

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 543 851**

21 Número de solicitud: 201301192

51 Int. Cl.:

A24B 15/28 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación:

23.12.2013

43 Fecha de publicación de la solicitud:

24.08.2015

Fecha de la concesión:

01.08.2016

45 Fecha de publicación de la concesión:

08.08.2016

73 Titular/es:

**UNIVERSIDAD DE ALICANTE (100.0%)
Carretera San Vicente del Raspeig, s/n
03690 San Vicente del Raspeig (Alicante) ES**

72 Inventor/es:

**MARCILLA GOMIS, Antonio Francisco;
GÓMEZ DE SIRUANA, Amparo;
BELTRÁN RICO, María Isabel;
MARTÍNEZ CASTELLANOS, Isabel;
BERENQUER MUÑOZ, Deseada y
GIL BOJ, Erika**

54 Título: **Inclusión de catalizadores en formulaciones de tabaco reconstituido para la reducción de la emisión de productos tóxicos**

57 Resumen:

La presente invención se refiere a una mezcla de tabaco reconstituido con catalizadores para la reducción de la emisión de productos tóxicos del tabaco y al procedimiento para la preparación de dicha mezcla.

ES 2 543 851 B1

5

DESCRIPCIÓN

INCLUSIÓN DE CATALIZADORES EN FORMULACIONES DE TABACO RECONSTITUIDO PARA LA REDUCCIÓN DE LA EMISIÓN DE PRODUCTOS TÓXICOS .

Campo de la invención

- 10 La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de tabaco reconstituido con inclusión de catalizadores y a la mezcla de tabaco reconstituido con catalizadores para la reducción de la emisión de productos tóxicos.

Estado de la técnica

- 15 Por tabaco reconstituido se entiende aquel material elaborado a partir de tallos de tabaco, restos de hojas, finos de tabaco y otros materiales derivados de la planta de tabaco o de origen vegetal que se procesan por medio de procedimientos típicos de la fabricación de papel y finos de tabaco que no son utilizables en los procesos primarios de elaboración de cigarrillos. El tabaco reconstituido se fabrica a partir de tallos de
- 20 tabaco y finos de tabaco producidos en el procesado primario de tabaco. Consiste en láminas, del tipo de hojas de papel que se recorta en tiras y se mezcla con las de hoja de tabaco en maquinaria apropiada para su envasado en forma de cigarrillos o en otro tipo de presentaciones para otros artículos susceptibles de ser fumados, como los tabacos de liar (RYO) o para rellenar tubos (MYO), tabacos de pipa y otros.
- 25 Las etapas típicas en el proceso de elaboración de tabaco reconstituido son las siguientes:
1. Almacenamiento de las materias primas, que incluye la recepción y el almacenamiento de estas.
 2. Extracción de los componentes solubles en disolventes acuosos. En esta etapa se
 - 30 obtiene un extracto acuoso que deberá concentrarse y volver a añadirse en una etapa posterior del proceso y una porción insoluble rica en fibras.
 3. Etapa de concentración del extracto, que suele corresponder a una eliminación de agua por evaporación para concentrar los componentes extraídos en la etapa anterior.
 4. Refino de la porción insoluble y modificación de las propiedades de las fibras para
 - 35 poder proceder a su laminado. Como se describe en la patente ES2096728, que describe el uso de un agente capaz de romper las reticulaciones de las pectinas por

5 metales alcalino-térreos. De este modo las pectinas liberadas se pueden distribuir uniformemente por todo el material.

5. Conformado en láminas. El material celulósico se conforma en hojas tipo papel.

6. Reaplicación del extracto concentrado sobre las láminas y aplicación de un agente capaz de restablecer las reticulaciones de las pectinas, o someter las láminas a unas
10 condiciones donde pueda tener lugar la reticulación de las pectinas, de modo que se estabilice la forma del material.

7. Secado y troceado de las láminas, donde se dé al material su forma y humedad final para ser mezclado con las tiras de hoja de tabaco y ser procesado en la maquinaria adecuada.

15 Todos los procesos descritos y que forman parte del proceso de fabricación de tabaco reconstituido son susceptibles de múltiples modificaciones. De este modo existe gran número de patentes, donde se modifican todas y cada una de las operaciones descritas e incluso se sustituyen por otras alternativas. Así por ejemplo, se han
20 modificado las materias primas incluyendo materiales lignocelulósicos, se ha considerado la inclusión de materiales aglomerantes o adhesivos para mejorar las propiedades mecánicas de las láminas obtenidas, como se describe en la patente US5584306, se ha propuesto la inclusión de aditivos para conferir al material características especiales como aromas y sabores [US8434496] modificando las propiedades finales y textura del material. Se ha variado la forma final de estos
25 materiales desde láminas compactas a materiales granulares o incluso esponjosos o el uso directo de las láminas para hacer productos enrollables [WO2008056099]. Se han incluido aditivos para mejorar el desarrollo del proceso de fumado, como el carbonato cálcico micronizado [WO2012170761] que mejora la combustibilidad y contribuye a reducir emisiones de CO y otros componentes. En estas y otras patentes se han
30 propuesto otra serie de modificaciones del proceso tales como el sistema de disolución de las pectinas, el sistema de extracción y la solución extractante, agentes destructores de las reticulaciones entre las pectinas, los agentes y procesos para restablecer esos enlaces en la etapa posterior al conformado, el sistema de conformado, etc. Todos los años siguen apareciendo nuevas aplicaciones y productos
35 en la bibliografía de patentes.

Por otra parte, en la patente EP2092838 se pone de manifiesto la utilidad de la mezcla de catalizadores de tipo meso y macroporoso, como los materiales MCM41 con diversas modificaciones así como carbones meso-macroporosos especialmente

5 activados para reducir la emisión de la mayor parte de los compuestos analizados en la corriente principal (y secundaria) del humo del tabaco, tanto en los gases como en los líquidos retenidos en los filtros y en las trampas.

Existe pues la necesidad de proporcionar un tabaco reconstituido que incluya un catalizador con el objeto de reducir los humos generados en el proceso de fumado, de tal forma que la presente invención soluciona el problema anteriormente mencionado mediante la elaboración de tabaco reconstituido que incorpora materiales capaces de reducir la toxicidad de los humos generados en el proceso de fumado de dicho tabaco reconstituido y sus mezclas con tabaco u otros productos susceptibles de ser fumados (como podría ser tabaco reconstituido que no incorporase catalizadores).

15

Descripción de la invención

Así pues, en un primer aspecto, la presente invención se refiere a una mezcla (de aquí en adelante mezcla de la presente invención) que comprende tabaco reconstituido y/o tabaco expandido y al menos un catalizador seleccionado de entre:

- 20 a) aluminosilicato tipo SAB-15, o sus formas ácidas, sódicas, intercambiadas con Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr, sus óxidos de Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr y mezclas de los mismos,
- b) Na-MCM-41, Na-Fe-MCM-41, Na-Ce-MCM-41, Na-Zr-MCM-41, sus mezclas con óxidos de Fe, Ce o Zr; y mezclas, o
- 25 c) carbones activados mesoporosos.

En la presente invención, tabaco reconstituido se refiere a tabaco elaborado a partir de tallos de tabaco, restos de hojas, finos de tabaco o derivados de la planta de tabaco de origen vegetal procesados mediante procesos típicos de la fabricación de papel y finos de tabaco que no son utilizables en los procesos primarios de elaboración de cigarrillos.

En la presente invención, tabaco expandido se refiere a tabaco cuyo volumen se ha expandido mediante la evaporación rápida de una sustancia, como por ejemplo el hielo seco.

En la presente invención por carbones activados mesoporosos se refiere a carbones activados mesoporosos con un tamaño de partícula comprendido entre 1-100 μm , de elevado grado de activación, con una superficie S_{BET} comprendida entre 1200-4200 m^2/g , un volumen V_{MIC} comprendido entre 0.4-1.2 cm^3/g y un volumen V_{MESO}

- 5 comprendido entre 0.6-2.8 cm³/g como aditivo para reducir las sustancias tóxicas y cancerígenas presentes en el humo del tabaco.

En una realización particular, la concentración de catalizador respecto al resto de material constituyente de la mezcla de la presente invención, está comprendida entre el 0,1-60 % en peso, más en particular entre 10-35% en peso.

- 10 En otra realización, la concentración de catalizador respecto a la mezcla final de tabaco, tabaco reconstituido, tabaco expandido y otros materiales susceptibles de ser fumados está comprendida entre el 0,5-15% en peso, más en particular entre 3-8%.

En otra realización particular de la presente invención, el espesor del tabaco reconstituido está comprendido entre 10-500 micras.

- 15 En otra realización particular de la presente invención el tabaco reconstituido o expandido esta en una proporción comprendida entre 1-99% en peso respecto a la mezcla final.

En otro aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de tabaco reconstituido y/o expandido de la presente invención que

- 20 comprende una etapa de inclusión de al menos un catalizador seleccionado de entre:

a) aluminosilicato tipo SAB-15, o sus formas ácidas, sódicas, intercambiadas con Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr, sus óxidos de Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr y mezclas de los mismos,

- b) Na-MCM-41, Na-Fe-MCM-41, Na-Ce-MCM-41, Na-Zr-MCM-41, sus mezclas
25 con óxidos de Fe, Ce o Zr, y mezclas, o

c) carbones activados mesoporosos.

Descripción de las figuras

- La figura1 muestra detalles de los cromatogramas (a, b y c) de los líquidos retenidos
30 en las trampas obtenidos para la mezcla de tabaco de referencia y tabaco reconstituido, así como para la mezcla de tabaco de referencia y tabaco reconstituido incluyendo (según se ha descrito) uno de los catalizadores a modo de ejemplo de la reducción obtenida en la práctica totalidad de los picos detectados. Línea discontinua: mezclas de 3R4F con tabaco reconstituido con catalizador SBA espuma; línea
35 continua: tabaco sin catalizador.

5 Descripción detallada de la invención

En todos los ejemplos se utilizó el mismo tabaco reconstituido, obtenido a partir de tabaco de referencia de la Universidad de Kentucky, 3R4F, al que se le añadieron distintos catalizadores. Dichos materiales se mezclaron con tabaco 3R4F normal en proporciones que suponían un porcentaje de catalizador sobre el total de la mezcla del orden del 5% y se fumaron en una máquina de fumado en condiciones dadas por la norma ISO (ISO 3308, caladas de 2 s de duración, volumen aspirado 35 mL, frecuencia de caladas 60 s y pérdida de presión en la calada menor de 300 Pa).

Se determinó el CO, la fracción condensada en filtros, TPM-F, en las trampas, TPM-T (que representa la fracción que podría pasar a los pulmones de los fumadores), la nicotina, así como gran multitud de compuestos presentes tanto en la fracción gaseosa como en la fracción líquida condensada de la corriente principal del humo del tabaco según se describe en Marcilla A., et al. 2011. Reduction of tobacco smoke components yields by zeolites and synthesized Al-MCM-41. Microporous and Mesoporous Materials 161, 14-24. Los resultados se compararon con los obtenidos al fumar mezclas incluyendo tabaco reconstituido sin catalizador en la misma proporción que las que sí contenían catalizador, así como con sólo tabaco 3R4F y tabaco 3R4F al que se le ha añadido la misma cantidad de catalizador, pero mezclando directamente el polvo con el tabaco. Los cigarrillos, una vez preparados se acondicionaron a temperatura ambiente y 60% de humedad relativa, manteniéndolos en un desecador provisto de una disolución saturada de nitrito sódico, al menos durante 48 h antes de ser fumados.

Preparación del tabaco reconstituido. Se mezcló intensamente el tabaco obtenido de 100 cigarrillos 3R4F de la Universidad de Kentucky. Se extrajeron 10 g de este tabaco a 60 °C usando 8 partes de agua destilada por cada parte de tabaco. La suspensión resultante se dejó asentar durante 20 min. Después de separar el extracto por decantación, la pasta de tabaco resultante se molió en un molino de rodillos de acero durante 5 minutos. La pasta resultante se resuspendió en agua hasta una concentración en sólidos de aproximadamente un 1 %. Después de 10 minutos de homogeneización se filtró a través de un tamiz metálico con una luz de 50 μ . La lámina resultante presentó un contenido en humedad del orden del 70 %. Posteriormente se adicionó, con un spray, aproximadamente 2.3 g de una solución acuosa conteniendo un 3.2% en peso de hidrógeno ortofosfato de amonio y un 6.8% en peso de amoniaco, como agente liberador de pectinas. El extracto líquido obtenido en la primera etapa se concentró por evaporación hasta una concentración de aproximadamente el 74 % de

5 agua. Dicho extracto se calentó a 54 °C y se proyectó sobre la lámina anteriormente
obtenida aproximadamente 10 segundos después de haber rociado con el agente
liberador de pectinas. Posteriormente se secó la lámina a 35 °C durante 24 h y se
obtuvo la lámina de tabaco reconstituido que se troceó en forma de pequeños trocitos
y se almacenó, en atmósfera de temperatura y humedad controladas iguales a las
10 utilizadas en el acondicionamiento del tabaco, hasta su posterior mezclado con tabaco
o su fumado directo. El espesor de las láminas obtenidas se ajustó a
aproximadamente 150 μ , siendo esta un variable que tiene una marcada influencia en
el comportamiento posterior de la mezcla en el proceso de fumado, como se
comentará posteriormente.

15 Tabaco reconstituido incluyendo catalizador.

En los ejemplos que se presentan a continuación se utilizaron distintas muestras de
tabaco reconstituido incluyendo catalizadores. Para la elaboración de estas muestras
procedió de modo análogo al descrito en el apartado anterior, con la única
modificación de que se ha incorporado la cantidad adecuada de cada catalizador en la
20 etapa de resuspensión de la masa de tabaco insoluble en el proceso de extracción,
después del proceso de refinado. En este sentido hay que indicar que el catalizador
puede ser incorporado en cualquier otra etapa del proceso.

La densidad aparente del catalizador afecta marcadamente al espesor que se
consigue en la lámina de producto final. Dado que los catalizadores utilizados suelen
25 presentar densidades aparentes muy bajas, del orden de los 100 kg/m³, el peso por
unidad de superficie de estas láminas disminuye al aumentar la concentración de
catalizador incorporado, si se mantiene el espesor. Si se mantiene el peso por unidad
de superficie aumenta notablemente el espesor. En los ejemplos que siguen se ha
utilizado una concentración de catalizador en el tabaco reconstituido del orden del 20%
30 en peso, se han mantenido los espesores del mismo orden que los obtenidos para el
tabaco reconstituido sin catalizador y se ha utilizado una concentración de catalizador
en la mezcla final del orden del 5% en peso, lo que supone mezclar el tabaco con el
tabaco reconstituido en una proporción de 4 a 1 en peso. El efecto final de los
catalizadores en los productos elaborados dependerá, como ya se ha indicado, de
35 elección de estas y otras variables. El espesor de las láminas de tabaco reconstituido
con catalizador, su densidad, el volumen disponible para la mezcla con tabaco, la
homogeneidad de la mezcla resultante, el proceso de mezclado con el tabaco, así
como otros aspectos, pueden incidir de forma positiva o negativa en el proceso.

5 En los ejemplos descritos se ha optado por mantener el espesor de las láminas de tabaco reconstituido obtenidas, ajustando para ello la cantidad de tabaco de partida para la preparación de cada pasta, ya que la superficie filtrante para la preparación de la lámina de material se ha mantenido constante.

10 Para la realización de estos ejemplos se utilizaron tres catalizadores, C1, C2 y C3. Los dos primeros corresponden a materiales de sílice amorfa macroporosa del tipo SBA-15, el segundo de ellos en forma de espuma, y el tercero corresponde a un carbón activado de elevado grado de activación y un marcado carácter mesoporoso. El catalizador 1 sintetizó siguiendo el procedimiento descrito en la solicitud de patente P201201266. Para la obtención de la espuma se ha utilizado el siguiente método
15 descrito en Meynen V., et al. Verified syntheses of mesoporous materials. Microporous and mesoporous materials. 125. 170-223. 2009 Para la preparación de C3 se ha seguido el procedimiento descrito en la solicitud de patente P201300305.

20 En la tabla 1 se muestra un breve resumen los experimentos llevados a cabo con las diferentes muestras de tabaco 3R4F (las nombraremos como T), tabaco+catalizador (TCi), tabaco+tabaco reconstituido (TTR) y tabaco+(tabaco reconstituido+catalizador) (TTRCi).

Mezclas	Resistencia a la tracción (MPa)	Alargamiento a la rotura (%)	Alargamiento a la rotura (%)	Alargamiento a la rotura (%)
T	0.784	0	--	1.05
TTR	0.782	0	0.02	1.05
TC1	0.771	4.7	--	1.08
TC2	0.806	2.8	--	1.1
TC3	0.768	4.8	--	1.08
TTRC1	0.776	4.6	0.02	1.04
TTRC2	0.773	aprox. 5	0.02	1.04
TTRC3	0.780	aprox. 6	0.02	1.05

Tabla 1.- Mezclas llevadas a cabo en los diferentes ensayos realizados y características de los cigarrillos

5 A continuación se muestran los resultados obtenidos en cada uno de los experimentos de fumado llevados a cabo, agrupados por tipo de catalizador utilizado. De esta manera se puede observar el efecto que este provoca sobre la corriente principal del humo del tabaco cuando se mezcla directamente con el tabaco o bien es añadido al proceso de fabricación del tabaco reconstituido.

10

Ejemplo 1: Pruebas realizadas con el catalizador SBA-15

A continuación se muestran algunos de los resultados obtenidos cuando se realizan las pruebas con el catalizador SBA-15. Se ha incorporado en todos los casos un 5% de catalizador, bien directamente o bien incluido en el tabaco reconstituido. Las muestras con tabaco reconstituido incluyen un 30-35% de este material. Todos los cigarrillos preparados tienen una masa que oscila alrededor de 0.8 g.

15 *Tabla 2. Porcentaje de catalizador, CO y TPM obtenidos al fumar tabaco bajo condiciones controladas.*

Muestra	% catalizador	CO (mg/cigarrillo)	TPM-T (mg/cigarrillo)	TPM-F (mg/cigarrillo)
T	--	11.0	5.2	11.0
TTR	--	13.2	5.6	11.7
TC1	4.7	8.7	1.5	6.1
TTRC1	4.6	10.6	2.5	7.5

20 Como se puede observar en los datos de la tabla en presencia de tabaco reconstituido se produjo un leve aumento de CO y TPM. En presencia de catalizador, tanto en contacto directo, como adicionado en el proceso de elaboración de tabaco reconstituido, se observaron reducciones de bastante importancia, siendo en este caso mejor el contacto directo. Las reducciones conseguidas en el TPM-T fueron muy interesantes, en ambos casos se consiguieron reducciones superiores al 50% de la fracción generada con respecto al tabaco de referencia.

25

A continuación se muestran las reducciones ya comentadas que se obtuvieron para CO, TPM-F y TPM-T.

5 *Tabla 3. Reducciones obtenidas en CO y TPM*

Compuesto (%)	CO	TPM	TPM/CO
TTR	-20.00	-7.69	-6.36
TC1	20.91	71.15	44.55
TTRC1	3.64	51.92	31.82

En la Tabla 4 se muestran los valores para algunos de los compuestos de mayor relevancia encontrados en la fracción gaseosa de la corriente principal del humo del tabaco.

10 *Tabla 4. Concentración de los compuestos analizados en los gases procedentes del fumado del tabaco de referencia y porcentaje de reducción respecto a dicho tabaco de los diferentes compuestos analizados en los gases procedentes del fumado del resto de las muestras.*

Compuesto	Concentración (mg/cigarrillo)	TTR (%)	TC1 (%)	TTRC1 (%)
Propionaldehído	0.0228	-5.6	34.1	17.0
Tolueno	0.0324	4.5	38.1	40.3
Benceno	0.117	-11.2	34.3	6.4
Clorometano	0.046	-19.6	30.4	6.5
HCN	0.011	-9.1	27.3	18.2
Acetaldehído	0.54	1.9	37.0	29.6
VOC's	3.32	-14.5	29.5	16.0

15 En cuanto a la fracción líquida condensada en trampas en el caso de la nicotina al mezclar T y TR se obtuvo prácticamente la misma cantidad (0.65 y 0.68 mg/cigarrillo) mientras que al utilizar el catalizador C1 se obtuvo una reducción del orden del 66% mientras que cuando se utiliza TR incluyendo este catalizador la reducción fue del 57%. La tabla 5 muestra algunos los compuestos seleccionados en el extracto de las

5 trampas, incluida la nicotina, y se puede observar un comportamiento similar al descrito para esta.

10 *Tabla 5. Concentración de los compuestos analizados en la fracción TPM-T procedentes del fumado del tabaco de referencia y porcentaje de reducción respecto a dicho tabaco de los diferentes compuestos analizados en el fumado del resto de las muestras.*

Compuesto	Concentración (µg)	Reducción (%)	Referencia (%)	Resto (%)
Nicotina	0.65	-4.6	66.1	57.0
Fenol	0.0016	-70.7	84.5	63.7
Limoneno	0.0018	-102.1	68.1	50.8
Miosmina	0.0038	-40.2	70.9	73.2
p-Cresol	0.0024	-39.6	83.3	75.0
Hidroquinona	0.0006	-52.9	67.1	52.9

15 Como se puede observar en la tabla 5 las reducciones obtenidas en la fracción condensada en la trampa de humo (fracción que sería inhalada por el fumador), en presencia de catalizador, fueron muy elevadas y, por lo tanto muy interesantes puesto que esta fracción es eliminada en una gran proporción.

20 La figura 1 muestra, a modo de ejemplo, el cromatograma obtenido de esta fracción en el caso en que se fumado una mezcla de tabaco de referencia con tabaco reconstituido incluyendo el catalizador SBA espuma. Para observar mejor el efecto comentado se ha dividido el cromatograma en tres zonas y se ha desplazado la señal obtenida para la mezcla que no incluye el catalizador en cada una de las figuras resultantes una unidad (1 minuto) en el eje de las x y de forma arbitraria en eje de las y (manteniendo la escala que se indica en cada figura). Se puede apreciar una marcada disminución del área de la casi totalidad de los picos detectados.

25

5 **Ejemplo 2: Pruebas realizadas con el catalizador c2 en forma de espuma**

Tabla 6. Porcentaje de catalizador, CO y TPM obtenidos al fumar tabaco bajo condiciones controladas.

Muestra	% catalizador	CO (mg/cigarillo)	TPM (mg/cigarillo)	TPM/HE (mg/cigarillo)
T	--	11.0	5.2	11.0
TTR	--	13.2	5.6	11.7
TC2	2.8	11.3	3.5	9.0
TTRC2	Aprox. 5%	7.4	1.8	5.9

Tabla 7. Reducciones obtenidas en CO y TPM

Reducción (%)	CO	TPM	TPM/HE
TTR	-20.00	-7.69	-6.36
TC2	-2.73	32.69	18.18
TTRC2	32.73	65.38	46.36

10

En presencia de catalizador, tanto en contacto directo, como adicionado en el proceso de elaboración de tabaco reconstituido, se observaron reducciones de bastante importancia, siendo en este caso mejor cuando el catalizador era adicionado al tabaco reconstituido.

15 **Tabla 8. Concentración de los compuestos analizados en los gases procedentes del fumado del tabaco de referencia y porcentaje de reducción respecto a dicho tabaco de los diferentes compuestos analizados en los gases procedentes del fumado del resto de las muestras.**

Compuesto	Referencia (mg/cigarillo)	Reducción (%)
Propionaldehído	0.0228	65.3
Tolueno	0.0324	52.6

Benceno	0.117	34.6
Clorometano	0.046	23.9
HCN	0.011	39.1
Acetaldehído	0.54	55.6
VOC's	3.32	36.7

5

La cantidad de nicotina en presencia del catalizador C2 se redujo 52% mientras que cuando se utilizó TR incluyendo este catalizador la reducción fue del 68%. La tabla 9 muestra algunos los compuestos seleccionados en el extracto de las trampas y se puede observar un comportamiento similar al descrito para la nicotina.

- 10 *Tabla 9. Concentración de los compuestos analizados en la fracción TPM-T procedentes del fumado del tabaco de referencia y porcentaje de reducción respecto a dicho tabaco de los diferentes compuestos analizados en el fumado del resto de las muestras.*

Compuesto	Conc. (µg/m ³)	Red. (%)	Referencia (%)
Nicotina	0.65	52.3	67.7
Fenol	0.0016	84.1	84.1
Limoneno	0.0018	-1.5	74.9
Miosmina	0.0038	36.2	73.5
p-Cresol	0.0024	66.7	91.7
Hidroquinona	0.0006	56.5	72.9

- 15 En presencia del catalizador C2 es destacable los resultados obtenidos cuando este se adiciona al tabaco reconstituido, puesto que la cantidad de algunos compuestos, ya sean gases o líquidos, son reducidos en proporciones superiores al 50%.

Ejemplo 3: Pruebas realizadas un carbón activo

Los resultados obtenidos cuando se realizan las pruebas con el catalizador C3 fueron

- 20 los siguientes:

5 *Tabla 10. Porcentaje de catalizador, CO y TPM obtenidos al fumar tabaco bajo condiciones controladas.*

Muestra	% Catalizador	CO (mg/cigarillo)	TPM _{tar} (mg/cigarillo)	TPM _{nic} (mg/cigarillo)
T	--	11.0	5.2	11.0
TTR	--	13.2	5.6	11.7
TC3	4.8	7.6	1.8	6.4
TTRC3	4.9	6.8	1.1	5.4

Tabla 11. Reducciones obtenidas en CO y TPM

Reducción %	CO	TPM _{tar}	TPM _{nic}
TTR	-20.00	-7.69	-6.36
TC3	30.91	65.38	41.82
TTRC3	38.2	78.85	50.91

10 En presencia de catalizador, tanto en contacto directo, como adicionado en el proceso de elaboración de tabaco reconstituido, se observaron reducciones de bastante importancia en ambos tipos de contacto.

A continuación se muestran los valores para algunos de los compuestos de mayor relevancia encontrados en la fracción gaseosa de la corriente principal del humo del tabaco.

15

Tabla 12. Concentración de los compuestos analizados en los gases procedentes del fumado del tabaco de referencia y porcentaje de reducción respecto a dicho tabaco de los diferentes compuestos analizados en los gases procedentes del fumado del resto de las muestras.

Compuesto	Conc. (mg/cigarillo)	Reducción (%)	Reducción (%)
Propionaldehído	0.0228	38.9	57.2

Tolueno	0.0324	28.9	53.0
Benceno	0.117	35.5	34.0
Clorometano	0.046	34.8	21.7
HCN	0.011	25.5	41.8
Acetaldehído	0.54	48.1	55.6
VOC's	3.32	31.3	41.6

5

La nicotina en presencia del catalizador C3 consigue una reducción del orden del 74% mientras que cuando se utiliza TR incluyendo este catalizador la reducción es del 78%. La tabla 10 muestra algunos los compuestos seleccionados en el extracto de las trampas y se puede observar un comportamiento similar al descrito para la nicotina.

- 10 *Tabla 13. Concentración de los compuestos analizados en la fracción TPM-T procedentes del fumado del tabaco de referencia y porcentaje de reducción respecto a dicho tabaco de los diferentes compuestos analizados en el fumado del resto de las muestras.*

Compuesto	Referencia	TR (%)	TR C3 (%)
Nicotina	0.65	73.8	78.5
Fenol	0.0016	94.9	92.3
Limoneno	0.0018	94.8	84.0
Miosmina	0.0038	88.9	87.3
p-Cresol	0.0024	83.3	100
Hidroquinona	0.0006	70.6	100

- 15 En este caso, para las diferentes fracciones generadas, el comportamiento del catalizador fue muy bueno en ambos tipos de muestra.

En la figura 3 se muestra el cromatograma obtenido, que pone de manifiesto el buen comportamiento ya comentado.

- 5 Las tablas 2 a 13, y la figura 1, ponen de manifiesto que los catalizadores utilizados cuando se adicionan al tabaco reconstituido proporcionaron una reducción significativa de la cantidad de compuestos tóxicos que aparecen en el humo del tabaco. Esta reducción contribuyó también a conseguir una importante disminución en la mayoría de los compuestos presentes en el humo del tabaco, lo que conlleva un efecto menos
- 10 negativo, tanto en los fumadores activos como en los pasivos, sin provocar cambios apreciables en las propiedades organolépticas y en el sabor y en la consistencia del tabaco.

REIVINDICACIONES

5

1. Mezcla que comprende tabaco reconstituido y/o tabaco expandido y al menos un catalizador seleccionado de entre:

10

- a) aluminosilicato tipo SAB-15, o sus formas ácidas, sódicas, intercambiadas con Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr, sus óxidos de Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr y mezclas de los mismos,
- b) Na-MCM-41, Na-Fe-MCM-41, Na-Ce-MCM-41, Na-Zr-MCM-41, sus mezclas con óxidos de Fe, Ce o Zr; y mezclas o
- c) carbones activados mesoporosos.

15

2. Mezcla según la reivindicación 1, donde la concentración de catalizador respecto al resto de material constituyente está comprendida entre el 0,1-60% en peso.

3. Mezcla según la reivindicación 2, donde la concentración de catalizador respecto al resto de material constituyente está comprendida entre el 10-35% en peso.

4. Mezcla según la reivindicación 1, donde la concentración de catalizador respecto a la mezcla final de tabaco está comprendida entre el 0,5-15% en peso.

20

5. Mezcla según la reivindicación 4, donde la concentración de catalizador respecto a la mezcla final de tabaco está comprendida entre 3-8% en peso.

6. Mezcla según la reivindicación 1, donde el espesor del tabaco reconstituido está comprendido entre 10-500 micras.

25

7. Mezcla según la reivindicación 1, donde el tabaco reconstituido o expandido esta en una proporción comprendida entre 1-99% en peso respecto a la mezcla final.

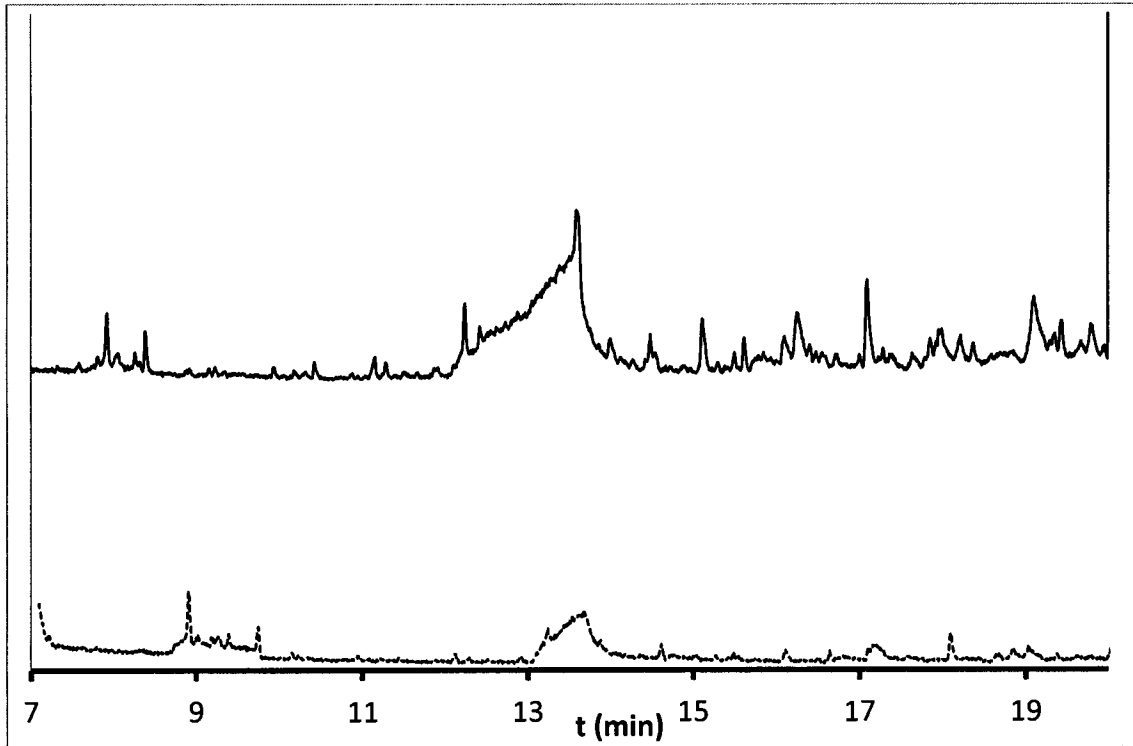
8. Procedimiento para la preparación de tabaco reconstituido y/o tabaco expandido según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que comprende una etapa de inclusión de al menos un catalizador seleccionado de entre:

30

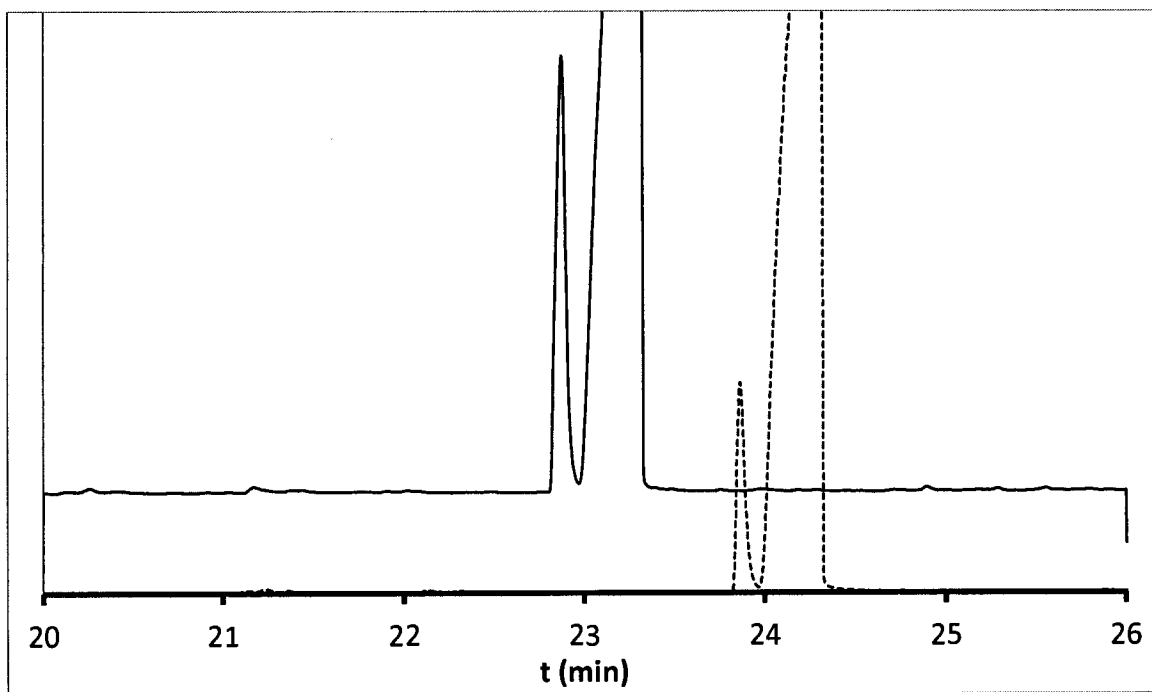
- a) aluminosilicato tipo SAB-15, o sus formas ácidas, sódicas, intercambiadas con Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr, sus óxidos de Fe, Na, K, Ca, Ce, Zr y mezclas de los mismos,
- b) Na-MCM-41, Na-Fe-MCM-41, Na-Ce-MCM-41, Na-Zr-MCM-41, sus mezclas con óxidos de Fe, Ce o Zr; y mezclas,
- c) carbones activados mesoporosos.

FIG. 1

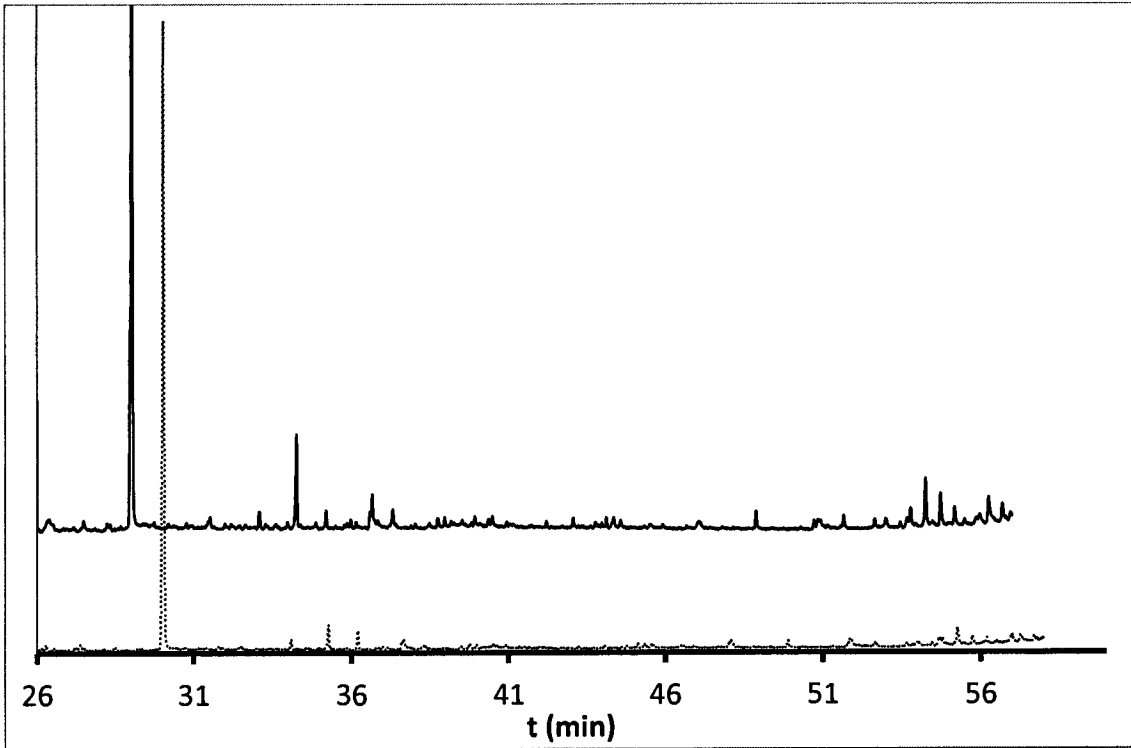
a



b



c





OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

②¹ N.º solicitud: 201301192

②² Fecha de presentación de la solicitud: 23.12.2013

③² Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤¹ Int. Cl.: **A24B15/28** (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ ⁶ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	ES 2379639 T3 (BRITISH AMERICAN TOBACCO CO) 30.04.2012, página 4, líneas 21-26; página 5, líneas 35-45; página 6, línea 49 – página 7, línea 3.	1-8
Y	ES 2301392 A1 (UNIV ALICANTE) 16.06.2008, página 4, línea 20 – página 5, línea 17; reivindicaciones 1-5.	1-8
Y	US 2007204870 A1 (DEEVI SAROJINI et al.) 06.09.2007, resumen; párrafos 20,21; reivindicaciones 1,5,6.	1-8

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones n.º:

Fecha de realización del informe
19.01.2015

Examinador
M. Ojanguren Fernández

Página
1/4

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

A24B

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 19.01.2015

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-8	SI
	Reivindicaciones	NO
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones	SI
	Reivindicaciones 1-8	NO

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como se publica.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	ES 2379639 T3 (BRITISH AMERICAN TOBACCO CO)	30.04.2012
D02	ES 2301392 A1 (UNIV ALICANTE)	16.06.2008
D03	US 2007204870 A1 (DEEVI SAROJINI et al.)	06.09.2007

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es una mezcla que comprende tabaco reconstituido y/o tabaco expandido y al menos un catalizador seleccionado de entre:

- aluminosilicato tipo SBA-15, o sus derivados
- Na-MCM-41, o sus mezclas con Fe, Ce o Zr; o sus óxidos o
- carbones activados mesoporosos.

El documento D1 divulga el uso de carbones activados con un alto volumen de mesoporos para la reducción de los componentes dañinos del humo del tabaco. Dichos carbones activados se incorporan preferentemente en forma de microbolas al filtro del cigarrillo si bien en este documento se indica que se pueden incorporar también directamente al material para fumar, entendiéndose éste como cualquier tipo de tabaco normal, reconstituido o expandido (ver pág. 56) . Sería por tanto obvio para un experto en la materia, a la vista de este documento, llegar a una mezcla que comprendiera tabaco reconstituido y un catalizador a base de un carbón activado mesoporoso como la de la presente invención con una expectativa razonable de éxito.

Por otro lado el uso de Na-MCM-41, Na-Fe-MCM-41, Na-Ce-MCM-41, Na-Zr y sus mezclas con óxidos de Fe, Zr o Ce para la reducción de componentes dañinos del humo del tabaco en mezclas de tabaco y catalizador también es conocido del documento D2, dónde se muestran ejemplos de mezclas que contienen tabaco y estos catalizadores en porcentajes que varían entre el 3 y el 7 % con respecto al peso del tabaco (ver ejemplos).

Por último el uso de aluminosilicatos del tipo SBA-15 para la eliminación o reducción de componentes tóxicos del humo del tabaco también es conocido en el estado de la técnica del documento D3, que divulga filtros de cigarrillos que contienen catalizadores de este tipo o sus formas ácidas, sódicas, intercambiadas con, Ce, Zr u óxido de Fe, para la reducción de monóxido de carbono del humo del tabaco.

Por lo tanto, la reivindicación 1 de la presente solicitud carece de actividad inventiva a la vista del estado de la técnica constituido por los documentos D1, D2 y D3 considerados por separado. (Art. 8.1 LP).

Las reivindicaciones dependientes 2 a 7 tampoco contienen características técnicas que en combinación con la reivindicación 1 confieran actividad inventiva al objeto de la presente solicitud dado que los diferentes porcentajes de catalizador empleado en la mezcla ya se conocen de los documentos D2 y D3. (Art. 8.1 LP).