

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE G.01  
SUBCLASE N



1971

388779

388779

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un<sup>a</sup>

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: TAMAG BASEL AG

RESIDENCIA: BIRSFELDEN - SUIZA

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA  
DETERMINAR BASES ORGANICAS EVAPORABLES  
EN ESPECIAL ALCALOIDES DEL TABACO"

Prioridad: Patente ..... alemana ..... n.º ..... del 4-3-70  
P 20 10 185.3

POOR  
QUALITY

388779



1971

1 El invento se refiere a un procedimiento para determi-  
nar bases orgánicas evaporables, en especial alcaloides del  
tabaco, mediante destilación por vapor de agua del material  
alcalinizado, cuyo contenido de bases orgánicas evaporables  
5 se desea analizar.

En el procedimiento conocido y seguramente más usual  
para la determinación de bases orgánicas evaporables, en  
especial alcaloides de plantas, tales como la nicotina, las  
bases son separadas del material a analizar, con anteriori-  
10 dad a la determinación cuantitativa, mediante destilación  
alcalina por vapor de agua, después de lo cual los alcaloi-  
des a determinar obtenidos en el producto destilado, por  
ejemplo, la nicotina, son separados de las impurezas por  
medio de precipitantes específicos, y se determinan por gra-  
15 vimetría o titrimetría.

Este procedimiento adolece del inconveniente de que,  
en especial con respecto a la separación de las bases a de-  
terminar y a su determinación cuantitativa, resulta oneroso  
y requiere personal adiestrado.

20 Ultimamente se lleva a cabo la determinación de la ni-  
cotina en el producto destilado -después de separadas las  
impurezas perturbadoras- por medio de fotómetros espectra-  
les o colorímetros. Tampoco esta variante del procedimiento  
conocido puede satisfacer, puesto que si bien el gasto de  
25 tiempo para una determinación es algo menor que en el méto-  
do de trabajo descrito anteriormente; sigue no obstante  
siendo elevado y relativamente caros los aparatos precisos,  
requiriendo productos químicos ajustados muy exactamente y,  
eventualmente, denominadas soluciones "estándar", a efec-  
30 tos de establecer las así denominadas "curvas de contraste".

388779



1971

1 Son conocidos también procedimientos, en los que las bases orgánicas a determinar, en especial la nicotina del tabaco, se aíslan mediante extracción con disolventes orgánicos. Con ello se obtienen generalmente valores más altos de análisis, que en la destilación por vapor de agua. El motivo de ello es que en la extracción no se extraen únicamente las bases orgánicas volátiles, sino también otros productos alcalinos de descomposición y, en especial, amoníaco y alcalinizantes, que quedan en el disolvente orgánico y falsean la determinación cuantitativa. Otro inconveniente del procedimiento de extracción estriba en que después de la extracción, que prácticamente se realiza siempre agitando al mismo tiempo, es necesario purificar la fase de extracto o de disolvente. Además es preciso destruir la emulsión que se forma regularmente en la extracción, y eliminar los perturbadores componentes colorantes con ayuda de medios de clarificación especiales, por ejemplo, filtros de cellita y carbón activo. Estos trabajos son onerosos y originan ciertas pérdidas.

20 La obtención de la nicotina con ayuda de la destilación alcalina por vapor de agua no presenta los inconvenientes descritos más arriba, pero en la forma que se viene practicando hasta ahora, resulta muy complicada y onerosa. Si después de la destilación se precipita, filtra y seca además el alcaloide, entonces esta determinación gravimétrica requiere tanto tiempo, que el procedimiento tiene que ser desechado prácticamente, sobre todo para un control continuo de fabricación o para determinaciones en serie con medios sencillos y sin necesidad de personal adiestrado.

30 El invento se ha propuesto perfeccionar el procedi-

388779



1977

1 miento del tipo descrito al principio de una manera tal,  
que pueda ser puesto en práctica con un dispositivo sencillo,  
de manera rápida e incluso por personal no adiestrado  
de manera especialmente buena. Este problema se resuelve  
5 conforme al invento, por el hecho de que el vapor caliente,  
cargado con bases volátiles, se introduce directamente en  
un disolvente, en el que se disuelven las bases orgánicas,  
preferentemente alcaloides, mientras que las bases inorgá-  
nicas son disueltas preponderantemente en una fase acuosa,  
10 que se forma a base del vapor condensado y que una vez ter-  
minada la destilación se separa de la capa orgánica, a con-  
tinuación de lo cual se determinan cuantitativamente las  
bases orgánicas volátiles contenidas en el disolvente orgá-  
nico.

15 El procedimiento conforme al invento es un procedimien-  
to modificado de destilación por vapor de agua, en el que  
los vapores obtenidos en la destilación, que contienen las  
bases orgánicas volátiles, no se condensan como hasta ahora  
mediante enfriamiento para seguir siendo tratados, sino que  
20 son introducidos directamente, sin enfriamiento previo, en  
un disolvente orgánico que preferentemente contiene tanta  
sal (electrólito) que, después de finalizada la destilación,  
se dispone de una fase acuosa saturada. La temperatura ele-  
vada de los vapores calientes de la destilación proporciona  
25 una extracción acelerada de las bases orgánicas volátiles  
en la fase orgánica. Dada la velocidad de destilación rela-  
tivamente alta, conveniente para el procedimiento del in-  
vento, se consigue al mismo tiempo un entremezclado intenso  
de la fase acuosa y la fase orgánica, de modo que la extrac-  
30 ción tiene lugar de manera especialmente rápida. En el pro-



1 cedimiento del invento se separan la capa orgánica y la  
acuosa en el colector, en cuanto ha finalizado la destila-  
ción, de manera limpia y prácticamente repentina, sin que  
sea necesario, tal como en el procedimiento de extracción  
5 empleado hasta ahora, aplicar medios y procedimientos para  
romper la emulsión.

El procedimiento del invento está caracterizado por el  
hecho de que la separación selectiva de las bases orgánicas  
volátiles a determinar, por ejemplo, alcaloides, con prefe-  
10 rencia nicotina, del material a analizar, tiene lugar en  
una sola fase de trabajo y en un mismo aparato. En el pro-  
cedimiento del invento, las bases volátiles extraídas en la  
destilación, son separadas en efecto de manera continua e  
inmediata, mediante extracción, en bases orgánicas, por  
15 ejemplo, nicotina, y bases inorgánicas, por ejemplo, amonia-  
co, pasando la nicotina (base orgánica) cuantitativamente  
a la fase orgánica. Como además, y tal como ya se ha men-  
cionado, no tiene lugar una formación de emulsión entre la  
fase orgánica y la acuosa, resulta posible separar después  
20 de la distilación, que requiere aproximadamente 10 minutos,  
las dos fases inmediatamente y de manera sencilla, por ejem-  
plo, dejando escapar la fase acuosa, y determinar entonces  
la nicotina en la fase orgánica de manera directa, por ejem-  
plo, potenciométrica o acidimétricamente.

25 Con ayuda del procedimiento del invento se determina  
preferentemente el contenido de bases orgánicas volátiles  
en tejidos vegetales triturados, especialmente en tabaco  
triturado, si bien por el procedimiento del invento se de-  
termina naturalmente también el contenido de tales bases en  
30 filtros, por ejemplo, filtros para cigarrillos y en los de-

- 6 -  
388779



1971

1 nominados productos de condensación del humo.

5 Especialmente conveniente, e incluso necesario en la mayoría de los casos, es alcalinizar el material a analizar, mezclándolo para ello con un líquido alcalinizante (lejía). A la mezcla de líquido alcalinizante y material a analizar se le puede agregar en el procedimiento del invento, tal como es usual y a efectos de una destilación cuantitativa acelerada o de una separación de las bases orgánicas volátiles, una sal inorgánica, en especial sal común.

10 Ahora bien, tal como se ha comprobado, esta última medida no es imprescindible en el procedimiento del invento, en contraposición a lo que ocurre en el procedimiento conocido, resultando ventajosa únicamente en relaciones cuantitativas altas entre líquido alcalinizante y material a analizar (por ejemplo, más de aproximadamente 20 ml de NaOH al 1 % por cada gramo de tabaco).

15 En efecto, tal como se ha comprobado, son decisivas para la velocidad de la expulsión de la nicotina en una gama relativamente amplia de la relación cuantitativa entre material vegetal y alcalinizante y/o líquido alcalinizante, sustancialmente la velocidad de evaporación o destilación, y dicha relación cuantitativa.

20 Los ensayos llevados a cabo muestran a este particular que, agregando a 1 g de tabaco a lo sumo 20 ml de líquido, se puede extraer cuantitativamente la nicotina, sin adición de NaCl, del tabaco en forma igual de rápida que si se agrega NaCl al tabaco y el alcalinizante.

25  
30 Conforme a otra forma de realización preferente del invento se emplean, por lo tanto, por cada gramo de material

- 7 -  
388779



1971

1 a analizar, a lo sumo 20 ml de líquido alcalinizante, no agregándose ninguna sal a la mezcla a destilar.

5 Tal como se ha descubierto, la nicotina es expulsada de la manera más rápida en una velocidad de destilación por vapor de 10 - 15 ml/minuto, por lo que conforme al invento se aplica preferentemente una velocidad de destilación por vapor de por lo menos 10 ml/minuto.

10 De acuerdo con una forma de realización preferente del invento contiene el disolvente orgánico en el colector convenientemente una cantidad tal de sal, con preferencia de sal común, que calculada con respecto al volumen final del producto destilado (condensado acuoso), se produzca una solución saturada.

15 Tal como ya se ha mencionado, el invento se refiere asimismo a un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento descrito anteriormente. Este dispositivo está caracterizado por el hecho de que un dispositivo de destilación por vapor de agua está comunicado, a través de un puente de destilación, con un recipiente extractor, en cuyo lugar más bajo está previsto un grifo de evacuación, y en cuyo extremo de arriba está dispuesto un refrigerador.

20 Especialmente conveniente es un dispositivo del tipo designado anteriormente, en el que el puente de destilación desemboca en un tubo dispuesto en el recipiente de extracción, y cuya otra desembocadura se encuentra en las proximidades del punto más bajo del recipiente de extracción.

25  
30 Convenientemente se dota el extremo de este tubo, que desemboca en el recipiente de extracción, con un distribuidor de gas, por ejemplo, una pieza fritada de vidrio, a

388779



1971

1 través del cual se introducen los vapores de la destilación, en forma distribuida fina y uniformemente, en el agente de extracción contenido en el colector.

5 La desembocadura del tubo, a través de la cual se introducen los vapores de la destilación en el recipiente de extracción, se dispone ventajosamente tan alta por encima del fondo del recipiente de extracción, que también al final de la destilación se encuentre todavía un poco por encima, o en todo caso insignificadamente por debajo de la  
10 capa límite entre el agente de extracción y el producto acuoso de condensación que se deposita sobre el fondo del recipiente de extracción.

15 En el recipiente de extracción del dispositivo conforme al invento, anteriormente descrito, tiene lugar una separación extractiva rigurosa entre las bases orgánicas volátiles y los componentes hidrosolubles del vapor de la destilación, en especial bases inorgánicas, además de por los motivos expuestos ya más arriba, también debido a que tienen lugar a un mismo tiempo tres extracciones, a saber, dos  
20 extracciones de gas-líquido entre los vapores de la destilación ascendentes en el recipiente de extracción y el disolvente orgánico que forma la fase continua, por un lado, y el condensado acuoso que gotea en fase dispersa a través del disolvente orgánico, por otra parte, así como una  
25 extracción de líquido-líquido entre el disolvente orgánico y el condensado acuoso, discurriendo los tres procesos de extracción prácticamente conforme al principio de contracorrente.

30 El invento será explicado a continuación a base de la forma de realización preferente de un dispositivo para la

388779



1 puesta en práctica del procedimiento conforme al invento,  
representada esquemáticamente en el dibujo.

5 El dispositivo presenta un alambique 5, en el que es-  
tá introducido, a través de un tapón esmerilado 10 asegu-  
rado por abrazaderas de alambre 7, un calentador eléctrico de  
inmersión 11. En otro tapón esmerilado 12 está insertado  
un tubo de subida 6, asegurado mediante abrazaderas de  
alambre 7. Sobre el alambique 5, y mediante otro tapón es-  
merilado 13, está montado un tubo accesorio de destilación  
10 4, del tipo de construcción conocido, sobre el que a su vez  
se halla montado un puente de destilación 3 unida con él  
a través de una unión esmerilada 14, asegurada por medio de  
dos muelles 8. El puente de destilación 3 desemboca en un  
tubo 15 que se extiende en el interior de un recipiente de  
15 extracción 1. El puente de destilación 3 y el tubo 15 están  
unidos entre sí a través de una unión esmerilada esférica  
16. El recipiente de extracción 1 está provisto, en su lu-  
gar más bajo, de un grifo de evacuación 9, y lleva un re-  
frigerador 2 asentado en una unión esmerilada 17. El extre-  
mo del tubo 15 penetra profundamente en el recipiente de  
20 extracción 1, de modo que su desembocadura 8 se encuentra  
próxima al grifo de evacuación 9.

25 De acuerdo con una forma de realización preferente del  
invento , y a efectos de realizar una determinación de ni-  
cotina, se llena primeramente el alambique 5 con agua, has-  
ta aproximadamente  $\frac{2}{3}$  de su volumen. Seguidamente se vier-  
ten en el tubo accesorio de destilación 4, 2 g de tabaco  
reducido a polvo, junto con 15 ml de una lejía de sosa al  
15 %.

30 En el recipiente de extracción 1 se vierten 50 ml de

-10 -  
388779



1        toluol, a los que se agregan aproximadamente 40 g de clo-  
ruo sódico. A continuación se montan las diversas piezas  
para obtener el dispositivo mostrado en el dibujo, y el  
calentador eléctrico de inmersión 11 se conecta a una  
5        fuente de corriente eléctrica, que no ha sido representa-  
da. La destilación puede darse por terminada, según de-  
muestra la experiencia, ya al cabo de 10 minutos, durante  
cuyo tiempo son hechos pasar al recipiente de extracción 1  
aproximadamente 130 a 150 ml de producto destilado. Al in-  
10        troducirse el producto destilado caliente en el toluol  
frío, mezclado con cloruro sódico, es extraída cuantitati-  
vamente por el toluol la nicotina arrastrada por el vapor.  
En cuanto ha finalizado la destilación, se separa riguro-  
samente la mezcla disolvente-agua, y la fase acuosa (agua  
15        con cloruro sódico disuelto en ella) es evacuada a través  
del grifo de evacuación 9. Para la determinación de la ni-  
cotina, se saca entonces el disolvente (fase de extracto)  
del recipiente de extracción, y se lleva a cabo la deter-  
minación cuantitativa por un método conocido, por ejemplo,  
20        mediante titulación acidimétrica.

Para determinar la influencia de las diversas condi-  
ciones de trabajo, en especial con respecto a la composi-  
ción de la preparación de destilación, sobre el resultado  
del análisis, se llevaron a cabo varias series de ensayos,  
25        cuyas características más importantes han sido recopila-  
das en las siguientes tablas I, II y III.

388779



T a b l a I

Relación constante de dilución en concentraciones distintas de lejía de sosa

En-sayo	Carga de destilación	Duración de la destilación	Contenido de nicotina comprobado
a)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 30%	10 min	2,67 / 2,58 %
b)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 15%	10 min	2,86 / 2,79 %
c)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 10%	10 min	2,82 / 2,84 %
d)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 5%	10 min	2,75 / 2,78 %
e)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 2%	10 min	2,71 / 2,72 %
f)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 1%	10 min	2,67 / 2,70 %

T a b l a II

Relación variable de dilución en concentraciones constantes de lejía de sosa

En-sayo	Carga de destilación	Duración de la destilación	Contenido de nicotina comprobado
a)	2 g tabaco + 20 ml NaOH al 1 %	10 min	2,67 / 2,70 %
b)	2 g tabaco + 30 ml NaOH al 1 %	10 min	2,65 / 2,62 %
c)	2 g tabaco + 40 ml NaOH al 1 %	10 min	2,59 / 2,60 %
d)	2 g tabaco + 50 ml NaOH al 1 %	10 min	2,30 / 2,15 %
e)	2 g tabaco + 70 ml NaOH al 1 %	10 min	1,94 / 1,84 %
f)	2 g tabaco + 100 ml NaOH al 1 %	10 min	1,63 / 1,62 %

388779



1971

T a b l a III

Iguales condiciones que en IIb ó d) respectivamente, si bien con adición de NaCl

Ensayo	Carga de destilación	Contenido de nicotina comprobado
a)	2 g tabaco + 30 ml NaOH al 1% + 15 g NaCl	2,60 %
b)	2 g tabaco + 50 ml NaOH al 1% + 25 g NaCl	2,71 %

De los precedentes resultados de los ensayos se desprende:

1) que en el procedimiento del invento no es necesario emplear como líquido alcalinizante una lejía tan concentrada como en los procedimientos conocidos (en los que se emplea, por ejemplo lejía de sosa, 8%, es decir, aproximadamente al 32 %, para conseguir rápidamente una expulsión prácticamente completa de la nicotina a determinar), sino que se utiliza convenientemente lejía de aproximadamente 2 a 15%, consiguiéndose incluso con NaOH de tan sólo al 1% un resultado por lo menos igual de bueno que con lejía de sosa al 30% (compárese la tabla I).

2) Que el contenido de nicotina hallado desciende de manera pronunciada cuando por cada gramo de tabaco se emplean más de aproximadamente 20 ml de líquido alcalinizante (compárese la tabla II, ensayos a) a c); por un lado, y d) a f), por otro lado), y finalmente

3) que el contenido de NaCl agregado a la mezcla de tabaco y de líquido alcalinizante que se trata de destilar no tiene ninguna influencia favorable significativa en el contenido de nicotina hallado, cuando se emplean menos de aproximadamente 20 ml de líquido alcalinizante por gramo de tabaco

388779



1 (compárese la tabla II, ensayo b), y la tabla III, ensayo  
a)), mientras que al utilizarse más de aproximadamente 20  
ml de líquido alcalinizante por gramo de tabaco, se puede  
5 impedir mediante la adición de NaCl a la carga de destila-  
ción, un descenso del contenido de nicotina comprobado en  
la determinación (compárese la tabla II, ensayo d), y la  
tabla III, ensayo b)).

Si en lugar del contenido de nicotina del tabaco se  
trata de determinar el de filtros de cigarrillos, entonces  
10 se precisa para ello un dispositivo del tipo representado  
en el dibujo, en el que el puente de destilación 3 esté  
provisto de otro tapón esmerilado 19, en el que asienta un  
embudo cuentagotas 20 con compensación de presión.

La determinación de la nicotina se realiza en este  
15 dispositivo, por ejemplo, de la manera siguiente:

En el tubo accesorio de destilación 4 se cargan 10  
filtros (cortados), 20 ml de metanol y 5 ml de  $H_2SO_4$ , des-  
pués de lo cual se monta el embudo cuentagotas 20 y se lle-  
na con lejía de sosa al 30 % ( 10 ml).

20 Después se destilan en esta forma de realización del  
procedimiento unos 100 ml en un medio ácido (sin que el re-  
cipiente de extracción 1 esté cargado todavía con agente  
extractor), se evacua el producto destilado del recipiente  
de extracción 1, y se desecha.

25 En el recipiente de extracción se vierten a continua-  
ción 50 ml de toluol y 50 g de NaCl, después de lo cual se  
agrega a gotas en el tubo accesorio de destilación 4 la le-  
jía de sosa procedente del embudo cuentagotas 20, y se si-  
gue trabajando lo mismo que en la determinación del conte-  
30 nido de nicotina descrita más arriba para el tabaco, con

388779



1971

una duración de la destilación de 10 minutos.

Para controlar la reproducibilidad de los resultados de los análisis conseguibles por el procedimiento del invento y su coincidencia con los valores determinados por métodos tradicionales, se encargó a un instituto neutral realizar análisis comparativos, determinándose una buena reproducibilidad de los valores de los análisis comprobados por el procedimiento del invento, y consiguiéndose con respecto a la coincidencia con los valores comparativos obtenidos por métodos clásicos de la determinación de la nicotina, por ejemplo, los resultados indicados en la siguiente tabla IV.

T a b l a IV

Contenido de nicotina determinado por el:			
Muestra nº.	Procedimiento del invento	Método de fotometría espectral	Método de picratos
1	1,67 %	1,68 %	1,56 %
2	1,36 %	1,35 %	1,35 %
3	2,45 %	2,44 %	2,44 %
4	0,88 %	0,87 %	0,95 %
5	2,23 %	2,17 %	2,18 %
6	1,01 %	0,90 %	0,97 %

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

388779



1971

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento y dispositivo para determinar bases orgánicas evaporables, en especial alcaloides del tabaco, mediante destilación por vapor de agua del material alcalinizado, cuyo contenido de bases orgánicas evaporables se desea analizar, caracterizado el procedimiento porque el vapor caliente, cargado con bases volatilizadas, es hecho pasar directamente a un disolvente contenido en un colector y en el que se disuelven las bases orgánicas, preferentemente alcaloides, mientras que las bases inorgánicas son disueltas preponderantemente en una fase acuosa que se forma a base de vapor condensado y que, una vez finalizada la destilación, se separa de la capa orgánica, a continuación de lo cual se determinan cuantitativamente las bases orgánicas volatilizadas que están contenidas en el disolvente orgánico.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque el material cuyo contenido de bases orgánicas evaporables se desea analizar consiste en tejido vegetal triturado, especialmente en tabaco triturado.

3. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque el material a analizar se mezcla con un líquido alcalinizante, así como eventualmente con una sal inorgánica, en especial con sal común.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque la relación cuantitativa entre el material a analizar y el líquido alcalinizante asciende a lo sumo a 1 : 20, y porque no se agrega ninguna sal a la mezcla a destilar.

5. Un procedimiento de acuerdo con al menos una de

ME

388779



1

las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la velocidad de evaporación o de destilación asciende por lo menos a 10 ml/minuto.

5

6. Un procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el disolvente contenido en el colector se mezcla con una cantidad tal de por lo menos una sal inorgánica, que ésta o éstas forme o formen con el condensado acuoso a esperar una solución saturada.

10

7. Un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento de acuerdo con al menos una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque un dispositivo de destilación por vapor de agua está unido, a través de un puente de destilación, con un recipiente de extracción, en cuyo lugar más bajo está previsto un grifo de evacuación, y cuyo extremo de la parte superior está equipado con un refrigerador, así como por el hecho de que el puente de destilación desemboca en un tubo dispuesto en el recipiente de extracción, y cuya otra desembocadura se encuentra próxima al punto más bajo del recipiente de extracción.

15

20

8. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita UN PROCEDIMIENTO Y DISPOSITIVO PARA DETERMINAR BASES ORGANICAS EVAPORABLES EN ESPECIAL ALCALOIDES DEL TABACO.

25

30

*ME*

30 JUN 1971



388779

1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de diecisiete páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 2 de marzo 1971

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

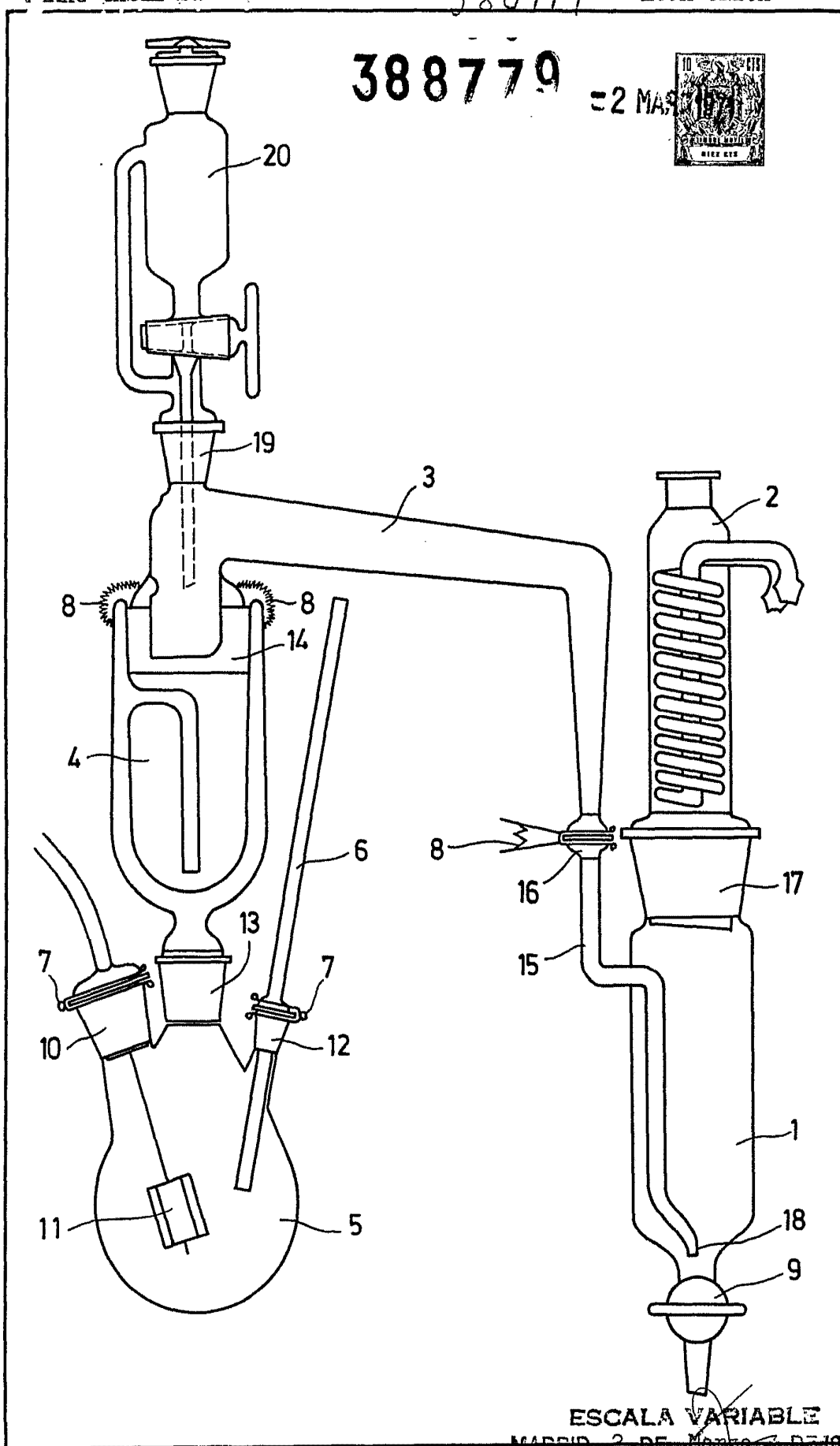
25

*Handwritten initials or mark, possibly 'E' or '3'.*

30

388779

= 2 MAR



ESCALA VARIABLE

MADRID, 2 DE Marzo DE 1971

BERNARDO URRÍA  
P. P.