

(19)



(10)

LT 4447 B

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patent numeris: **4447**

(51) Int. Cl.⁶: **A24D 3/10**
A24D 3/14

(21) Paraiškos numeris: **98-063**

(22) Paraiškos padavimo data: **1998 05 07**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1998 10 26**

(45) Patent paskelbimo data: **1999 01 25**

(86) Tarptautinės paraiškos numeris: **PCT/EP96/04733**

(86) Tarptautinės paraiškos padavimo data: **1996 10 31**

(85) Nacionalinės procedūros pradžia: **1998 05 07**

(31, 32, 33) Prioritetas: **19541873.5, 1995 11 09, DE**

(72) Išradėjas:

Eberhard Teufel, DE
Wolfgang Sexauer, DE
Rolf Willmund, DE

(73) Patent savininkas:

RHODIA ACETOW AG, Engesserstrasse 8, D-79108 Freiburg, DE

(74) Patentinis patikėtinis:

Rita Laurinavičiūtė, 5, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Cigaretė su filtru

(57) Referatas:

Išradime aprašyta cigaretė su filtru, kurios filtras turi savyje skaidulinę medžiagą ir priedą, antimutageniškai veikiantį cigaretės dūmus. Priedo kiekis sudaro mažiau nei 15% filtro medžiagos skaidulų svorio. Išrūkant tos pačios rūšies, bet neturinčios jokio priedo, neventiliuojamą cigaretę su filtru, nikotino sulaikymas filtre RN (%) (nustatomas pagal rekomenduotą CORESTA metodą Nr.9) tenkina sekančią formulę: $R \geq 100 \times (1-D)$, kur $D = \exp(A \times B + C)$, su $A = 21 \text{ mm}$ - filtro ilgis (mm) filtrų ilgiams $\leq 25 \text{ mm}$, arba, kitaip $A = -4 \text{ mm}$ filtro ilgiai $> 25 \text{ mm}$, $B = 9,3 \times 10^{-3} (1/\text{mm})$ ir $C = -(d^4 \times \Delta p \times K + L)$, kur d = filtro skersmuo (mm), Δp = filtro hidraulinis pasipriešinimas dujų srovei (mm WS), $K = 1,0228 \times 10^{-6} (1/(\text{mm}^4 \times \text{mm WS}))$ ir $L = 0,2334$. Ames testo matavimų su bakterijų štamu TA 98 metu nustatyta, kad šis filtras gali nufiltruoti mutageniškai veikiančias medžiagas mažiausiai 10% geriau, nei kitas medžiagas, esančias dūmuose.

Išradimas skirtas cigaretei su filtru, kuris turi savyje priedą, veikiantį antimutageniškai cigaretės dūmus.

Iš maisto produktų gamybos technologijos yra žinomos medžiagos, turinčios antimutageninį poveikį. Kuriant šias technologijas buvo nustatyti ir ištirti daugelis esančių maisto produktuose mutagenų ir jų nusodinimo mechanizmai (žr. P.Grasso, C.O.Hare; Chemical Carcinogens ACS Monograph (ir E.Searle ed.), American Chemical Society, Washington (1976), S. 700 - 728). Efektyviausiais mutagenais, esančiais produktuose, šandien laikomi kai kurie proteinų pirolizės produktai, tokie kaip, pavyzdžiui, junginiai T₁-P₁, T₂-P₂, Glu-P₁, Glu-P₂ arba JQ (žiūr. K.Wakabayashi, M.Nagao, H.Esumi, T.Sigimura; Cancer Research, 52. (1992), S. 2092 - 2098). Tokiuose mutageniškumo testuose, kaip specialistams gerai žinomame Ames teste (Ames et.al., Methods for Detecting Carcinogens and Mutagens with the Salmonella/Mammalian - Microsome Mutagenicity Test., Mutat. Res. 31, S. 347-364 ir C. Smith et. al.; Mutation Research, 279, (1992), S. 61-73), pasireiškia ekstremaliai didelis mutageninis potencialas. Tokios rūšies junginiai gyvuose organizmuose gali labai efektyviai vandens aplinkoje prisijungti prie daugumos augalinės kilmės maisto produktų ir, būdami netirpiais vandenyje kompleksiniais junginiais, efektyviai keisti medžiagų apykaitą. Kaip antimutageniškai veikiančios medžiagos yra aprašyti, pavyzdžiui, chloro - filinas ir heminas ir jiems giminingi dariniai (žr. R.Dashwood, D.Gno; Enviromantal and Molecular Mutagenesis, 22, (1993), S. 166-171, S.Arimoto, H.Hayatsu; Mutation Research, 213, (1989), S. 217-226, o taip pat Kato ir kt., Mutation Research, 246, (1991), S. 169-178).

Specialistų pasaulyje gerai žinomas mutacinis cigarečių dūmų poveikis nustatomas Ames testu. Tačiau neaišku ir ginčytina, kokios gi medžiagų grupės sąlygoja cigarečių dūmų mutageninį poveikį. Taip, pavyzdžiui, yra išvardijami policikliniai aromatiniai angliavandenniai ir įvairūs nitroaminai (žr. E.L.Wynder ir D.Hoffmann: "Smoking and Lung Cancer: Challenges and opportunities", Cancer Research, 54, S.5284(1994)), tačiau kai kurios darbo grupės galėtų aiškiai parodyti, kad poveikį Ames teste parodo tos medžiagos, kurių

mutageninis potencialas cigarečių dūmuose turėtų būti nevertas dėmesio, nes koncentracijos šių medžiagų įprastinių cigarečių dūmuose iš viso yra per mažos, kad galima būtų paaiškinti standartinių mutageniškumo testų metu gautus efektus. Nors specialistai vis dar ginčijasi, didindami kiekį įrodymų, kad dūmų kondensatų aktyvumas Ames teste (bakterijų štamai TA 98 ir TA 100) iš esmės priveda prie policiklinių aromatinių aminų susidarymo, degant tabakui (žr. R.S.Lake ir kiti; "Fresh whole smoke mutagenicity assay with YG salmonella strains", pranešimas padarytas 48-oje tabako cheminių tyrimų konferencijoje (48 Tobacco Chemist's Research Conference) 1994 m. rugsėjo mėn. 25-28d.d., ir M.Nitsuko et al.; Jpn.I.Cancer Res., 77, (1986), S. 419-422).

Yra daug straipsnių, kurie siūlo įvairius priedus, galinčius specifiškai pakeisti tam tikras dūmuose esančias medžiagas. Išradime DE-PS 1300854 aprašytas rūgštaus anglies rūgšties alkilesterio panaudojimas, kaip priemonė polimerinio tinklo sudarymui ir įtvirtinimui. Šio patento aprašyme yra pasiremta keliais kitais straipsniais apie organinių rūgščių panaudojimą, kaip priedą filtruose tam, kad specialiai padidinti nikotino sulaikymą juose. Svarbu šiose koncepcijose yra tai, kad priedas tuo pat metu veikia ir kaip plastifikatorius, ir tuo gali palengvinti pramoninę filtrų gamybą. Tačiau išradime DE-PS 1300854 nėra jokių įrodymų, kaip galima būtų iš cigarečių dūmų pašalinti mutagenines medžiagas. Tas pats galioja ir patento DE-OS 4320384 aprašymui, kur kalbama apie organinių rūgščių panaudojimą kaip priedą filtruose.

Aprašyto išradime DE-PS 1300854 priedo filtrui Filter Tow efektyvumas buvo parodytas filtrui iš paprasto audinio titro su daugiau kaip 3dtex (denje). Tačiau apie galimą biologinio aktyvumo pakeitimą cigarečių dūmų Ames teste nėra jokių duomenų nei išradime DE-PS1300854, nei išradime DE-OS 4320384.

Išradimuose DE-OS 2527234, JP 50-125100 ir JP 51-32799 aprašytas Cyklodekstrino, o būtent β -Cyklodekstrino, panaudojimas nikotinui filtruoti. Šį priedą galima tiesiai įnešti į filtrą iš celiuliozės acetato arba granulių pavidalu talpinti į kamerinius filtrus. Aprašyti gana dideli kiekiai, nuo 30 iki 80 mg vienam filtrui pagal abu japoniškų išradimų aprašymus ir "svarbiausiai ir išimtinai" pagal išradimo DE-OS 2527234 duomenis. Apie galima dūmų biologinio aktyvumo pakeitimą nieko nepranešama.

Išradime US-PS 5409021 aprašytas dviejų arba trijų kamerų cigarečių filtras, kur kameros užpildytos ligninu. Pavyzdžiuose išvardintas efektyvus lignino kiekis siekia nuo 22 iki 66 mg. Šis žinomas filtras efektyviai veikia nikotiną, benzpireną, CO, metalus ir tabakui specifinius nitroaminius. Biologinio aktyvumo pakeitimas pagal Ames testą (TA 98) neaptariamas. Panaudoto priedo kiekiai sudaro nuo 20 iki 50% filtro audinio skaidulų svorio.

Išradime EP-A-0 493026 aprašytas celiuliozės acetato filtro impregnavimas (n, N'- bis/3- trietoksililpropil) tiokarbamido monomeru su koncentracija nuo 6 iki 15%. Ši priemonė sąlygoja padidintą filtro efektyvumą prieš policiklinius aromatus, metalus ir būdingus tabakui nitroaminius. Nieko nepasakoma apie naudojamų filtrų sulaikomasias savybes. Taip pat nėra jokių išvadų apie poveikį į dūmų biologinį aktyvumą Ames testo (TA 98) metu.

Rusijos patente 2010546 aprašytas išradimų EP-A-0 493026 ir US 5409021 doktrinų kombinacija.

Patentai US-A-5 275 859, EP-A-0 346 648, WO-A-91/12737 ir WO-A-87/00734 apima priedų įvedimą į filtro medžiagas nikotino sulaikymui pagerinti. Šie aprašymai neduoda jokių pakankamų duomenų apie filtro medžiagų diametrą ir/arba panaudotą tabako mišinį. Šie dydžiai turi didelę reikšmę nikotino sulaikymui filtre. Žinomos koncepcijos, todėl gali būti papildomos ir yra galimas tiesioginis palyginimas su cigaretėmis, toliau pateikiamomis išradime.

Išradime JP-5-23159 aprašytas cigarečių filtras su priedu iš fenolikdilatono. Čia aptariamas ir jo antimutageninis poveikis. Priedo kiekiai, rekomenduojami išradime, sudaro nuo 1 iki 10 mg vienam filtrui. Tokio priedo antimutageninis poveikis pagal Ames testą (TA 98) nenurodomas.

Išradime EP-A-0246330 aprašytas mutageniškumo pokytis Ames teste (TA 98); naudojant aktyvuotą celiuliozės pudrą, celiuliozinę jonų kaitos medžiagą arba celiuliozę su hemino priedu pudros pavidalu. Pavyzdyje aprašytas tik kamerinis filtras. Pudros kiekis, kuris reikalingas tam, kad specifinį mutageniškumą pakeisti daugiau nei 10%, siekia apie 15% nuo naudojamų filtrui medžiagos skaidulų svorio. Priedas turi būti įterptas tarp monofiltro acetato skaidulų. Apie šios priemonės efektyvumą nepateikta jokių smulkmenų.

Bandymai parodė, kad esant priedo kiekiui daugiau nei 10 mg vienam filtrui, Ames teste (TA 98) galima pasiekti daugiau nei 10% poveikio.

Šio išradimo uždavinys yra pasiūlyti auksčiau aprašyto tipo cigaretę su filtru, kurioje tabako dūmai filtruojami taip, kad išmatavus po Ames testo su štamu TA 98, mutageniškai veikiančios medžiagos nufiltruojamos geriau, negu kitos medžiagos, esančios dūmuose su selektyvumu mažiausiai 10%, o ypatingu atveju daugiau negu 20%. Be to, išradime pateiktas ypatingai geras būdas priedą įterpti į filtrą.

Šiame išradime šis uždavinys išsprendžiamas, naudojant cigaretę su filtru, kuris turi savyje priedą, antimutageniškai veikiančią cigaretės dūmus, ir kuris:

a) turi audinio skaidulų pavidalo medžiagą,

b) turi priedą, kurio kiekis yra mažesnis nei 15% skaidulų masės,

c) rūkant to paties tipo, bet neturinčią filtre jokio priedo, neventiliuojamą cigaretę, gaunamas nikotino sulaikymas R_N (%) (nustatoma pagal CORESTA, rekomenduotinas metodas Nr.9), kuriam galioja ši formulė:

$$R_N \geq 100 \times (1-D),$$

kur

$$D = \exp(A \times B + C),$$

$$A = 21 \text{ mm} - \text{filtro ilgis (mm), kai filtro ilgiai} \leq 25 \text{ mm, arba}$$

$$A = -4 \text{ mm filtro ilgiams} > 25 \text{ mm,}$$

$$B = 9,3 \times 10^{-3} \text{ (1/mm) ir}$$

$$C = -(d^4 \times \Delta p \times K + L)$$

kai d = filtro diametras (mm),

Δp = filtro hidraulinis pasipriešinimas dujų srovei (mm WS),

$$K = 1,0228 \times 10^{-6} \text{ (1/(mm}^4 \times \text{mm WS)) ir}$$

$$L = 0,2334.$$

Kaip jau buvo paminėta, filtro konstrukcija turi lemiamą reikšmę. Įtikinamai parodyta, kad priemonių pagal išradimą efektyvumui būtinas mažiausias sulaikymas, kuris šiandien įprastų cigarečių filtrams pasireiškia tik retai. Siūlomo išradimo rėmuose nikotino sulaikymas filtre yra tas sulaikymas, į kurį reikia orientuotis.

Cigaretės filtro filtravimo geba priklauso ne tik nuo filtro medžiagos savybių, bet ir nuo filtro matmenų, tokių kaip filtro skersmuo ir filtro ilgis, bei nuo dujų slėgio kritimo filtre (cigarečių gamyboje tam, kad pažymėti slėgio kritimą, naudojamas hidraulinio pasipriešinimo dujų srovei terminas).

Filtro būtiną filtravimo gebą ir ypatingai šiuo atveju nikotino sulaikymą empiriškai galima išreikšti šia lygtimi:

$$R_N \geq 100 \times (1-D),$$

kur R_N yra nikotino sulaikymas (procentais), o D yra filtro pralaidumas nikotinui. Nikotino pralaidumas filtrui yra išreiškiamas sekančia lygtimi:

$$D = \exp(A \times B + C),$$

kur kintamasis dydis A aprašo filtravimo gebos priklausomybę nuo filtro ilgio. Dydis A nustatomas atimant faktinį filtro ilgį l iš King- Size cigaretės filtro ilgio l_0 .

$$A = l_0 - l,$$

esant l - filtro ilgiui mm ir $l_0 = 21\text{mm}$ = King- Size cigaretės filtro ilgiui.

Kadangi yra įtikinamai nustatyta, kad uždavinio išsprendimui pagal išradimą esant filtro ilgiui daugiau nei 25 mm, minimalus filtro sulaikymas neturi augti augant filtro ilgiui, tai esant filtro ilgiams virš 25mm, naudojama A vertė yra (-4) mm.

B yra pastovus dydis, kurio reikšmė buvo nustatyta tokia: $B = 9,3 \times 10^{-3}$ (1/mm).

Kintamasis dydis C aprašo filtravimo gebos priklausomybę nuo filtro skersmens ir jo hidraulinio pasipriešinimo dujų srovei:

$$C = -(d^4 \times \Delta p \times K + L),$$

kur d = filtro skersmuo (mm),

Δp = filtro hidraulinis pasipriešinimas dujų srovei,

$K = 1,0228 \times 10^{-6}$ (1/(mm⁴ × mm WS)),

$L = 0,2334$,

K ir L - pastovūs dydžiai, išreiškiantys medžiagos konstantas, sąlygojančias minimalų sulaikymą sutinkamai su aukščiau nurodytomis vertėmis.

Minimalaus sulaikymo nustatymui reikalingam cigaretės išrūkymo procesui buvo naudojamas CORESTA Monitor Zigarette Nr.2 (Palygink Coresta Approved Monitor Nr.2 (CM2) firmos "Borgwald technik" D- 22525, Hamburg).

Bet kadangi šis gaminytis skirtas tik vienai skersmens reikšmei, tai, esant kitoms cigarečių skersmens reikšmėms, buvo naudojami tabokiniai štrangai iš identiško tabako (flue cured), popierius štrangams, kasingas ir tabako sutankintojas. Kadangi nikotino sulaikymas nepriklauso nuo štrango metmenų ir nikotino sulaikymas cigarečių filtruose, naudojant flue cured tabaką yra identiškas kondensato sulaikymui (G.Lipp: Beitrage zur Tabak forschung 3, 109 (1965)), tai sulaikymo nustatymo būdas yra nekritikuotinas.

Cigarečių, siūlomų išradime, filtruose naudojamų skaidulinių medžiagų rūšis irgi nekritikuotina. Kalbant apie šias medžiagas, galima siūlyti skaidulas iš polipropileno, viskozės, poliesterio ir ypač iš celiuliozės, ypatingai tinka šiuo atveju celiuliozės acetatas. Tokias skaidulines medžiagas galima naudoti Tows arba Vlieses tipo filtruose. Didelis pranašumas gaunamas tuo atveju, jeigu Tow filtras padaromas iš celiuliozės acetato. Tuo atveju, kai filtras yra Vlies tipo, geriausia, kai jis būtų sudarytas iš popieriaus, bet ir tokiam filtre gali būti naudojamos firiliuotos celiuliozės skaidulos arba taip vadinami "Meltblown-Vliese" ir "Spinnvliese". Viename Tow tipo filtre iš celiuliozės acetato yra štapelio skaidulų ir/arba audinio titro mažiau nei 3dtex, dažniausiai nuo 1,0 iki 2,7dtex. Tokiu atveju pasiekiamas ypatingai geras filtravimo poveikis.

Norimo filtravimo poveikio padidinimas pasiekiamas tuo, kad filtras yra ventiliuojamas. Tolimesniam filtro platesniam paaiškinimui galima pasiūlyti išradimą EP-B-0 368065. Iš jo galima sužinoti, kad ventiliuojamose cigaretėse lakių, ypač lakių kartu su vandens garais, medžiagų nusėdimas didėja augant ventiliacijos stiprumui. Išradimo rėmuose esančiam ventiliacijos stiprumui naudingiausi dydžiai yra mažiausiai 15% ir ypatingai nuo 20 iki 70%.

Priedui, dedamam į cigaretes su filtru, siūlomas kiekis, mažesnis nei 15% nuo filtro audinio skaidulų masės. Toks nedidelis kiekis yra nelauktas ir yra įmanomas tik dėl ypatingų filtrų konstrukcijų, kurios išvardintos išradime. Ši vertė, tinkamai pasirinkus priedą, gali būti dar žymiai sumažinta. Taip, pavysdžiui, atskiru atveju yra įmanoma ir pageidautina, jeigu priedo kiekis yra mažesnis negu 10% ar net mažesnis nei 7% nuo filtro audinio skaidulų masės. Minimaliu dydžiu reikia laikyti apie 0,5% nuo filtro audinio skaidulų masės. Čia galima naudingai panaudoti įvairias junginių grupes, kurios galėtų selektyviai

veikti amino rūgščių arba proteinų pirolizės produktus. Tuo pat metu yra pašalinamas ir junginys $T_r - P_1$, jau paminėtas anksčiau, ryšium su maisto produktų gamybos technologija. Kalbėti galima būtų ypač apie: a) priedą rūgšties pavidale, jos druską ir/arba rūgštaus anglies rūgšties esterio pavidale, b) priedą makromolekulinio, hidrofilinio organinio junginio pavidale, turinčio vidines tuštumas tam, kad kompleksiskai pririšti mažamolekulinės medžiagas, c) priedą fenolinių junginių ir/arba kompleksus sudarančių medžiagų, skirtų mažamolekulinėms medžiagoms, pavidale. Į šias grupes junginių patenka pirmiausia šios: grupė a): rūgštus citrinos rūgšties esteris (šie junginiai veikia tuo pat metu ir kaip plastifikatorius celiuliozės acetatui ir be to juos be problemų galima naudoti dozuoiant ypač sumaišant su kitais plastifikatoriais), suberininė rūgštis, rūgštūs maleirinės, fumarino arba adipino rūgščių esteriai, ypač alkilo rūgšties esteris, tarp kurių labiausiai priimtini metilo ir etilo esteriai, b) priedas poli- ir/arba oligosacharidų pavidale, ypač aktyvuotų celiuliozių ir krakmolo pavidale, ir/arba ciklodekstrinas, pagaudautina β -ciklodekstrinas, o taip pat gamtinio proteino pavidale, ypatingai β -Lactoglobulino pavidale, c) priedas fenolidilactono pavidale ir/arba ligninas ir d) priedas porfirino metalų komplekso pavidale, kuris struktūriškai žinomas, kaip hemoglobinas arba chlorofilas, arba vitaminas B_{12} , o ypač tinka chlorofilas, veikiantis labai efektyviai, kadangi gerai tirpsta triacetinė, kas leidžia, dozuoiant plastifikatoriumi, įvesti į filtrą ir gaminant tokiu kiekiu, kad jis veiktų efektyviausiai. Kalbant apie polifenolus, pirmenybę turi greit paruošiami lignino tipai, gerai tirpstantys triacetinė ir kiti plastifikatoriai, skirti celiuliozės acetatui. Visa tai leidžia be jokių problemų pritaikyti priedus, panaudojant įprastinius filtrų gamybos metodus.

Sprendžiant išradime iškeltą uždavinį, yra labai naudinga panaudoti cigarečių gamyboje tabako mišinius, kuriuose yra kuo mažesnis proteinų kiekis. Ši priemonė leidžia sumažinti mutageninių medžiagų atsiradimą.

Gaminant siūlomas išradime cigaretes su filtru, galima naudoti įprastinius būdus. Visada yra naudinga, kad vieno filtro, pagaminto iš audinio skaidulų, pavyzdžiui celiuliozės acetato, priedas, mišinyje su plastifikatoriumi, ypač glicerino acetatu, galėtų būti pritaikytas įprastinėje filtrų gamyboje.

Išradimo naudingumą galima apibrėžti tokiu būdu: pasirinkta filtravimo koncepcija leidžia pasiekti norimą efektą, panaudojant minimalų priedo kiekį. Dėl to galima optimizuoti, jeigu priedai pasirenkami iš aptartų medžiagų grupių, norint pagerinti filtravimo efektą. Ši nepervertinta nauda išplaunkia iš pateikimo, kurio dėka galima selektyviai filtruoti ypatingą grupę mutageniškai veikiančių medžiagų. Ames teste galima pilnai patikrinti gaunamus efektus aukštesniųjų organizmų celiuliozėje, kaip Hamsterio celiuliozės teste celiuliozės pavyzdyje V79. Tai akyvaizdžiai pabrėžia siūlomo išradimo reikšmę, svarstant rūkymo ir sveikatos klausimą.

Negalima neįvertinti ir tos išradimo naudos, kad yra siūlomas ypatingai tinkamas metodas pamoninei filtrų gamybai, kurį galima realizuoti be žymesnio esančios dabar technologijos pakeitimo.

Toliau smulkiau išradimas paaiškinamas viename pavyzdyje.

Pavyzdys.

Vienam Tow tipo filtrui audinio skaidulų medžiaga filtrui buvo pasirinkta iš įvairių specifikacijų celiuliozės-2,5-acetato. Naudotų Tow filtrų specifikacijų reikšmė buvo paimta iš brošiūros "Die Qualitat um Rhodia Filter Tow", rugsėjis 1994m., išleistoje klientų aptarnavimui firmos "Rhône-Poulenc Rhodia AG", Freiburg, Vokietija. Reikia atkreipti dėmesį į tai, kad, esant žymėms, "SK" ir "HK", kalbama apie žymėjimą arba "Krausel" indeksą, kurį naudoja išimtinai firmos RHONE-POULENC Tow filtrų departamentas. Filtrai gaminami filtrų mašina KDF-2 su štrangais firmos "Korber AG" (Hauni-Werke), Hamburge, Vokietijoje. Filtro paruošos matmenys buvo 7,8×120mm. Filtro apsukimui buvo naudojamas firmos "Julius Glatz", popieriaus fabriko Neidenfelse, Vokietijoje, popierius, pažymėtas F796-28 žyme. Priedas į filtrą buvo įnešamas, dozuoiant plastifikatorių mišinyje su triacetinu. Priedu buvo naudojamas citrinos rūgšties dietilesteris (CDE) (Boehringer Mannheim GmbH, Chemische Fabrik, Mannheim, Vokietija, artikulius 663502) ir ligninas (Lignin-organosolv der Fa. Aldrich-Chemie, Steinheim, Vokietija, artikulius 37, 101-7). Plastifikatoriaus kiekis buvo nustatomas iš svorių skirtumo tarp filtrų paruošų be plastifikatoriaus ir su juo. Priedo norma buvo išskaičiuojama plastifikatoriaus normos ir jo koncentracijos triacetine pagrindu. Lentelė 1 parodo rinkinį pagamintų filtrų paruošų:

Lentelė 1

Bandinio pažymėjimas	Titras	Hidraulinis pasipriešinimas dujų slėgiui (mm WS)	Skaidulų svoris (mg)	Plastifikatoriaus norma (%)	Priedo rūšis ir kiekis (%)
A 1,5	1,5Y30SK	462	530	6,9	-
A 3,0	3,0Y35HK	412	663	7,8	-
A 8,0	8,0Y35HK	182	638	7,9	-
B 1,5-1	1,5Y30SK	452	527	8,4	2,6CDE
B 1,5-2	1,5Y30SK	465	527	13,9	4,3CDE
B 3,0	3,0Y35HK	422	667	8,3	2,5CDE
B 8,0	8,0Y35HK	174	636	8,0	2,4CDE
C 1,5	1,5Y30SK	457	521	13,8	1,0Lignin
C 3,0	3,0Y35HK	421	665	13,9	1,0Lignin
C 8,0	8,0Y35HK	186	651	13,2	1,0Lignin

Pastabos: Lentelės 1 stulpelyje "Titras" duoti duomenys reiškia: pirmas titro skaičius, išreikštas denje vienetais medžiagai, o antras skaičius reiškia Tow filtro medžiagą, kurios tankis išreikštas irgi denje vienetais, dalintas iš 1000. "Y" reiškia audinio skersmens formą.

Filtrų paruošos buvo nupjaunamos iki 20 mm ilgio, užklijuojamos ant CORESTA-monitor cigaretės tabako štrango ir išrūkomos pagal CORESTA rekomenduotus metodus Nr.22 ir Nr.23. Nikotino kiekio nustatymas ir jo sulaikymo filtre nustatymas buvo atliekamas pagal CORESTA rekomenduotus metodus Nr.7 ir Nr.9. Hidraulinio pasipriešinimo dujų slėgiui apipjautam filtrui (ilgis= 20mm) dydis, palyginus su 1 lentelėje duotam hidraulinio pasipriešinimo dujų slėgiui dydžiu, nurodytu filtro paruošai (ilgis= 120mm), buvo lygus jų ilgių santykiui.

Kondensato mutageniškumas buvo išbandomas Ames testu (Maron, Dorothy M. and Ames, Bruce N., Revised methods for the Salmonella mutagenicity test, Mutation Research, 113 (1983) 173-215, atsižvelgiant į bendrus reikalavimus, aprašytus "OECD"- Guideline for Testing of chemicals" Nr.471., 26 gegužės 1983m.). Visi bandymai buvo vykdomi su bakterijų štamu

TA 98 su metaboliniu aktyvumu. Ames testui reikalingas kondensatas buvo gaunamas pagal CORESTA normatyvuose rekomenduotus metodus Nr.22 ir 23. Kadangi išrūkant bandomąsias cigaretes dėl nevienodo filtrų efektyvumo susidaro nevienodi kondensato kiekiai, tai kondensato tirpalai buvo praskiedžiami iki vienodos koncentracijos tam, kad būtų galima kalbėti apie specifinį, nepriklausomą nuo kondensato kiekio, mutageniškumą. Ekstrakcija iš aprūkyto Cambrige- filtro ir praskiedimas buvo vykdomas tokiu būdu: Cambrige-filtru 60 minučių buvo ekstrahuojamas 50 ml etanolio Erelmeyerio kolboje, ją kratant. Tirpalo viena dalis, sudaranti lygų skaičių, buvo paimama ir UV-spektroskopijos pagalba, esant bangos ilgiui 310 nm, buvo nustatoma tirpalo ekstinkcija. Po to išėties kondensato tirpalas buvo praskiedžiamas tiek, kad grynai matematiškai ekstinkcija būtų lygi 2,0. Šis dydis atitinka drėgno kondensato koncentraciją, kai drėgnumas ir nikotino kiekis lygus apie 4 mg/ml etanolio. Šio tirpalo lygios dalys (5, 10, 20, 30, 40, 50ml) ir buvo naudojamas vėliau Ames teste su štamu TA 98. Srityje tarp 5 ir 50 ml paprastai gaunama tiesiai dozės poveikio priklausomybė, taip kad galima įvertinti mutageniškumo pokytį, esant tam tikriems kondensato tirpalo kiekiams. Lentelėje 2 pateikti duomenys apie mutageniškumo pokytį (% pokyčio Ames teste) buvo gauti 40 ml kondensato tirpalo kiekiui. Duomenys bandomajai cigaretei A 3,0 gali būti atraminiais ir prilyginti 100%. Paskutiniame lentelės 2 stulpelyje duoti skaičiai atitinka neigiamas redukuotas mutageniškumo vertes ir teigiamas jo padidintas vertes.

Lentelėje 2 pateiktos išrūkymo vertės ir rezultatai:

Lentelė 2

Bandinys	Nikotinas, mg	Kondensatas mg.	Nikotino sulaikymas %	100×(1-D) pagal 1 lygtį	Pokytis (%) Ames teste
A 1,5	0,65	11,7	47,2	40,3	+2
A 3,0	0,74	13,4	37,5	28,4	0
A 8,0	0,94	16,4	25,1	28,7	-8
B 1,5-1*	0,56	11,8	56,4	-	-44
B 1,5-2*	0,52	11,4	59,0	-	-62
B 3,0	0,64	13,5	50,4	-	-10

B 8,0	0,82	16,9	36,6	-	+5
C 1,5	0,68	11,7	43,7	-	-40
C 3,0	0,77	13,5	40,1	-	-3
C 8,0	0,99	16,3	24,7	-	+8

* Pavyzdys pagal išradimą

Pavyzdys parodo, kad, didinant priedo kiekį, pasiekiamas antimutageninio poveikio didėjimas (žr. ypatingai pavyzdį B 1,5-2), bet naudojamo priedo kiekis palyginus su kitais žinomas filtrais, turinčiais priedus, yra labai mažas. Tai reiškia, kad, sutinkamai su išradimu, esant palyginti mažam priedo kiekiui, pasiekiamas labai didelis mutageniškumo pokytis. Išmatuotas nikotino sulaikymo vertės B ir C raidėmis pažymėtiems bandiniams tarnauja tik platesniam paaiškinimui. Raide B pažymėti bandiniai parodo, kad sutinkamai su koncepcija iš išradimo DE - PS 1300854: citrinos rūgšties dietilesteris žymiai padidina nikotino sulaikymą filtre.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Cigaretė su filtru, turinčiu priedą, veikiantį antimutageniškai cigaretės dūmus, besiskirianti tuo, kad:

- a) filtro sudėtyje yra audinio skaidulų pavidalo medžiagos;
- b) filtras turi priedą, kurio kiekis sudaro mažiau nei 5% filtro skaidulinės medžiagos masės; ir
- c) išrūkant tos pačios rūšies neventiliuojamą cigaretę su filtru, turinčią "CORESTA Monitor Zigarette Nr.2" tabako štrangą, vienok, be priedo filtre, nikotino sulaikymas filtre R_N (%) (nustatomas pagal rekomenduojamą CORESTA metodą Nr.9) tenkina formulę:

$$R_N \geq 100 \times (1-D),$$

kuomet $D = \exp(A \times B + C)$,

kur $A = 21\text{mm}$ - filtro ilgis (mm), kai filtro ilgiai $\leq 25\text{mm}$, arba

$A = -4\text{mm}$, kai filtro ilgiai $> 25\text{mm}$,

$B = 9,3 \times 10^{-3}$ (1/mm) ir

$C = -(d^4 \times \Delta p \times K + L)$,

o d = filtro skersmuo (mm),

Δp = filtro hidraulinis pasipriešinimas dujų srovei (mm WS),

$K = 1,0228 \times 10^{-6}$ (1/(mm⁴ × mm WS)) ir

$L = 0,2334$.

2. Cigaretė su filtru pagal 1 punktą, besiskirianti tuo, kad nikotino sulaikymas R_N filtre be priedo mažiausiai 2%, geriausiu atveju - 5% didesnis, nei $100 \times (1-D)$.

3. Cigaretė su filtru pagal 1 arba 2 punktą, besiskirianti tuo, kad priedo kiekis filtre yra mažesnis už jo medžiagos skaidulų svorį 10%, o atskiru atveju - mažesnis nei 7%.

4. Cigaretė su filtru pagal 1-3 punktus, besiskirianti tuo, kad filtras turi savyje Tow tipo skaidulinę medžiagą iš celiuliozės acetato, kuri sudaryta iš

štapelio skaidulų ir/arba paprastos medžiagos titro, mažesnio nei 3 dtex, o atskirais atvejais - nuo 1,0 iki 2,7 dtex.

5. Cigaretė su filtru pagal vieną iš prieš tai buvusių punktų, besiskirianti tuo, kad filtras yra ventiliuojamas.
6. Cigaretė su filtru pagal 5 punktą, besiskirianti tuo, kad filtro ventiliavimo laipsnis yra mažiausiai 15%, o atskirais atvejais - nuo 20 iki 70%.
7. Cigaretė su filtru pagal mažiausiai vieną iš prieš tai buvusių punktų, besiskirianti tuo, kad turi priedą, kuris yra rūgštis, rūgšti druska ir/arba rūgštus anglies rūgšties esteris.
8. Cigaretė su filtru pagal 7 punktą, besiskirianti tuo, kad priedas yra suberinio rūgštis arba rūgštūs citrinos, maleino, fumaro ir/arba adipino rūgščių esteriai.
9. Cigaretė su filtru pagal mažiausiai vieną iš 1-6 punktų, besiskirianti tuo, kad priedas turi makromolekulinio, hidrofilinio organinio junginio pavidalą su vidinėmis tuštumomis kompleksiniam mažamolekulinių medžiagų prijungimui.
10. Cigaretė su filtru pagal 9 punktą, besiskirianti tuo, kad priedas yra poli-ir/arba oligosacharidai.
11. Cigaretė su filtru pagal 10 punktą, besiskirianti tuo, kad priedas yra krakmolai ir/arba ciklodekstrinas, atskiru atveju - β -ciklodekstrinas.
12. Cigaretė su filtru pagal 9 punktą, besiskirianti tuo, kad priedas yra proteinas.
13. Cigaretė su filtru pagal vieną iš punktų nuo 1 iki 6, besiskirianti tuo, kad priedas yra fenolinis junginys.

14. Cigaretė su filtru pagal 13 punktą, besiskirianti tuo, kad priedas yra fenolicdilaktonas ir/arba ligninas.
15. Cigaretė su filtru pagal vieną iš 1-6 punktų, besiskirianti tuo, kad priedas yra mažamolekulinėms medžiagoms skirtas kompleksų dariklis.
16. Cigaretė su filtru pagal 15 punktą, besiskirianti tuo, kad priedas yra porfirino metalo kompleksas.
17. Cigaretė su filtru pagal vieną iš 1-16 punktų, besiskirianti tuo, kad priedas yra skaidulinė medžiaga, sumaišyta su plastifikatoriumi, ypač - glicerino acetatu.
18. Cigaretė su filtru pagal vieną iš 1-17 punktų, besiskirianti tuo, kad filtras yra dvigubos ar daugiau konstrukcijos dalimi.
19. Cigaretės su filtru gamybos būdas pagal mažiausiai vieną iš prieš tai buvusių punktų, besiskiriantis tuo, kad gamina filtro priedą iš skaidulinės medžiagos, atskiru atveju - celiuliozės acetato, sumaišant su plastifikatoriumi, atskiru atveju - glicerino triacetatu.