

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 717 550**

21 Número de solicitud: 201731446

51 Int. Cl.:

A24D 3/04 (2006.01)

A24D 3/10 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A1

22 Fecha de presentación:

21.12.2017

43 Fecha de publicación de la solicitud:

21.06.2019

71 Solicitantes:

**UNIVERSITAT D'ALACANT / 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;
BELTRÁN RICO, María Isabel ;
ASENSIO MORANT, Javier;
MARCILLA PÉREZ, Pedro Salvador;
JUÁREZ SERRANO, Nerea;
MARTÍNEZ CASTELLANOS, Isabel;
BERENGUER MUÑOZ, Deseada;
BLASCO LÓPEZ , Inmaculada y
CALABUIG BELDA, Emilio**

54 Título: **FILTRO COMBINADO PARA LA ELIMINACIÓN DE ALQUITRANES Y COMPUESTOS
TÓXICOS DEL HUMO DEL TABACO**

57 Resumen:

Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, que se aplica sobre cualquier tipo de columna de tabaco que comprende una membrana primaria (M1) ubicada en el extremo de la columna de tabaco constituido por al menos un disco de material impermeable y que está perforada por al menos un orificio que lo atraviesa en dirección perpendicular a la sección transversal de la membrana de tal forma que la superficie perforada presenta una sección libre de paso de entre el 0,2% y el 30% del total de la sección de la membrana; una membrana exterior (M3) ubicada en el extremo en contacto con el fumador y constituida por fibra de acetato de celulosa; y que puede incorporar una membrana intermedia (M2) con forma cilíndrica formada por un material adsorbente entre la membrana primaria (M1) y la membrana exterior (M3).

ES 2 717 550 A1

DESCRIPCIÓN

**FILTRO COMBINADO PARA LA ELIMINACIÓN DE ALQUITRANES Y COMPUESTOS
TÓXICOS DEL HUMO DEL TABACO**

Campo de la invención

5

La presente patente tiene por objeto la descripción de un filtro combinado para la reducción de los alquitranes, nicotina y otros compuestos tóxicos de la corriente gaseosa de los humos del tabaco.

10

El campo de aplicación de la presente invención es el sector industrial tabacalero referido a cigarrillos y en concreto a conjuntos de filtro para uso con cigarrillos.

Estado de la técnica

15

El consumo de tabaco representa un gran problema de salud pública a nivel mundial. La toxicidad del humo del fumado de tabaco es reconocida en todos los ámbitos. A nivel científico, se puede decir que se han identificado más de más de 5600 compuestos en el humo del tabaco (The complexity of tobacco and tobacco smoke, TA Perfetti y A. Rodgman, Beiträge zur Tabakforschung International/Contributions to Tobacco Research, vol 24, No. 5 Mayo 2011), aunque esta lista puede aumentar según algunos autores hasta los 100000, los compuestos ya identificados responden a un porcentaje del orden del 99 % del humo. De entre estos compuestos, del orden de 100 están reconocidos como tóxicos o cancerígenos por la FDA (Federal Register /Vol. 77, No. 64 /Tuesday, April 3, 2012). Por ello, desde hace muchos años se está investigando intensamente en la reducción de las dosis de humo (o de compuestos tóxicos) inhaladas por los fumadores.

20

25

30

Los cigarrillos están constituidos básicamente por un cilindro de papel donde se ubica la mezcla de tabaco y un filtro. Respecto al papel, se puede decir como ejemplo, que se ha estudiado su permeabilidad, se ha modificado su combustión, por ejemplo, tal como se divulga en el documento, "Effect of potassium inorganic and organic salts on the pyrolysis kinetics of cigarette paper" de Deqing Zao y colaboradores, (Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 102 (2013) 114-123). También se han desarrollado y aplicado papeles que favorecen su autoextinción, como por ejemplo lo divulgado en el documento PCT/KR2009/003425, entre otros aspectos.

35

Respecto al tabaco, se han estudiado modificaciones genéticas con objeto de modificar la emisión de nicotina y alquitranes (WHO study group on tobacco product regulation, Report on the scientific basis of tobacco product regulations: Fifth report of a WHO group study, ISBN 978 922 4 120989 2, 2015) o la utilización de catalizadores para reducir la emisión de productos tóxicos (Reduction of tobacco smoke components yield in commercial cigarette brands by addition of HUSY, NaY and Al-MCM-41 to the cigarette rod, A. Marcilla y colaboradores, Toxicology Reports (Open access), 2 (2015b) 152-164), entre otros.

Finalmente, respecto a los filtros, se conocen diferentes patentes que describen distintas configuraciones, donde se modifica la trayectoria del humo a través del filtro, donde se emplean sustancias activas, adsorbentes del tipo de carbones activados, zeolitas, sólidos mesoporosos, capaces de reducir la inhalación de alquitranes y modificar la composición de los humos, pudiendo destacar por ejemplo el documento WO2008142420; filtros donde dichas sustancias en varios elementos incluyen además componentes químicos polares; o el documento WO2008018617 donde las sustancias adsorbentes están soportadas por materiales granulares.

También se conocen soluciones que implican filtros múltiples que combinan distintos elementos más o menos activos y con distintos diseños, donde entre dos filtros de acetato de celulosa se ubica un filtro de carbón activado, tal como se divulga en el documento US20060196513.

Se han desarrollado filtros que incluyen partículas de materiales adsorbentes uniformemente distribuidos por todo el filtro; filtros en cuya sección se incorporan ácidos grasos líquidos, como es el caso del documento TW I243026; o filtros de cigarrillos donde en las capas adsorbente comprenden matrices de resina sintética termoestable como la resina fenol-formaldehído, tal como se divulga en el documento US2003070686. Otros incluyen cilindros concéntricos de material adsorbente distribuidos en el filtro principal de acetato de celulosa; estructuras ventiladas que albergan diferentes membranas, como lo definido en el documento DE19924205658; o filtros con ranuras helicoidales que incorporan materiales adsorbentes, tal como se divulga en el documento EA200401360.

También se han desarrollado sistemas capaces de actuar sobre la hidrodinámica de la corriente del aerosol del humo del tabaco. En particular el conocido sistema "tar gard", divulgado en un gran número de patentes, a modo de ejemplo, en la patente US3434480.

En un artículo muy interesante, "The intractable cigarette 'filter problem'" (de B Harris, *Tobacco Control*, 2011 20 supl 1, i10-i16) se analiza la historia y la problemática de los filtros y se pone de manifiesto la existencia de un conflicto de intereses. Además de las dificultades técnicas en el diseño de los mismos, se abordan las estrategias de los distintos actores, empresas tabaqueras, autoridades, etc., así como el problema de costes en muchos de los diseños más sofisticados. Todas las soluciones adoptadas presentan posibles ventajas e inconvenientes y se concluye la efectividad de los filtros de acetato de celulosa, que son los que se han impuesto comercialmente, así como la eficacia de la ventilación en los mismos. No obstante, dicho artículo pone de manifiesto que el problema está todavía sin resolver, por lo que es preciso desarrollar nuevas soluciones.

Habida cuenta de las soluciones y antecedentes existentes en el estado de la técnica, la presente invención desarrolla una nueva tipología de filtro que comprende hasta tres tipos de membranas, cada una con unas características específicas, en el que la ubicación de dichas membranas es esencial para conseguir el objetivo de una mejora en los resultados de eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, pudiendo ser aplicable a cualquier tipo de cigarrillo.

20 **Descripción de la invención**

La presente invención consiste en un filtro que comprende hasta tres tipos de membranas para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco. En concreto, en el presente documento se desarrolla un estudio de la posición relativa de las membranas que conforman dicho filtro, y el tipo de materiales utilizados, obteniéndose un resultado valioso y selectivo. De este estudio se deriva que esas membranas ubicadas en esa posición mejoran los resultados de eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco.

Tal como se ha adelantado, este filtro es aplicable a cualquier cigarrillo tanto en la variedad de los elaborados comerciales, como en los tubos para rellenar, filtros para el tabaco de liar o incluso sistemas complementarios de los filtros convencionales como se describe en el presente documento.

Otro de los aspectos diferenciadores es la simplicidad y bajo coste de las membranas utilizadas, lo que genera una solución muy atractiva y fácilmente aplicable al mundo comercial.

El uso de estas membranas y su posición en el filtro permite elaborar sistemas más efectivos y a menor precio.

Por todo lo expuesto, se ha desarrollado un filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco que comprende los siguientes elementos:

- Una membrana primaria.

El primero de los elementos es una membrana impermeable que provoca la condensación de alquitranes y elimina parte de la nicotina contenida en el aerosol del humo del tabaco y que debe situarse preferentemente inmediatamente después de la columna de tabaco, en contacto con ella. Esta membrana comprende al menos un disco impermeable, discos que pueden ser de diversos materiales, e incluye una serie de orificios de pequeño tamaño.

La inclusión de esta membrana permite reducir de forma controlable la inhalación de alquitranes, y, por tanto, de nicotina y otras sustancias, cuando se fuma un cigarrillo cuyo filtro incluye este sistema. Basta con regular el número de orificios y su diámetro. Cuanto mayor sea el número de orificios y su diámetro, la cantidad de alquitranes que atraviesen la membrana será mayor, pero la pérdida de carga en el proceso de fumado será menor, debiéndose alcanzar un equilibrio entre ambos aspectos, de modo que el proceso de fumado resulte tan placentero como el de un cigarrillo convencional.

Para conseguir este efecto se dispone de una pluralidad de orificios a través de los cuales el humo sufre una aceleración y una expansión post orificio que provoca su condensación. Las características fundamentales de este sistema son el número de orificios y su diámetro, la longitud de los orificios (espesor de la membrana) y el material del que está formada, siempre que sea impermeable, no afectan a la efectividad de la misma, siempre que se sitúe a continuación de la columna de tabaco. Este hecho diferencial es el que permite que se puedan utilizar distintos materiales para su elaboración y distintos espesores, la única condición es que sean manejables según la aplicación en la que se vayan a utilizar. A modo de ejemplo se puede indicar que pueden ser de papel, cartón, cartulina, madera, plástico, metal, espuma de poro cerrado de cualquier material o cualquier otro, con la única condición de que sean impermeables y no sean tóxicos. Para la elaboración de filtros para cigarrillos comerciales, o tubos, o filtros que los incluyan,

preferentemente tiene un espesor del orden de 2 a 4 mm, aunque para aplicaciones como el tabaco de liar bastaría con incluir manualmente una membrana de papel, cartulina o cartón del orden de micras de espesor, convenientemente perforada. Por tanto, las posibilidades de aplicación de este tipo de membranas son innumerables y podrán presentar distintas variantes según el empleo final.

A modo de resumen, la membrana primaria está constituida por cualquier material no tóxico e impermeable o semipermeable, preferiblemente impermeable, fabricadas por cualquier procedimiento industrial, semi-industrial o manual, donde el material puede ser papel, cartón, madera, cerámica, acetato de celulosa, aluminio u otro metal, espumas de materiales plásticos de poro cerrado; en el que la membrana tiene forma circular o cilíndrica, de diámetro igual al de la columna de tabaco o el filtro convencional, con orificios o conductos de pequeño diámetro, que la atraviesan en dirección perpendicular a la sección circular y uniformemente distribuidos en dicha sección, situada en contacto con la columna de tabaco, entre dicha columna y las siguientes membranas, de modo que sólo permite el paso del humo del cigarrillo (o la mayor parte de él, en caso de ser semipermeable) a través de los orificios o conductos que la atraviesan. La membrana tiene una longitud (lado del cilindro) de unas micras (papel) a 10 mm, siendo preferiblemente de 1 a 3 mm, para facilitar su manejo. La membrana incluye un número de orificios de un diámetro tal que presentan una sección libre de paso entre el 0.2 y el 30 %, preferiblemente entre el 2 y el 15 %. En este sentido pueden incluir de 1 a 10 orificios, de diámetros comprendidos entre 0.5 y 1 mm, siendo preferiblemente de 2 a 5 orificios de diámetro entre 0.7 y 1.2 mm. Estos orificios tienen una sección transversal de los orificios que no es circular. Y finalmente, estas membranas pueden incluir una capa de adhesivo, o auto adhesivo, para facilitar su incorporación, especialmente en el caso de su aplicación directa por el consumidor a la columna de tabaco (T) de liar.

Estas membranas son también susceptibles de incorporar aromas o sabores del tipo del mentol, cacao, vainilla o cualquier otro aditivo, incluida la nicotina, de modo que el humo, al pasar por los orificios arrastre estas sustancias transmitiendo al fumador las correspondientes sensaciones, al tiempo que procurando una menor inhalación de alquitrans y sustancias tóxicas, y abriendo la posibilidad a un gran número de combinaciones de sabores y reducciones.

- Una membrana intermedia.

La segunda membrana está formada por un material adsorbente compuesto de sólidos del tipo de la sílice mesoporosa SBA-15, MCM-41, zeolitas o carbones activados mesoporosos, incluidos o no en una matriz permeable de material plástico o en fibras de acetato de celulosa y que actúa sobre los gases generados, adsorbiendo determinados compuestos. El material de esta segunda membrana puede incorporar aluminio u otros metales activos en su estructura, con objeto de propiciar la adsorción de determinados compuestos y reducir la inhalación de los mismos por parte del fumador.

Esta membrana puede prepararse directamente con estos materiales empleando la granulometría adecuada en una capa de un determinado espesor, o fabricarse con fibras de acetato de celulosa u otras fibras susceptibles de ser empleadas en los filtros, como fibras de algodón, a las que se incorporen estos materiales, bien por mezcla física con la fibra ya acabada, o en el proceso de fabricación de las mismas.

El efecto de este tipo de filtros resulta complementario con el de la membrana primaria, ya que puede actuar sobre determinados compuestos como el monóxido de carbono u otros especialmente presentes en la fase gas del humo del tabaco y más concretamente los más ligeros, sobre los que la condensación propiciada por dicha membrana los deja prácticamente inalterados en la corriente gaseosa.

Este tipo de membrana también permite la incorporación de sabores, aromas o nicotina, siendo más efectiva para este propósito que la membrana primaria. Por ello, la utilización conjunta de las dos membranas resulta especialmente atractiva, aunque ambas podrían utilizarse por separado.

- Una membrana exterior

El filtro incluye una membrana exterior, terciaria o tercer componente del filtro, que es la que está en contacto con la boca del fumador, que es un cilindro de la longitud adecuada de un filtro convencional y constituido por fibra de acetato de celulosa, y que puede incorporar conductos de diversas secciones u otras variedades.

Esta membrana es susceptible de incluir cápsulas de aromas, sabores o nicotina o contener dichos compuestos adsorbidos o como mezcla física de modo que se liberen en

la corriente principal al ser atravesados los filtros que los contienen por el humo del tabaco

Una de las diferencias de la utilización de la membrana primaria respecto a las boquillas
5 conocidas que utilizan ese principio y se posicionan en el extremo del filtro en contacto con la boca del fumador, es que, si esta membrana se pusiera en esa misma posición la condensación se produciría en la boca, provocando una sensación desagradable al fumador, al tiempo que podría derivar en un incremento de las consecuencias adversas para su salud bucal. Además, ocasionaría un efecto estético adverso al producir manchas de alquitrán en el
10 filtro visibles al fumador.

Por ello, las mencionadas boquillas existentes en el mercado se fabrican de materiales plásticos y disponen de un sistema para recoger dichos alquitranes y evitar el contacto con el fumador. El hecho de que puedan ser transparentes es una estrategia comercial intencionada,
15 ya que permite observar lo que son capaces de evitar al fumador, ya que lo condensado en las mismas, hubiera pasado a su organismo, en caso de no haberlas utilizado. Sin embargo, al ser boquillas para ajustar al cigarrillo, estas deben tener un diseño que permita dicho ajuste, lo que se traduce en la correspondiente complejidad y coste.

20 En la presente invención, esta membrana se sitúa a continuación de la columna de tabaco y en contacto con ella. De este modo se consigue un efecto semejante a los descritos para las boquillas mencionadas, es decir, se produce una condensación de alquitranes, que no entran en contacto con la boca del fumador, sino que quedan retenidos en las membranas que le siguen y además, el efecto visual para el fumador es igual de evidente ya que puede
25 comprobar fácilmente que el extremo del filtro en contacto con su boca está claramente más limpio que un filtro convencional que utilice este sistema. El resto de membranas que a continuación se disponen sirven para mejorar y amplificar los buenos resultados finales. Todo ello con un coste notablemente reducido y posibilitando fácilmente la dispensación de sabores o aromas al fumador.

30 Adicionalmente, estas membranas pueden ir agrupadas en libritos de papel de fumar, donde dicho envase contenga una serie de membranas del tipo descrito anteriormente, dispuestas en el propio envase de manera uniforme, siendo posible separar dichas membranas fácilmente del envase y debiendo situarlas en el externo del filtro en contacto con el tabaco.

35

En este punto se ha de indicar que las membranas anteriores se pueden fabricar por separado. Si se fabricaran por separado las primarias y secundarias podrían utilizarse directamente por el consumidor al rellenar sus tubos convencionales o al elaborar sus cigarrillos con tabaco de liar, ensamblando en su cigarrillo dichas membranas.

5 Alternativamente, pueden estar ya ensambladas en filtros comerciales que las incorporen, bien incluyendo aromas o sabores o bien en su forma neutra.

Para acabar, estas membranas pueden ser utilizadas o usadas en filtros para cualquier tipo de columna de tabaco, como por ejemplo cigarrillos convencionales, puros, puritos, cigarrillos sin filtro o los comúnmente conocidos como cigarrillos liados a mano.

Con el objeto de completar la descripción y de ayudar a una mejor comprensión de las características del invento, se presenta unas figuras donde con carácter ilustrativo y no limitativo se representa lo siguiente:

15

Fig.1 es un dibujo donde se observa de forma seccionada una columna cualquiera seguida de un filtro con la membrana primaria y exterior.

Fig.2 es un dibujo, de acuerdo con la figura anterior, donde se observa el conjunto unido de la columna cualquiera con el filtro.

20

Fig.3 es un dibujo de una sección transversal de la membrana primaria donde se observan los orificios o perforaciones realizados en la misma.

Fig.4 es un dibujo donde se observa de forma seccionada una columna cualquiera seguida de un filtro con la membrana primaria, intermedia y exterior.

25

Fig.5 es un dibujo, de acuerdo con la figura anterior, donde se observa el conjunto unido de la columna cualquiera con el filtro.

30

Descripción detallada de los modos de realización

Los experimentos de fumado se han realizado con tabaco 3R4F de la Universidad de

Kentucky. Se han utilizado las condiciones de acondicionamiento y fumado descritas en la norma ISO 3308. Para preparar los cigarrillos se ha vaciado el tabaco de los cigarrillos 3R4F. Se han utilizado siempre los mismos tubos del 3R4F al que se han incorporado los filtros descritos, bien los propios filtros (se han extraído y se han vuelto a incorporar) o bien los filtros incluyendo las correspondientes membranas (M1, M2, M3). Se ha utilizado una máquina de fumar ya conocida en este sector industrial. Se ha analizado la composición de los gases obtenidos, así como la composición de la materia condensada en unos filtros Cambridge situados a continuación de los filtros estudiados, que representa los alquitranes que inhalaría el fumador.

10

Se fuman 15 cigarrillos siguiendo las especificaciones de la norma 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 fuma hasta 4 mm del filtro).

15

Los cigarrillos se acondicionan 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.

20

Durante el proceso de fumar, el humo, incluyendo CO, CO₂ y otros productos no condensables, atraviesa el filtro del cigarrillo así como una trampa (filtro Cambridge de fibra de vidrio) donde se recogen los productos condensables que serían inhalados por el fumador. Los productos no condensables se recogen en una bolsa Tedlar para gases, ubicada detrás del filtro Cambridge, que se reserva para su posterior análisis por cromatografía de gases (GC).

25

Los productos condensables retenidos en la trampa posterior al filtro se extraen con 2-propanol, asegurándose que se recuperan todos los compuestos retenidos en la trampa. A continuación el extracto se seca con sulfato sódico y se reserva para su posterior análisis por GC.

30

La determinación del contenido en CO y CO₂ en la fracción no condensable se lleva a cabo por GC, utilizando un detector de conductividad térmica (GC-TCD) y una columna concéntrica CTRI, en un equipo SHIMADZU GC-14A, utilizando un calibrado mediante patrones externos. La cuantificación ha sido realizada calculando el factor de respuesta (gramos de compuesto/área de pico) de estos compuestos mediante la inyección de diferentes volúmenes

35

(entre 0,5 y 2,5 mL) del patrón correspondiente (monóxido de carbono, dióxido de carbono, hidrógeno, metano y oxígeno). Las condiciones del análisis son:

Gas portador: He

Temperatura del inyector: 28 °C

5 Temperatura del detector: 110 °C

Volumen inyectado: 2.5 mL

Flujo de columna constante: 40 mL/min

Programa de temperatura del horno: isoterma a 110°C

Tiempo análisis 20 min

10 El resto de componentes no condensables se analizan por GC con detector de ionización de llama (GC-FID), utilizando una columna aGAS-PRO y las siguientes condiciones:

Temperatura del inyector: 150°C

Temperatura del detector: 210°C

15 Gas portador: Helio

Volumen de muestra inyectada: 150 µL

Flujo de columna constante: 2 mL/min

Programa de temperatura del horno:

Temperatura inicial de la columna 35°C durante 10 min

20 Calentamiento hasta 100 °C con una rampa de 5°C/min

Calentamiento hasta 200 °C con una rampa de 15°C/min

Tiempo final: 10 min

Los compuestos condensables (extraídos con 2-propanol a partir de los filtros de los cigarrillos y de las trampas de humo) se analizan por GC con detector por espectrometría de masas (GC-MS), utilizando una columna HP-5MS y las siguientes condiciones:

25 Temperatura del inyector: 250°C

Gas portador: Helio

Volumen de muestra inyectada: 1 µL

30 Flujo de columna constante: 2 mL/min

Programa de temperatura del horno:

Temperatura inicial de la columna 40°C durante 5 min

Calentamiento hasta 320°C con una rampa de 12°C/min

Tiempo final: 25 min

35

Para la cuantificación de los compuestos presentes en la fase condensada del humo del tabaco se han preparado patrones de nicotina de diferentes concentraciones (entre 5 y 300 ppm). Se inyectaron en el equipo y a partir de la pendiente de la recta obtenida de la representación gráfica de la cantidad de compuesto inyectado frente al área de pico se obtuvo el valor del factor de respuesta correspondiente. Se ha utilizado el factor de respuesta obtenido para la nicotina para el resto de compuestos analizados, puesto que la nicotina es el compuesto mayoritario. La cuantificación se llevó a cabo de forma análoga para los gases, donde sí se disponía de patrones para muchos de los compuestos y se utilizó un factor de respuesta medio en los casos en los que no se disponía del factor de respuesta correspondiente. Los compuestos se han identificado utilizando la biblioteca Wiley MS.

A continuación, describiremos algunas realizaciones a modo de ejemplo del resultado de la utilización de este tipo de sistemas en experimentos de fumado.

15 **Realización 1**

En el primer ejemplo, y siguiendo lo representado en las Figuras 1, 2 y 3, se muestra el resultado de utilizar una membrana primaria (M1), consistente en un círculo de papel de filtro de 8 mm de diámetro con 2 perforaciones u orificios (1) de 0.7 mm de diámetro. Esta membrana primaria (M1) en contacto con la columna de tabaco (T) está seguida de la membrana exterior (M3). Por tanto, en este ejemplo sólo se han utilizado las membranas 1 y 3, dado el pequeño espesor de la membrana primaria (M1) utilizada, la membrana exterior (M3) no se ha modificado respecto del filtro original del cigarrillo 3R4F.

Se produce una importante condensación de alquitranes inmediatamente después de los orificios. El extremo del filtro, la membrana exterior (M3), en contacto con el fumador está considerablemente menos sucio que en el caso de no utilizar la membrana primaria (M1). La Tabla 1 muestra la cantidad de nicotina, alquitranes y monóxido de carbono recogido en la corriente gaseosa y en los alquitranes condensados en el filtro Cambridge, así como la de una serie de compuestos mayoritarios en el cromatograma correspondiente a los gases y los productos condensados. Se puede observar que se ha producido una reducción del orden del 60 % en nicotina y alquitranes. En el caso del CO y otros compuestos presentes en los gases la reducción obtenida es mucho menor.

35 Tabla 1. Reducciones (100x(mg de compuesto i, obtenidos al fumar un cigarrillo de tabaco

3R4F, con el filtro del cigarrillo 3R4F-mg de compuesto i, obtenidos al fumar un cigarrillo de tabaco 3R4F, con el filtro descrito)/ mg de compuesto i, obtenidos al fumar un cigarrillo de tabaco 3R4F, con el filtro del cigarrillo 3R4F) obtenidas al utilizar la membrana M1 de papel, con dos orificios de 0.7 mm de diámetro.

5

Compuesto	Reducción %
Alquitranes	65
Nicotina	61
CO	14
En fase condensada	
Pyridine, 4-methyl-	59
Pyrazine, methyl-	59
Furfural	60
2-Pentanone, 4-hydroxy-4-methyl-	63
Ethanol, 2-(1-methylethoxy)-	62
2-Furanmethanol	60
Pyridine, 3-methyl-	59
2-Propanone, 1-(acetyloxy)-	58
4-Cyclopentene-1,3-dione	59
Styrene	63
2-Cyclopenten-1-one, 2-methyl-	60
2-Acetylfuran	61
2(5H)-furanone	61

Pyrazine, 2,3-dimethyl-	63
2-Hydroxycyclopent-2-en-1-one	58
Pyridine, 3,5-dimethyl-	63
2,5-Dimethyl-2-cyclopentenone	66
Butanoic acid, 3-methyl-	61
Ethanol, 2-butoxy-	66
Benzaldehyde	66
Furfural, 5-methyl-	60
Pyridine, 3-ethenyl-	60
2(5H)-Furanone, 3-methyl-	61
Phenol	61
2-isopropylfuran	65
2-Cyclopenten-1-one, 2-hydroxy-3-methyl-	61
Limonene	61
2,3-Dimethyl-2-cyclopenten-1-one	65
Indeno	62
o-Cresol	64
2-Acetylpyrrole	63
Phenol, 4-methoxy-	61
3-Ethylcyclopent-2-en-1-one	66
p-Cresol	66
2 ethyl tiophene	66

ES 2 717 550 A1

Phenol, 2-methoxy-	63
2-Propanamine	64
Nicotinamide	66
3-Ethyl-2-hydroxy-2-cyclopenten-1-one	61
Benzeneacetonitrile	65
2,3-Dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-4H-pyran-4-one	65
Phenol, 2,4-dimethyl-	67
Phenol, 2,3-dimethyl-	68
Phenol, 4-ethyl-	65
Naphthalene	66
2,3-Dihydro-benzofuran	66
2-furancarboxaldehyde, 5-(hydroxymethyl)-	68
1H-Inden-1-one, 2,3-dihydro-	63
Hydroquinone	62
1H-Indole	64
4-vinyl-2-methoxy-phenol	66
1H-Indole, 3-methyl-	65
Myosmine	65
Phenol, 2-methoxy-4-(2-propenyl)-	68
Nicotyrine	65
Norsolanadiona	68
2,3'-Bipyridine	65

ES 2 717 550 A1

1,4-dihydrophenanthrene	65
Diethyl phatalate	68
Megastigmatrienone	67
2,4 dimethyl-6-(2-furyl) pyridine	68
N-propyl- nornicotine	66
Cotinine	68
5-Tetradecene	65
N(b)-formyl nornicotine	68
Neophytadiene	69
Farnesol	65
Hexadecanoic acid, ethyl ester	66
Citric acid, tributyl ester,	67
2,6,10,14,18,22-Tetracosahexaene, 2,6,10,15,19,23-hexamethyl-	68
Heptacosane	66
Triacotane	68
Octadecane	67
Tocopherol	65
Gases	
metano	5
etano	2
etileno	5

isopreno	12
benceno	14
tolueno	8
crotonaldehído	9

El número de caladas es similar en ambos casos, poniendo de manifiesto que la pérdida de presión es del mismo orden. Por otra parte, estos cigarrillos se han probado por fumadores voluntarios que han puesto de manifiesto que sus características de fumado son análogas.

5

Realización 2

Se han fumado cigarrillos utilizando filtros del mismo tipo de los descritos la primera realización (M1-2), pero con 1 (M1-1) y 3 (M1-3) orificios en la primera membrana (M1). Los resultados muestran que las reducciones son progresivamente mayores conforme disminuye el número de orificios, pero el número de caladas aumenta notablemente, de modo que con un orificio se observa una diferencia apreciable con el cigarrillo sin la membrana primaria (M1). En este caso los fumadores voluntarios pusieron de manifiesto mayor resistencia al fumado. También se han realizado experimentos donde se ha variado el diámetro de los orificios. Se puede observar que los resultados dependen de la sección libre de paso a través de los orificios. De modo que se pueden conseguir resultados similares con 2 orificios de 1 mm de diámetro ($S=1.57 \text{ mm}^2$), que con 4 de 0.7 mm ($S=1.54 \text{ mm}^2$). De todo ello, se puede concluir que estos dispositivos resultan muy efectivos para la reducción de alquitranes y nicotina del humo del tabaco. Se ha conseguido que el efecto sea fácilmente perceptible para el fumador, al estar mucho más limpio el extremo del filtro en contacto con su boca. Además, este efecto es fácilmente regulable con el número y diámetro de los orificios, debiendo ajustar la pérdida de presión de modo que no suponga gran diferencia con los filtros convencionales.

Tabla 2. Reducciones (%) obtenidas con los filtros M1-1, M1-2 y M1-3

Filtro	M1-1	M1-2	M1-3
Alquitranes	75	65	41

Nicotina	74	61	43
CO	13	14	5
número de caladas	12.5	8.7	8.5

Realización 3

5

Se han fumado cigarrillos utilizando la membrana primaria (M1) con 2 orificios de 0.7 mm de diámetro y una membrana exterior (M3) con una longitud 5 mm menor que la convencional. Los resultados obtenidos indican que la membrana primaria (M1) resulta mucho más efectiva que la membrana exterior (M3), de modo que apenas se aprecia la disminución de la longitud de dicha membrana, lo que podría suponer un ahorro en la de costes en la fabricación de filtros, al requerirse menor cantidad de material para la misma efectividad de filtrado.

10

Realización 4

15

Los ejemplos mostrados hasta ahora corresponden a experimentos donde se ha elaborado la membrana primaria (M1) con papel de filtro, en este caso se ha utilizado plancha de espuma de EVA de 2 mm de espesor, se han troquelado círculos de 8 mm de diámetro y se han realizado 2 orificios de 0.7 mm de diámetro. En este caso la longitud de la membrana exterior (M3) se ha reducido 2 mm, para compensar el espesor de M1, de modo que la longitud del sistema filtrante sea la misma que en los cigarrillos convencionales. Los resultados obtenidos son prácticamente idénticos a los obtenidos con la membrana primaria (M1) de papel de filtro con los mismos 2 orificios de 0.7 mm de diámetro. Se puede concluir que el material y el espesor de la membrana tienen un efecto reducido en su comportamiento.

20

25

Realización 5

Hasta ahora solo se han mostrado realizaciones donde se han utilizado las membranas primarias (M1) y exterior (M3). El efecto conseguido sobre el CO y los gases ha resultado muy reducido. Por ello, se han realizado distintos experimentos en los que se ha incluido la membrana intermedia (M2). Dicha membrana contiene un material adsorbente. En nuestro

30

caso se ha probado SBA-15 (M2S) y carbones activados (M2C).

Para elaborar la membrana intermedia (M2) se ha mezclado físicamente fibra de acetato de celulosa procedente de los filtros del cigarrillo 3R4F, convenientemente disgregada y cortada, con el material adsorbente a ensayar. El grado de compactación de esta membrana es un parámetro con un importante efecto sobre el comportamiento observado. En nuestro caso se han analizado en primer lugar los tres materiales adsorbentes y se han preparado las membrana de modo que la densidad aparente de las mismas fuese la misma que la del filtro original, de modo que se han eliminado 5 mm del filtro de acetato de celulosa y se han sustituido por la cantidad de mezcla de fibra de acetato de celulosa mezclada con el adsorbente en una proporción 1:1 en (esta relación es también un parámetro importante en el diseño de este tipo de filtros), introduciendo la misma masa que la del filtro sustituido. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 3.

Se puede observar, y siguiendo lo representado en las Figuras 3, 4 y 5, que todos estos materiales son capaces de incrementar la reducción observada de alquitranes y nicotina respecto del uso de la membrana primaria (M1) y exterior (M3) y, por supuesto, mucho más que la exterior (M3) por sí sola. Pero, lo que resulta más importante es la reducción en CO y otros componentes de corriente gaseosa, sobre los que la membrana primaria (M1) aportaba muy poco efecto.

Tabla 3. Reducciones (%) obtenidas con los filtros M2S y M2C

Filtro	M2S	M2C
Alquitranes	73	75
Nicotina	70	74
CO	36	47
Gases		
metano	31	41
etano	28	32
etileno	33	25

isopreno	31	40
benceno	22	37
tolueno	34	39
crotonaldehído	44	55

La compactación de estas membranas (o su densidad aparente) incrementa su efectividad, pero tiene el correspondiente efecto sobre la resistencia al fumado que ha sido puesta de manifiesto por los fumadores que han realizado las pruebas. Por ello, este parámetro, junto con el de la proporción de adsorbente y fibra, el espesor de esta membrana y la forma de preparación pueden afectar considerablemente los resultados.

Realización 6

Finalmente, en cualquiera de las dos membranas primaria (M1) o intermedia (M2) se puede incorporar de forma muy efectiva sabores y aromas o nicotina. En concreto se han realizado ejemplos incluyendo mentol tanto en la membrana primaria (M1) como en la intermedia (M2). Los resultados obtenidos muestran la misma reducción que en el caso de no utilizar mentol, pero se ha detectado en el cromatograma de los condensados un pico de gran intensidad correspondiente al mentol. Los fumadores que han probado estos cigarrillos los han encontrado totalmente similares a los mentolados comerciales.

A modo de **conclusión**, después de la realización de todas las realizaciones previamente indicadas, se destaca que aunque este tipo de estudios han sido realizados con anterioridad en este sector industrial para otros tipos de filtros, hasta la fecha no se han obtenido nunca unos resultados tan favorables tras el análisis de la utilización conjunta de las membranas del tipo de la primaria (M1), intermedia (M2) y exterior (M3) entre sí; tampoco se había analizado los resultados de estas combinaciones con la disposición de una membrana del tipo de la primaria (M1) en dicha ubicación; ni se había estudiado la posibilidad de utilización o no de una membrana del tipo de la intermedia (M2) en una posición intermedia del filtro tal como se puede observar en las Figuras, donde las Figuras 1 y 2 representan el filtro con las membranas primaria (M1) y exterior (M3), y donde las Figuras 4 y 5 representan el filtro con las membranas primaria (M1), intermedia a (M2) y exterior (M3).

REIVINDICACIONES

- 1.-Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, que se aplica sobre cualquier tipo de columna de tabaco (T), y que está **caracterizado** por que comprende:
- 5
- una membrana primaria (M1) ubicada en el extremo de la columna de tabaco y que comprende al menos un disco de material impermeable, tiene forma cilíndrica y de igual sección que la columna de tabaco (T) y está perforado por al menos un orificio (1) que lo atraviesa en dirección perpendicular a la sección transversal de la membrana, de tal forma
 - 10 que la superficie perforada presenta una sección libre de paso de entre el 0,2% y el 30% del total de la sección de la membrana; y
 - una membrana exterior (M3) ubicada en el extremo en contacto con el fumador, que tiene forma cilíndrica y que está constituido por fibra de acetato de celulosa.
- 15
2. Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que entre la membrana primaria (M1) y la membrana exterior (M3) se dispone de una membrana intermedia (M2) con forma cilíndrica formada por un material adsorbente que comprende en su composición de sólidos del tipo de la sílice SBA-15, MCM-41, zeolitas o carbones activados mesoporosos.
- 20
3. Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, según la reivindicación 2, que se caracteriza por que la membrana intermedia (M2) comprende una impregnación de sabor o aroma.
- 25
4. Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que la membrana primaria (M1) dispone de 1 a 10 orificios uniformemente distribuidos en una sección de la membrana y con un diámetro comprendido entre 0,5 y 1,5 mm.
- 30
5. Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que la membrana primaria (M1) comprende una impregnación de sabor o aroma.
- 35
6. Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, según la reivindicación 1, que se caracteriza por que la membrana primaria (M1)

comprende de una capa de adhesivo para la fijación con la columna de tabaco (T).

7. Filtro combinado para la eliminación de alquitranes y compuestos tóxicos del humo del tabaco, según la reivindicación 6, que se caracteriza por que la capa de adhesivo de la membrana primaria (M1) se fija a un filtro convencional para la elaboración de un cigarrillo de liar.
- 5

FIG.1



FIG.2



FIG.3

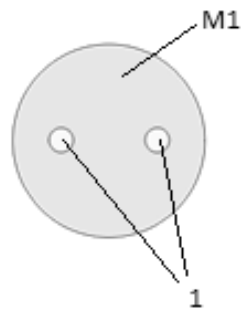


FIG.4



FIG.5





②① N.º solicitud: 201731446

②② Fecha de presentación de la solicitud: 21.12.2017

③② Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤① Int. Cl.: **A24D3/04** (2006.01)
A24D3/10 (2006.01)

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤⑥ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
A	ES 2375106 T3 (BROWN & WILLIAMSON HOLDINGS, INC.) 24/02/2012, Página 5, página 2, línea 53 – página 3, línea 15; figuras 1-4.	1-7
A	ES 2340084 T3 (R.J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY) 28/05/2010, Página 2, línea 59 – página 3, línea 15; figuras 1-4.	1-7
A	ES 2307735 T3 (COUNCIL OF SCIENTIFIC AND INDUSTRIAL RESEARCH) 01/12/2008, Página 6, líneas 29-45; reivindicación 1; Fig. 1	1-7
A	ES 2117092 T3 (H.F. & PH.F. REEMTSMA GMBH) 01/08/1998, Columna 1, línea 64 – columna 2, línea 65; reivindicaciones 1-6; Figs. 1-11.	1-7

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 nº:

Fecha de realización del informe
18.04.2018

Examinador
M. D. García Grávalos

Página
1/2

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

A24D

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, USPTO PATENT DATABASE, GOOGLE PATENTS.