletesebben ábráink segítségével, amelyek közül:

- az 1. ábra az ismertett típusú dohányárú hosszmetsete;

- a 2. ábra a cigaretta nézeti képe, amelyen látható a jelen találmány szerinti gélgyűrű a burkolatra felvive;

- a 3. ábra a 2. ábrán látható cigaretta 3-3 vonal szerinti keresztmetsete;

- a 4. és 5. ábra olyan cigaretták tömegégési sebességének diagramja, amelyeknek burkolatára a jelen találmány szerinti gélgyűrűt vittek fel.

Az ábrákon az azonos hivatkozási jelek mindig ugyanazokat a részeket jelölik.

A szol-gél eljárás lehetővé teszi homogén fém-

oxid-gélek szintézisét. Ha ezeket a géleket dohányárúk burkolataira felvisszük, majd megszáritjuk, akkor filmeket képeznek, amelyek csökkentik a dohányzás közben keletkező oldaláramú füst mennyiségét. Emellett a szol-gél eljárással előállított, száritott filmek csökkentik a dohányárúk éghetőségét és ezért önkioltó cigaretták gyártására és arra alkalmazhatók, hogy lényegében megátolják az újszerű dohányárúk lángoló égését.

A szol-gél eljárás általában a következő lépésekből áll: egy fémoxid-elővegyület oldatának elkészítése, hidrolízis, kondenzálás vagy gélezés, formázás és száritás. Lásd R. Rey, "Ceramics By The Solution-Sol-Gel Route", Science 238.sz., 1664., 19669., 1665 oldal /1987/. A kondenzálási lépésben kapott gél állapotát a hidrolízis és formálás mértéke szabja meg. Így a szol-gél eljárás termékének specifikus morfológiáját úgy szabályozhatjuk, hogy a hidrolízis és a kondenzálás lépései folyamán beállítjuk a reagensek töménységét, a hőmérsékletet és a pH-t.

A találmány szerinti film elkészítése az alkalmas fémoxid-elővegyületek kiválasztásával kezdődik. Erre a célra előnyös alkoholátokat alkalmazni. Alkoholátokon kívül más elővegyületeket is lehet alkalmazni, így fémborát és fémszilikát sókat avagy szerves vagy szervetlen sókat vagy komplexeket.

A periódusos rendszer majdnem mindegyik fémének alkoholátját kipróbáltuk. Előnyös kiinduló anyagnak bizonyult az alumínium-alkoholát, kalcium-alkoholát,

magnézium-alkoholát és cirkónium-alkoholát. Más kiviteli alakoknál nátrium-alkoholátot és kálium-alkoholátot is lehet használni, de előnyös, ha ezeket más fémek alkoholátjával keverik. Ha a kívánt film magnézium-oxid, akkor előnyös a szol-gél eljáráshoz egy oldatot készíteni magnézium-alkoholát és egy alumínium-, titán- vagy cirkónium-alkoholát vegyítésével. A legelőnyösebb filmekben kalcium-oxid, alumínium-oxid és alumínium és magnézium keveréke, kalcium és alumínium keveréke és kalcium, magnézium vagy alumínium cirkóniumos keveréke van.

A fémalkoholátokhoz, például alumínium-alkoholáthoz és előnyös módon alumínium-szekunder butaláthoz vizet és alkalmas savat adunk, hogy a hidrolízist iniciáljuk és közben keverjük a keveréket. A találmány kereskedelmi jellegű kiviteli alakjainál célszerű a szol-gél eljárásnak ezt a részét iners atmoszférában, például nitrogénfüggöny alatt vagy nitrogénáramban végezni. A hidrolízis iniciálható lúgok hozzáadásával is, de a savak alkalmazása előnyösebb. A sav lehet szerves vagy szervetlen sav. Előnyösek a szervetlen savak, így sósav, foszorsav és salétromsav. Különösen előnyös a sósav. A találmány vonatkozik szerves savak, így ecetsav, borostyánkősav és citromsav alkalmazására is. A savasság vagy lúgosság növelése, valamint a hőmérséklet növelése gyorsítja a hidrolízis reakciókat. Előnyösek a mérsékelt feltételek, mivel ekkor a reakció jobban szabályozható.

A hidrolízis után a keveréket melegítjük és folytonosan keverjük, hogy iniciáljuk a kondenzálódást.

Sav vagy semleges só hozzáadása elősegíti a kondenzálódást és befolyásolja a keletkező gél viszkozitását. A sav lehet bármelyik sav, amit a hidrolízis során alkalmazunk. A semleges só lehet kálium-acetát, kálium-klorid, nátrium-klorid vagy nátrium-foszfát. A gélekben a fémoxid koncentráció előnyös módon 12% körül van és a viszkozitás 5 ... 20 centipoise a gélesítési lépés befejezése után. A legelőnyösebb gélek fémoxid-koncentrációja 16 ... 18%, a viszkozitás ezzel együttes növekedésével.

A gélesedés kívánt mértékének elérése után a keveréket hagyjuk lehűlni. A kapott gél - hígított vagy hígítatlan állapotban - filmként visszük fel cigaretta-burkolatban használandó papírrestekre. A gél a technikában ismert számos módszer bármelyikével fel lehet vinni. Előnyös módon a géleket a burkolatra enyvesőpréssel, rotációs mélynyomópréssel vagy késes mázológéppel visszük fel, bár kézzel is felvihetők. A gélnek a papírra történő felvitele után a gél szárítjuk, hogy a papíron egy film képződjön. Előnyös a gél 100 ... 150°C hőmérsékleten szárítani. A szárításra bármilyen ismert módszer alkalmazható, így a kontaktsszáritás egy felhevített felületen.

A találmányunk szerinti gélek alkalmazásával módosított papiroknak, mint dohányárúk burkolatainak, jobbak az égési jellemzőik, mint a kezeletlen papiroké. Ez jelentkezik az oldaláramú füst jelentős esőkkenésében, a lángoló égés előfordulásának esőkkenésében és ilyen igény esetén az égés teljes kiküszöbölésében.

Anélkül, hogy elméleti fejtegetésekbe belemennénk, feltételezzük, hogy a gélbevonatú papirok égésekor a kerámia összeroppan és egy hüvelyt képez a papír és a dohányárú végén lévő dohányhamu körül. Ennek a hüvelynek a szerkezeti integritása a megszáradt szol-gél film kereszttekésű strukturája által biztosított szilárdság révén fennmarad. A hüvely vastagsága, egyenletes borítása és porozitása - mind radiálisan, mind hosszirányban - meghatározza a dohányárú eredő égési jellemzőit.

A találmány egyik kiviteli alakjánál a cigarettát a szakmában jól ismert módszerekkel gyártjuk, kivéve azt, hogy a burkolatot olyan cigarettapapírból készítjük, amire a találmány szerinti gélből vékony, folytonos bevonatot viszünk fel. Ezt a bevonatot a cigaretta gyártása előtt fel lehet vinni a cigarettapapírra, például enyvesópréssel, rotációs mélynyomópréssel vagy késes mázológéppel. A találmány szerinti cigarettapapír alkalmazása cigaretták burkolataként esőkkenti az égés alatt kibocsátott oldaláramú füst mennyiségét a kezeletlen papírburkolatú cigarettákhoz képest.

A találmány másik előnyös kiviteli alakjánál a találmány szerinti gélből gyűrűalakú bevonatot viszünk fel a cigaretta burkolatának papírrostjaira úgy, hogy a cigaretta hossz tengelyére merőlegesen legalább egy különálló gyűrű helyezkedjen el. Így olyan cigarettát kapunk, amelynek égése megszűnik, ha egy előre meghatározott időtartamon át nincs aktív dohányzás, vagyis a dohányzó nem szívja a cigarettát. Előnyös módon több különálló szala-

got alkalmazunk, és mindegyik szalag lényegében körülveszi a dohányárú területét. Ezt a bevonatot előnyös gél alakjában felvinni, amit ezután szárítunk, hogy a papíron filmet képezzen. A gél felvihető közvetlenül a cigarettára vagy felvihető a cigarettapapírra enyvezőprésszel, rotációs mélynyomóprésszel vagy késes mázolóprésszel, amelyeket aztán a cigarettagyártásban lehet felhasználni. A kezelés eredménye olyan cigaretta, amelynek tömegégési sebessége a nullához tart, ha nem szívják, például ha szivások között hamutartóba teszik. Az az idő, ami szükséges ahhoz, hogy a jelen kiviteli alak szerinti cigaretta tömegégési sebessége a nullához közeledjen, a papírestokra felvitt film helyétől és vastagságától függően változik.

A találmány egy korábbi előnyös kiviteli alakjánál az ismertetett típusú dohányárú előállításához a találmány szerint gyártott cigarettapapírt használunk. Egy változat szerint a jelen találmány szerinti gélből 10 mm széles gyűrűt viszünk fel körülbelül 8 mm-re az újszerű dohányárú égő végétől. A gél megszáradása után kapott film védi ezeknek a dohányárúknak a burkolatát a hőkárosodástól, ideértve a szenesítő és lángoló égést.

Amint ez az 1. ábrán látható, az ismertetett típusú dohányárú egy 13 szopókából, egy 12 kösdarabból és a szopókával ellentétes végén lévő 11 aktívelemből áll. A 11 aktív elem légnemű anyagokat átengedő kapcsolatban van a 13 szopókával. A 11 aktív elemben van egy hővisszaverő, lényegében üreges 22 hüvely, amelynek van

egy belső 23 fala és egy külső 24 fala. A 22 hüvely egyik vége az égő végnél van, másik vége a 13 szopókához esik közelebb. A 22 hüvely külső falára, a hüvely elülső végénél egy visszaverő 15 zárósapkát lehet felcsiptetni. A 15 zárósapkán egy vagy több 16 lyuk van, amelyek levegőt engednek a 11 aktiv elembe. A 22 hüvely másik végére egy 27 tárcsát lehet tenni, ami elzárja a 11 aktiv elemet a 12 közdarabtól, de a légnemű anyagokat a 28 lyukon átengedi. Egy lényegében hengeralakú, szénttartalmú 20 hőforrás van a 22 hüvelyben, a hüvely elülső végének közelében. Előnyös, ha a 22 hüvelyben van egy vagy több fém 17 rögzítő, amelyek a 20 hőforrást felfüggesztve távol tartják a 22 hüvely belső 23 falától és így a hőforrás körül egy gyűrűalakú 25 teret határolnak. A 20 hőforrásban, lényegében annak középpontján átmegegy 206 járat, ami a légnemű anyagokat átengedi.

A 22 hüvelyben van egy 21 izbetét, amelynek egyik végét 17 rögzítő és a 20 hőforrás, másik végét szitászzerű 26 rögzítő tartja. A 26 rögzítő tartja a 21 izbetét pelletjeit, de átengedi a levegőt. A 21 izbetét sugárzó és konvekciós hőátadó kapcsolatban van a 20 hőforrással. A 11 aktiv elem és a 12 közdarab egymáshoz illeszkedik és a kettőt együtt burkolja a 14 burkolat.

A 13 szopókában lehet egy 29 szűrőrész és egy 30 dohányrúdrész. A 29 szűrőrész lehet egy cellulózacetát 201 szűrőbetét, amit a 202 betétburkolat burkol. A 30 dohányrúdrész lehet egy dohány 203 töltőanyag, amit a 208 betétburkolat burkol. A 29 szűrőrészt és a 30 do-

hányrúdrészt egymással összeillesztve együtt burkolja a 204 betétburkolat. A 13 szopókát együtt burkolja a 12 közdarabbal egymással összeillesztve a merevítő 205 papír. A 12 közdarab és a 11 aktív elem is együtt van burkolva.

Mikor a hőforrás meggyulladt és levegő megy át a dohányárún, akkor a levegő a 206 járaton áthaladva felmelegszik. A felmelegedett levegő átáramlik a 21 izbetéten és abból izesített aeroszol válik ki, amit a felmelegedett levegő a szopókához szállít.

A következő példák a találmány szerinti gélek elkészítésének és használatának specifikus módszereit mutatják be. Ezeket a példákat és a leírt speciális használati módszereket a találmány illusztrálásának kell tekinteni és nem jelentik azt, hogy a találmány ezekre korlátozódik.

Az 1. példa alumínium-oxid gélek előállítása ecetsavval. Mintegy 240 g /1 mol/ alumínium-szekunder-butílatot elkevertünk 50 ml-nyi 1N ecetsavat /0,05 mol/ tartalmazó 3 l desztillált vízzel. A keveréket két egyenlő részre osztottuk és mindkét részt felforraltuk. Az egész folyamat alatt és utána még 1,5 órán át mágneses keverő fűtőlapon állandóan kevertünk olyan mértékben, hogy a keverék felületén örvény képződjön. A keverék egyik részéhez hozzáadtunk 10 ml-nyit egy oldatból, ami 20 ml desztillált vízben oldott 0,486 g kálium-acetátot tartalmazott. A kálium-acetát oldatot cseppenként, 1 órán át adtuk hozzá. További 0,5 óra eltelte után mindkét ol-

dat forralását megszüntettük. A két keveréket összevegyítettük és ezt az összevegyített keveréket 80°C hőmérsékletre állítottuk be.

A 2. példa papírok bevonása szol-gél eljárás szerint előállított gélekkel. Kereskedelmi minőségű, kalcium-karbonáttal töltött cigarettapapírt /a P.H. Glatfelter Co. cég Eusta részlegének TOC 04242 jelű cigarettapapírját; cím P.O.B. 200, Pisgah Forest, NC 28768/ az 1. példában leírt géllel vontunk be. A géleket az egész bevonási művelet alatt 80°C hőmérsékleten tartottuk. A cigarettapapír íveket a gélbe merítettük és a felesleges gél-t hagytuk leesepegni a papírról. A papírokat film kialakítása végett mikrohullámú kemencében szárítottuk /Sharp Carousel, 650^{W} teljes teljesítmény középalaacsony beállításban/. A papírokat ezután a ráncok megszüntetése végett kézi vasalóval vasaltuk.

A 3. példa papírok bevonása szol-gél eljárás szerint előállított gélekkel. Kereskedelmi minőségű cigarettapapírt /az Eusta 04242 jelű cigarettapapírját/ az 1. példa szerint készített géllel vontunk be egy lépésben egy enyvezőprésses készülékben. A bevonat 3,5 ... 4% tömegnövekedést okozott. A bevont papírt a 2. példa szerinti mikrohullámú kemencében szárítottuk.

A 4. példa alumínium-oxid géllel kezelt burkolatú dohányárúk tesztelése. Az ismertetett típusú dohányárúkat a 2. és 3. példa szerint bevont papír burkolatokkal készítettük. A dohányárúkat egynyilású dohányzógépen teszteltük, minden 15 másodpercen egy 70 cm-es szívás-

sal. Mindegyik dohányárút meggyújtottuk és a dohányzó-
gépen négy szívást végeztünk, hogy a tényleges teszte-
lés előtt kialakuljon a dohányárúban a normális dohány-
zási hőmérséklet.

A külső papir burkolat égésének meghatározása
végett három tesztet végeztünk. Először egy öngyújtó láng-
ját körülbelül 1 mm-re hozzátartottuk a dohányárú égő vé-
géhez sztatikus égés közben. Másodszor egy öngyújtó láng-
ját közvetlenül a dohányárú égő vége alatt tartottuk szta-
tikus égés közben. Harmadszor egy öngyújtó lángját a do-
hányárú égő vége alatt tartottuk egy szívás közben,
hogy szimuláljuk egy már égő dohányárú meggyújtását. A
teszt közben vizuálisan figyeltük a dohányárú által lét-
rehozott oldaláramú füst mennyiségét.

Amikor az ismertetett típusú, az 1. példa sze-
rinti gélekkel kezelt burkolatú dohányárúkat az előbb le-
írt módon teszteltük, akkor megfigyeltük, hogy a burko-
latok lényegében égésállóak voltak, akár a 2. példa sze-
rint merítéssel, akár a 3. példa szerint enyvezőpréssel
vittük fel a géleket. Ha a burkolatok az 1. példa szerin-
ti géllal merítés után kezelt papírból készültek, akkor
nem észleltünk látható oldaláramú füstöt. Ha az 1. pél-
da szerinti gélt enyvezőpréssel vittük fel, akkor gyen-
ge oldaláramú füst volt észlelhető.

Az 5. példa aluminium-oxid gélek előállításá-
sával. Az eljárás megegyezik az 1. példával. Az elté-
rés az, hogy sósavat használunk. Mintegy 240 g /1 mol/
aluminium-szekunder-butilátot elkevertünk 30 ml-nyi

/0,03 mol/ 1N sósavat tartalmazó 3 l desztillált vízzel. Ugyanúgy, mint az 1. példában, a keveréket állandó keverés közben melegítettük a teljes oldódásig. A keveréket ezután két egyenlő részre osztottuk. Mindkét részt mágneses keverő fűtőlapra helyeztük és hirtelen 95°C hőmérsékletre melegítettük. További 1,5 órán át fenntartottuk a keverést és ezt a hőmérsékletet. Ezután 60 ml /0,06 mol/ 1N sósavat adtunk mindkét részhez. Az oldat hőmérsékletét 95°C -on tartottuk és a keverést folytattuk még 1,5 órán át. A két keveréket ezután összevegyítettük és ezt a keveréket 80°C hőmérsékletre állítottuk be.

A 6. példa az aluminium-oxid gélekkel kezelt burkolatok értékelése. Az 5. példa szerinti gélből filmet vittünk fel a 2. és 3. példában leírt, kereskedelmi minőségű, kalcium-karbonát töltésű cigarettapapírokra és ezekből az ismertetett típusú dohányárúkat készítettünk. A dohányárúkon elvégeztük a 4. példában leírt teszteket. Az 5. példa szerinti készült géllal kezelt papír burkolatok mind a három teszt-helyzetben ellenálltak a lángelő égésnek, akár merítéssel vittük fel a gél, mint a 2. példában, akár enyvezőpréssel, mint a 3. példában. A merítéssel kezelt papírokkal készült dohányárúknál nem észleltünk látható oldaláramú füstöt. Az enyvezőpréssel felvitt gél esetében a papírokkal készült dohányárúknál gyenge oldalirányú füstöt észleltünk.

A 7. példa hígított aluminium-oxid gélek készítése és felvitele cigarettapapírra. Nitrogén atmoszférában közelítőleg 52 g /0,2 mol/ aluminium-3-szekunder-

butilátot elkevertünk 6 ml /0,006 mol/ 1N sósavat tartalmazó 600 ml desztillált vízzel. Az oldatot magneses keverő fűtőlapra helyeztük és az oldatot állandó keverés közben gyorsan forrásba hoztuk, mint az 1. példában. A forralás és keverés közelítőleg 1 órán át tartott. Ezután 32 ml 1N sósavat /0,032 mol/ adtunk az oldathoz. A forralást és keverést még 5 percig folytattuk, majd a gél két egyenlő részre osztottuk.

A gél egyik részét tömény gélforrásként megtartottuk. A folyamat során készült gél másik részét 50:50 arányban desztillált vízzel hígítottuk. A jelen példa szerinti gél a 2. példában leírt cigarettapapírra vittük fel.

Készítettünk egy másik gélhigítást úgy, hogy 50 ml tömény gél adtunk 15 ml desztillált vízhez. Azonos papírmintát meritettünk ebbe a hígított gélbe és szárítottuk, mint a 2. példában. Végül azonos papírmintát meritettünk tömény gél-oldatba és szárítottuk, mint előbb. A papírt ezután kézi vasalóval vasaltuk a ráncok megszüntetése végett.

A 8. példa az oldaláramú füst mennyiségének csökkentése szokványos cigarettáknál. Cigarettapapírt /az Ecusta TOD 04242 és TOD 04244 jelű cigarettapapírt/ a 7. példa szerinti gélekkel kezeltünk különböző - 10:1, 5:1, 2,5:1, 1:1 és hígítás nélkül - hígításokban. Mindegyik hígítású gélből filmet vittünk fel a cigarettapapírra a 2. példában leírt módszerrel. A szokványos cigarettákat úgy készítettük, hogy ezekkel a bur-

kolatokkal kézíleg burkoltunk egy rúd kereskedelmi kevert /blend/ dohányt. Ezeket a cigarettákat egynyílású dohányzógépen szivattuk és a keletkezett oldaláramú füst mennyiségét fénykioltással értékeltük, összehasonlítva ezt a kezeletlen papírral készített cigaretták okozta fénykioltással, azonos feltételek között szivatva. Azok közül a cigaretták közül, amelyek a teszt alatt égve maradtak, a szol-gél eljárás szerint kezelt burkolatú cigaretták 21 ... 36%-kal kevesebb oldaláramú füstöt bocsátottak ki, mint a kezeletlen cigaretták.

A 9. példa magnézium-aluminát gélek készítése és cellulózrostok kezelése. Mintegy 120 g /0,5 mol/ aluminium-szekunder-butilátot elkevertünk 15 ml /0,015 mol/ 1N sósavat tartalmazó 1,5 l vízzel. A keveréket forrásba hoztuk és folytonosan kevertük, mint az 1. példában. A forralást és keverést addig folytattuk, amíg a keverék térfogata el nem érte a közelítőleg 870 ml-t. A keveréket ezután elosztottuk egy 150 ml-es részre és hat, egyenként 120 ml-es részre.

Az egyik 120 ml-es részt forrásig melegítettük, majd keverés közben hozzáadtunk 3,8 g /0,033 mol/ magnézium-etilátot. A magnézium-etilát teljes oldódása után annyi desztillált vizet adtunk hozzá, hogy az oldat térfogata 350 ml legyen, majd hozzáadtunk 12 ml /0,012 mol/ 1N sósavat. Ennek az oldatnak a pH-ja 12 volt és erős habosodás jelentkezett. Tömény /közelítőleg 12N/ sósavat adtunk hozzá cseppenként, míg a pH el nem érte a 4-et. A hozzáadott tömény sósav térfogata közelítőleg 8 ml volt.

A példa szerinti gél a 2. példa szerinti, kereskedelmi cigarettapapírra vittük fel és a papírt égési jellemzőinek tesztelése végett üreges esővé formáltuk. A jelen példa szerint készített géllal bevont cigarettapapír égésálló volt, amikor megkíséreltük nyílt lánggal meggyújtani.

A 10. példa kalcium-aluminát gél előállítása. Kalcium-etilát oldatot készítettünk úgy, hogy fém kalciumot abszolút alkohollal reagáltattunk, miközben az oldatot nitrogén atmoszférában hevítettünk. Egy 24,6 g-nyi /0,1 mol/ aluminium-szekunder-butilát mintát elkevertünk 50 ml /0,05 mol/ 1N abszolút alkoholos kalcium-etilát oldattal.

A kalcium-etilát és az aluminium-szekunder-butilát vegyítése után a keveréket elkevertük és 48 órán át állni hagytuk. A reakcióedény fenekén tüllakú kristályokat észleltünk. A felülúszót dekantáltuk és a kristályokat abszolút alkohollal mostuk. Állás közben a kristályok eltűntek és az oldat gél-konzisztenciájúvá vált. Elegendő 1N sósavat adtunk hozzá, hogy a pH-t 12-ről 8-ra csökkentjük.

Állás közben a felülúszó egy drappszerű alkoholos rétegre és egy zavaros kolloidrétegre vált szét. Az alkoholos rétegből 1 ml-t hozzáadtunk 0,1 ml 0,09N sósavhoz, hogy áttetsző gél kaptunk. Ezt a gél gyorsan leöblítettük 2 ml desztillált vízzel és kemencében kb. 150°C-on szárítottuk. A kapott fehér port szén tartórácsokra vittük fel és elemek elemzése végett, amihez letapogató

/pásztázó/ és átbocsátó elektronmikroszkópot használtunk. Erős kalcium és aluminium jelek voltak jelen. Feltelessük, hogy a jelen példa szerint készített gél kalcium-aluminát $/CaAl_2O_4/$ amorf vázszerkezete. Előzetes kísérletek arra utaltak, hogy a jelen példa szerinti gélbe merített lenrost papir égésálló.

A 11. példa titán-dioxid gél készítése. 50 ml-es főzőpohárba 17,52 ml $/0,3 \text{ mol}/$ abszolút alkoholt öntöttünk. A főzőpoharat jégfürdőbe helyeztük. A főzőpohárba nitrogéngáz áramot irányítottunk. Mágneses keverővel erősen keverve 11,16 ml $/0,1 \text{ mol}/$ titán-tetra-kloridot esepgettünk a főzőpohárba. Ennek befejezése után a főzőpoharat kivettük a jégfürdőből. A keveréket még 2 órán át kevertük. Ezután a keveréket későbbi felhasználásra tároltuk.

A 12. példa papirok bevonása szol-gél eljárással készített gélekkel és a papirok értékelése. A 11. példa szerinti, megszilárdult gélből mintegy 0,6 g-ot oldottunk 25 ml 70%-os etanolban. Kereskedelmi minőségű, lenrost cigarettapapír mintákat vontunk be a 2. példában leírt módon. Az egyik mintát egyszer merítettük és száradni hagytuk. Egy másik mintát egyszer merítettünk, száradni hagytuk, ismét bemerítettük és száradni hagytuk. A harmadik mintát kétszer merítettük be, majd mikrohullámú kemencében szárítottuk a 2. példában leírt módon. A pásztázó elektronmikroszkópon készült felvételek azt mutatták, hogy a 11. példa szerinti gél egyenletes bevonatot eredményezett a bemerített papirok felületén.

A 13. példa cirkónium-gélek készítése. 32,72 g /0,1 mol/ cirkónium-izopropilátot 200 ml izopropanolban oldottunk. Mágneses keverő fűtőlapon keverve hozzáadtunk mintegy 108,5 ml izopropanolt, ami 8 ml jégcsövet tartalmazott, és hozzáadtunk 3,6 ml desztillált vizet. A keveréket ezután állandó keverés közben melegítettük, mint az 1. példában. 5 percen belül gél keletkezett.

A 14. példa alumínium-oxid gél készítése sósavval. 15 ml 1N sósavat adtunk 1500 ml desztillált vízhez. A sav és víz keverékét 70°C -ra melegítettük. Mintegy 120 g /0,5 mol/ alumínium-szekunder-butilátot adtunk hozzá. Ezt a keveréket keverés közben 95°C -ra hevítettük. Az oldat hőmérsékletét 95°C -on tartottuk és a keverést folytattuk az egész szekunder-butilát elpárolgásáig. Ez közelítőleg 2 órát vett igénybe. Ekkor 30 ml /0,03 mol/ 1N sósavat adtunk hozzá. A hőmérsékletet tartottuk és a keverést addig folytattuk, míg 400 ml végső térfogatot értünk el.

A 15. példa alumínium-oxid gél készítése sósavval. Mintegy 240 g /1 mol/ alumínium-szekunder-butilátot elkevertünk 30 ml /0,03 mol/ 1N sósavat tartalmazó, a keverés előtt 70°C -ra melegített 1600 ml vízzel. A keveréket folytonos keverés közben hirtelen 95°C -ra hevítettük és mintegy 2,5 órán át ezen a hőmérsékleten tartottuk. Ennek az időnek a letelte után 60 ml 1N sósavat adtunk a keverékhez. Az oldat hőmérsékletét tartottuk és a keverést folytattuk minnaddig, mint 500 ml végső térfogatot értünk el.

A 16. példa a tömegégési sebesség csökkenése.

Szokványos cigarettákat a 14. példa szerint készített géllal kezeltünk. Amint a 2. és 3. ábrán látható, a 100 cigarettát 101 gélgyűrűvel vontuk be. A 101 gélgyűrűt kézzel, ecsettel vittük fel a 100 cigaretta 102 burkolatára. A gyűrű központja 32,5 mm-re volt a 100 cigaretta égő 103 cigarettavégétől. Egy cigarettasorozatot 4 mm széles gyűrűvel, egy másik cigarettasorozatot 5 mm széles gyűrűvel vontunk be. A gyűrűk szélességét a cigaretta hossz tengelyével párhuzamosan mértük. A bevont cigarettákat levegőn szárítottuk, míg a gélek a cigarettákon filmeket képeztek.

Mindkét sorozat cigarettáit ezután egyedileg teszteltük úgy, hogy meggyújtottuk és serpenyős mérlegre helyeztük. Mértük az égő cigaretta tömegének változását az idő függvényében. A 4. és 5. ábrán látható mindkét sorozat egy-egy cigarettájának időbeli tömegváltozása. A 4. ábra mutatja az eredményt 4 mm-es gélzalag felvitele esetén, az 5. ábra 5 mm-es gélzalag felvitele esetén.

A 4. és 5. ábrán lévő vonalak meredeksége adja meg a cigaretta tömegégési sebességét, vagyis azt, hogy egy adott égési idő alatt mennyi a tömegvesztés. A 4. és 5. ábrán a 0 másodperc időnél kezdődő, negatív meredekségű tömegégési sebessége azt mutatja, hogy a meggyújtás után mindkét cigaretta tömegvesztése állandó. A tömegégési sebesség azonban csökken, amikor az égő szén eléri a cigaretta burkolatán lévő filmgyűrűt. Ezt

a pontot mindkét ábrán "A"-val jelöltük. A 4. ábrán ez a változás közelítőleg 197 másodperc elteltével következett be. Az 5. ábrán ez a változás közelítőleg 263 másodperc elteltével következett be. A meredekségnek ez a változása mutatja, hogy a filmgyűrű akadályozza a cigaretta égését.

Amint a 4. ábrán látható, a "B" pontnál, közelítőleg 455 másodperc letelte után, miután a cigaretta átégett a filmgyűrűn, a tömegégési sebesség ismét nő. Az 5. ábrán azonban a "C" pontnál, közelítőleg 417 másodperc elteltével, a tömegégési sebesség nullához tart, jelezve, hogy a cigaretta elaludt. A tömegégési sebesség vonalainak összehasonlításából így nyilvánvaló a filmek különböző szélességének hatása. 4 mm széles filmgyűrű esetén a cigaretta égve marad, miután az égő szén átégett a filmgyűrű teljes szélességén. 5 mm széles filmgyűrű esetén viszont a cigaretta égése megszűnik, miután az égő szén eléri a filmgyűrűt, de még a gyűrű átégése előtt.

Szabadalmi igénypontok

1. Papír burkolat /102/ dohányárúhoz, amely burkolatban adalékanyag van, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az adalékanyag egy amorf, szervetlen vázszerkezet.
2. Az 1. igénypont szerinti papír burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az amorf, szervetlen vázszerkezet legalább egy gyűrűalakú szalag.
3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti papír burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az amorf, szervetlen vázszerkezetet szol-gél eljárással állítjuk elő.
4. A 3. igénypont szerinti papír burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a szol-gél eljárással előállított amorf, szervetlen vázszerkezetet legalább egy fémoxid elővegyületből állítjuk elő.
5. A 4. igénypont szerinti papír burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a fém a fémoxid elővegyületben alumínium, titán, cirkónium, nátrium, kálium, kalcium vagy magnézium.
6. Az 5. igénypont szerinti papír burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az amorf, szervetlen vázszerkezetet filmként vesszük fel.
7. Az előző igénypontok bármelyike szerinti papír burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az amorf, szervetlen vázszerkezet előállítási folyamata a következő lépésekből áll: legalább egy fémoxid elővegyület oldatának elkészítése; a fémoxid elővegyület hid-

rolizálása szol létrehozása végett, a szol kondenzálása gél létrehozása végett és a gél szárítása.

8. A 7. igénypont szerinti papir burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a kondenzálás folyamán a szol pH-ját sav hozzáadásával csökkentjük.

9. A 7. igénypont szerinti papir burkolat /102/, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a kondenzálás során semleges söt adunk a szolhoz.

10. Eljárás dohányárúk papir burkolata égési jellemzőinek módosítására, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy legalább egy fémből szol-gél eljárással gélt állítunk elő, a gélt papirrostockra visszük fel és a papirrostockon lévő gélt megszárítjuk.

11. A 10. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a gél előállítása során legalább egy fémoxid elővegyületből oldatot készítünk, az oldatot hidrolizissal szollá alakítjuk és a szolt kondenzáljuk, hogy gél képződjön.

12. A 11. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a fémoxid elővegyület egy fémalkoholát.

13. A 11. vagy 12. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a hidrolizist úgy hozzuk létre, hogy az oldathoz savat adunk.

14. A 13. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a sav sósav, ecetsav, citromsav, borostyánkősav, foszforsav vagy salétromsav.

15. A 11. vagy 12. igénypont szerinti eljárás,

a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a szol kondenzálása során semleges savat adunk az oldathoz.

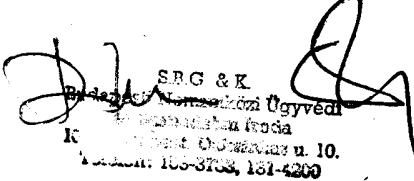
16. A 15. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a semleges só kálium-acetát, kálium-klorid, nátrium-klorid vagy nátrium-foszfát.

17. A 10.-16. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a gél alumínium-oxidból, magnézium-aluminátból vagy kalcium-aluminátból készül.

18. Burkolat 102/ dohányárúkhöz, amely burkolatban papirrostop és egy adalékanyag van, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az adalékanyag alumínium-oxid, cirkónium-oxid, titán-oxid, kalcium-oxid, magnézium-aluminát vagy kalcium-aluminát.

19. Az ismerttetett típusú dohányárú, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az 1.-9. vagy 18. igénypont szerinti burkolattal van ellátva.

A meghatalmazott


SRG & K
Béla György Nemzetközi Ügyvéd
Közvetítő és Jogi Szolgálat
Közvetítő és Jogi Szolgálat u. 10.
Telefon: 185-3732, 181-4200

Alkalmazott hivatkozási jelek

11	aktiv elem	100	cigaretta
12	közdarab	101	gélgyűrű
13	szopóka	102	burkolat
14	burkolat	103	cigarettavég
15	zárósapka	I	
16	lyuk	201	szűrőbetét
17	rögzítő	202	betétburkolat
I		203	töltőanyag
20	hőforrás	204	betétburkolat
21	izbetét	205	papír
22	hüvely	206	járat
23	fal	208	betétburkolat
24	fal		
25	tér	Ábraszövegek:	
26	rögzítő	1/	súly
27	tárcsa	2/	4 mm-es szalag
28	lyuk	3/	teljes idő = 860 másodperc
29	szűrőrész	4/	5 mm-es szalag
30	dohányrúdrész	5/	teljes idő = 798 másodperc
I			

A



S.B.G. & K.
Budapesti Nemzetközi Ügyvédi
és Szabadalmi Iroda
101. Budapest, Dalmányi u. 19.
Telefon: 182-3753, 131-4200

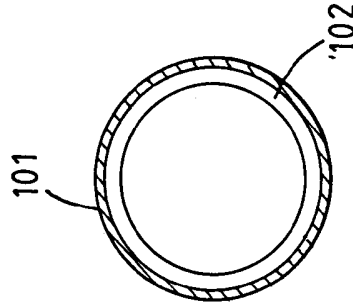
306/90

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

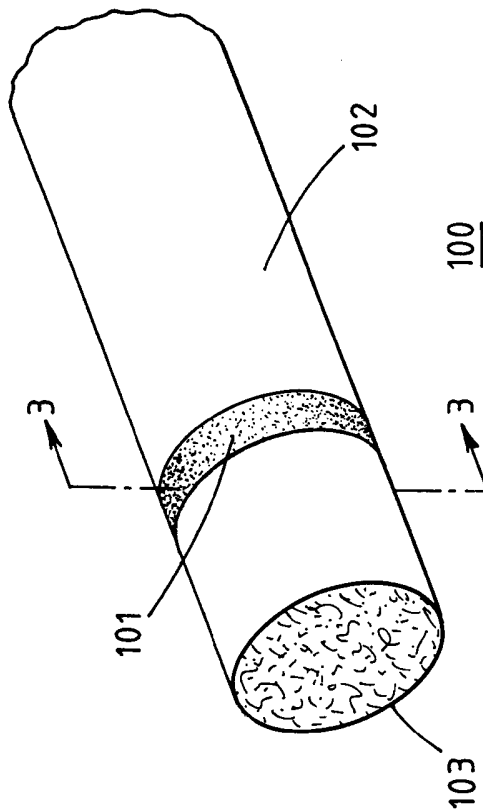
1332

4/2 A

-56256-



3. ábra



2. ábra

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

J8C

4/3

A

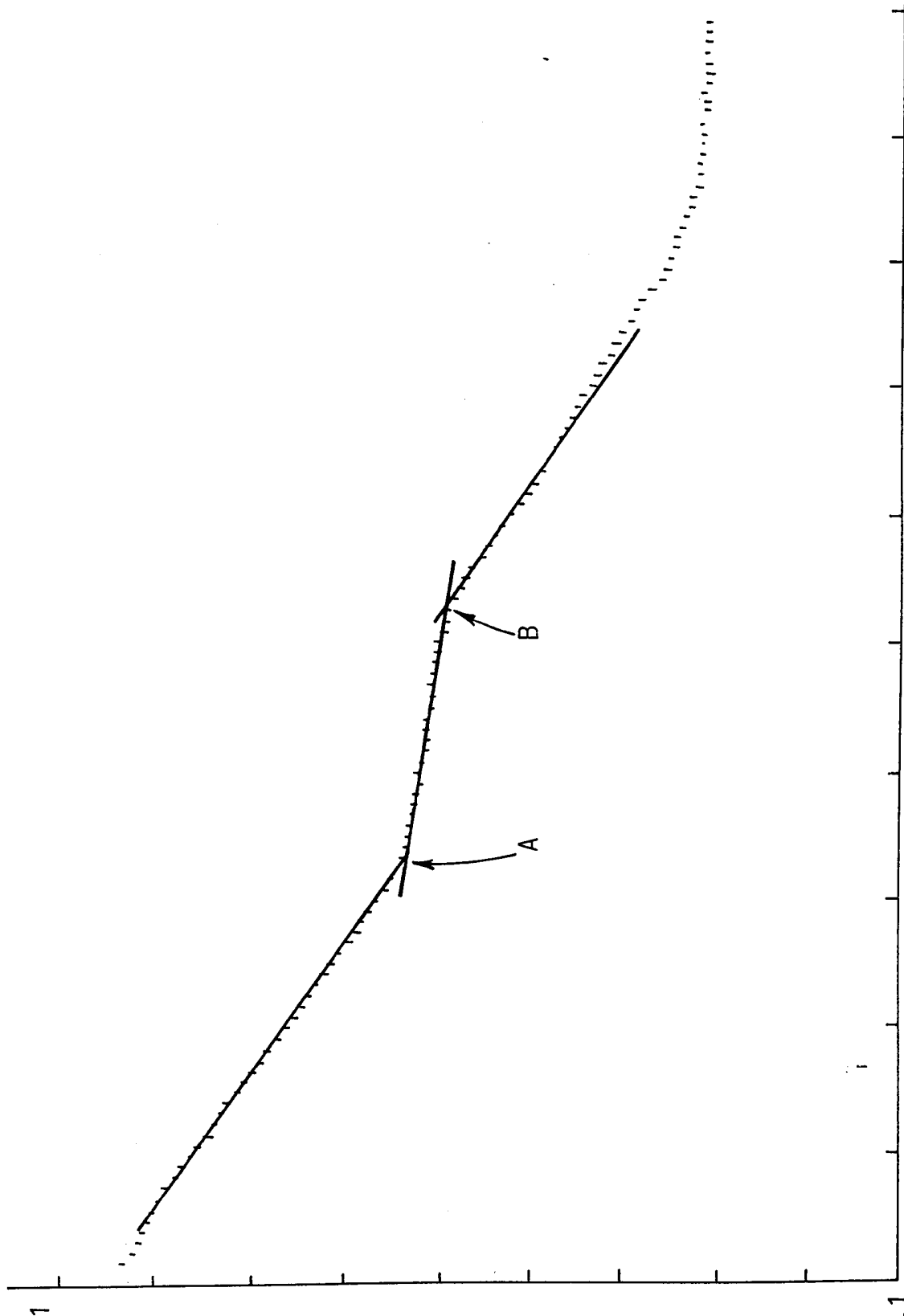


FIG.4

SBC & K
Budapesti Nemzetközi Ügyvédi
és Szabványügyi Iroda
106 Budapest, Dalmatinás u. 10.
Telefon: 133-7333, 131-4900

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

5832

A

4/4

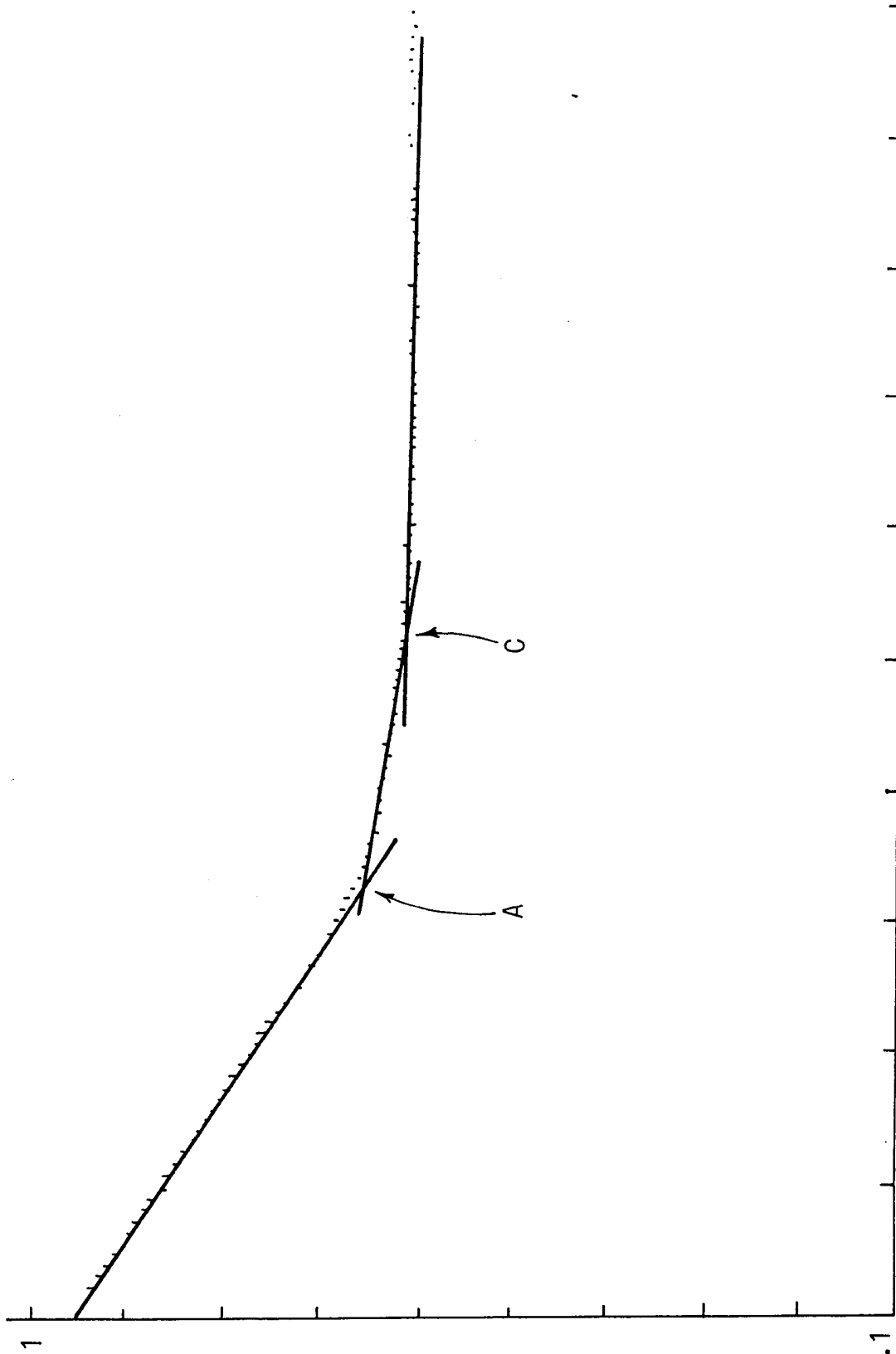


FIG. 5

[Handwritten signature]