

407748

1908



PATENTE DE INVENCION

Ref: ICI CASE Dt 24399-SPAIN.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

Procedimiento para incorporar nicotina con un sustituto del tabaco en forma de hojas.

=====

*Solicitante* IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

=====

La presente invención se relaciona con un método para incorporar nicotina con sustitutos del tabaco en forma de hoja.

5. Ya es conocido fabricar sustitutos del tabaco, particularmente aquellos a base o derivados de carbo-



- hidratos, por ejemplo celulosa en forma de hoja que luego es seguidamente desmenuzada en una forma apropiada para su incorporación en rellenos para cigarrillos, pipas, etc. A veces es deseable incorporar nicotina líquida o material que contiene nicotina con tal material de fumar y esto puede hacerse ya sea cuando el material está en forma de lechada antes de su fabricación en hoja o por rociado o chorreo del líquido en la hoja. La incorporación de la lechada y el secado subsiguiente lleva a una pérdida de nicotina y rociado o chorreo de líquidos que contienen nicotina en la hoja secada puede involucrar pérdidas significativas por volatilización; aumentando así en ambos casos el costo de la operación y creando un peligro de toxicidad. Una dificultad adicional es que la exposición aumentada al aire provocada por el rociado lleva a una descomposición. Por lo tanto aún el recubrimiento de nicotina por rociado es difícil de lograr.

- De acuerdo con la presente invención un método para incorporar nicotina con un sustituto del tabaco en forma de hoja comprende aplicar líquido que contiene nicotina a una superficie receptiva y luego transferir dicho líquido desde la misma a la hoja.

- La superficie receptiva puede convenientemente ser del tipo conocido en el arte de la imprenta y denominado "superficies de imprenta". Puede ser por ejemplo la superficie de un rodillo metálico plástico que ha sido apropiadamente grabada, labrada o tratada de alguna otra manera para hacerla receptiva al líquido que contiene nicotina. En particular pueden utilizarse rodillos grabados, por ejemplo de acero inoxidable. Según se desee la superficie receptiva puede extenderse a través de la superficie exterior total del rodillo o so-



- lamente a través de una porción del mismo. En este último caso sin embargo, la porción receptiva generalmente se extenderá uniformemente a través de la superficie total, de manera de que finalmente, luego de desmenuzar la hoja la nicotina se dispersa a través de todo el material.
- 5.
- El líquido que contiene nicotina puede ser nicotina pura o una solución de una sal de la misma, o una dispersión de un material que contiene nicotina. Puede ser un extracto de planta que contiene otro material. Si se desea pueden mezclarse con la misma estabilizantes y otros útiles ingredientes.
- 10.
- Es posible emplear nicotina en forma encapsulada si se desea. Siguiendo técnicas desarrolladas en la imprenta de papel y textiles puede ser deseable espesar un poco el líquido mediante inclusión de un ligante, de manera de ayudar a la recepción por la superficie receptiva. Naturalmente cualquier ligante debe tener deseablemente ningún efecto sustancialmente adverso sobre las propiedades de fumar del sustituto del tabaco. Ligantes apropiados incluyen gomas naturales y éteres de celulosa, particularmente carboximetilcelulosa y sus sales.
- 15.
- Substitutos del tabaco con los cuales puede incorporarse nicotina por el método de la presente invención incluyen aquellos pasados o derivados de celulosa.
- 20.
- Un material de fumar en particular sobre el cual el método de la presente invención puede ventajosamente practicarse es un carbohidrato modificado tal como el que se puede hacer mediante el procedimiento de la patente británica
- 25.
- 1.113.979 sometiendo carbohidrato, particularmente celulosa, a un procedimiento de degradación catalizada a una temperatura de 100 a 250°C hasta que el peso del carbohidrato degradado es menor que 90 % del peso del carbohidrato original.
- 30.



- Otro material de fumar sobre el cual el método de la presente invención puede ventajosamente practicarse es un condensado sólido hecho mediante condensación catalítica por base o ácido de un compuesto de la fórmula  $R^1COCH_2CH_2COR^2$  (I) (o un precursor del mismo) en donde  $R^1$  y  $R^2$ , que pueden ser iguales o diferentes, representan cada uno un átomo de hidrógeno, o un grupo alquilo, hidroxialquilo o formilo. Tales condensados en forma fabricadas se describen y se reivindican en la solicitud de patente británica 22270/69.
- 5.
10. Otros materiales de fumar apropiados incluyen celulosa, éteres de celulosa, por ejemplo metilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa y particularmente celulosa oxidada.
- También pueden utilizarse azúcares, almidones, alginatos, 15. petinatos, o gomas naturales.
- Las hojas utilizadas en la presente invención pueden contener otros ingredientes, particularmente ligantes rellenos inorgánicos, humectantes, catalizadores promotores de incandescencia, materiales colorantes o agentes de cohesión de ceniza.
- 20.
- El método de la presente invención puede operarse de una manera que es análoga a la técnica operada por impresores. Por lo tanto para aplicación del líquido que contiene nicotina una superficie de rodillo receptiva puede hacerse pasar a través de cubeta de dicho líquido, y el exceso eliminarse con un cuchillo doctor.
- 25.
- En la primera realización una superficie de rodillo receptiva luego de la aplicación de un líquido que contiene nicotina, se pone en contacto a presión con la hoja, por ejemplo haciendo pasar la hoja a través del pasaje formado por un ro-
- 30.



dillo en contacto con la superficie de rodillo receptiva a una posición apropiada.

5. En una segunda realización una superficie receptiva, luego de aplicación de líquido que contiene nicotina se pone en contacto con la superficie de un rodillo de transferencia, por ejemplo de goma u otro material apropiado, la hoja luego se pone en contacto con la superficie de rodillo de transferencia por ejemplo, por conducción a través del pasaje formado por un rodillo en contacto con el rodillo de transferencia a una posición apropiada.
- 10.

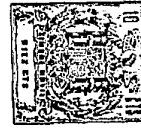
En los dibujos adjuntos:

La figura (i) es una representación gráfica de un aparato apropiado para llevar a cabo la primera realización de la presente invención.

15. La figura (ii) similarmente es una representación gráfica de un aparato apropiado para llevar a cabo la segunda realización de la presente invención.

20. Haciendo referencia ahora a la figura (i) el número 1 indica una cubeta que mantiene el líquido que contiene nicotina. 2 es un rodillo impulsado que tiene una superficie exterior receptiva sumergida en el líquido en 1, y 3 es una paleta doctor en contacto con la superficie rápidamente después que deja el líquido, 4 es un carretel para material de hoja 5, y 6 es un carretel recolector para material luego de la incorporación de nicotina. 7 es un rodillo de agarre en contacto con el rodillo 2 para poner el material en hoja del carretel 4 directamente en contacto con la superficie que mantiene la nicotina de 2. 8 es un rodillo tensor.
- 25.

30. En la figura (ii) los números 1 a 6 y 8 tienen los mismos significados que en la figura (i). 9 es un rodillo de



transferencia en contacto con la superficie que mantiene la nicotina de 2 y lleva la nicotina a través de la superficie del material en hoja 5 a medida que pasa a través del pasaje entre 9 y el rodillo de agarre impulsado 10.

5. El método de la presente invención es ventajoso con relación a métodos anteriores ya conocidos, pues reduce al mínimo los problemas de volatilidad y estabilidad durante la aplicación de nicotina, permite utilizar lechadas de sal de nicotina y permite aplicar nicotina junto con otros ingredientes, y generalmente produce recubrimientos más uniformes que los obtenibles por rociado.

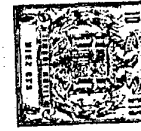
10. La presente invención se ilustra mediante los siguientes ejemplos en donde las partes son en peso:

EJEMPLO 1

15. Material en hoja preparado como se describe en el ejemplo 12 de la patente británica Nº 1.113.979 se impregnó con nicotina utilizando el aparato ilustrado en la figura (ii). La cubeta contenía 1000 partes de una solución de nicotina acuosa que comprendía 600 partes de nicotina y 400 partes de agua destilada. El sistema luego se operó a 4,3 metros por minuto. Mediante este medio se incorporaron 6 partes de nicotina con cada 94 partes de material en hoja.

20. La cantidad de nicotina que puede incorporarse en el material en hoja puede variar utilizando (a) diferentes concentraciones de soluciones de nicotina o (b) diferentes tamaños de malla de los rodillos de grabado.

25. A cada uno indica los porcentajes en peso de nicotina incorporada en el material en hoja de diferentes concentraciones de nicotina, utilizando el aparato ilustrado en la figura (ii), con un rodillo de grabado 2 que tiene una profundidad
- 30.



de indentación de malla de 0,099 mm. y que funciona a una velocidad de 4,3 metros por minuto.

T A B L A 1

Concentración de solución de nicotina %	Porcentaje de nicotina incorporada
90	8,2
70	5,7
60	5,1
50	3,8

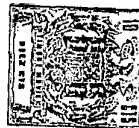
EJEMPLO 2

5. Material en hoja preparado como se describe en el ejemplo 12 de la patente británica Nº 1.113.979 se impregnó con nicotina utilizando el aparato ilustrado en la figura (1). La cubeta contenía 1000 partes de una solución de nicotina acuosa que contenía 900 partes de nicotina y 100 partes de agua destilada. El sistema luego se operó a 4,3 metros por minuto.
10. Se incorporaron 2,6 partes de nicotina por cada 97,4 partes de material en hoja.

15. La cantidad de nicotina que puede incorporarse en el material en hoja puede variar utilizando (a) diferentes concentraciones de soluciones de nicotina y (b) diferentes tamaños de malla de rodillos de grabado.

EJEMPLO 3 (comparativo)

20. 1.160 partes de un material preparado tratando por calor  $\alpha$ -celulosa en presencia de sulfamato de amonio se mezcló con 16.160 partes de agua y se molió en un desintegrador. Se agregaron a la mezcla agitada 388 partes de glicerón seguido por 227 partes de nicotina y 2000 partes de agua. Luego se agregó una mezcla seca que consistía en 708 partes de carbonato de calcio, 216 partes de bentonita y 21 partes de sulfato



5. de amonio, seguido por 517 partes de carboximetilcelulosa de sodio y 1.230 partes de magnesita y la lechada resultante se agitó durante por lo menos una hora. La lechada luego se fundió en una cinta de acero inoxidable sin fin con una temperatura de sobrecinta de 110°C y una velocidad de la cinta de 2,74 metros por minuto. El material en hoja producido por este método tenía un peso en base seca de 48-52 g/m<sup>2</sup>.

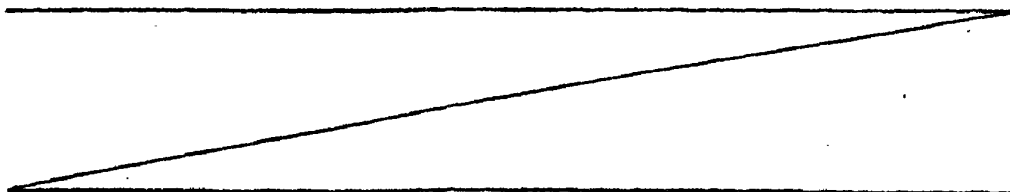
10. La hoja contenía 181,6 partes de nicotina, por lo tanto se perdieron 45,4 partes de nicotina durante las etapas de fundición y secado. Utilizando una temperatura de recubrimiento con rodillo, como se detalla en los ejemplos 1 y 2, no tuvo lugar ninguna pérdida mensurable de nicotina.

#### EJEMPLO 4

15. Material en hoja preparado de acuerdo al ejemplo 12 de la patente británica N° 1.113.979 se impregnó con nicotina utilizando el aparato ilustrado en la figura (ii). La cubeta contenía 1000 partes de una solución de nicotina acuosa que comprendía 900 partes de nicotina y 100 partes de agua destilada. El sistema luego se operó a 4,3 metros por minuto.

20. La cantidad de nicotina que puede incorporarse en la hoja puede variarse utilizando diferentes tamaños de malla de rodillos de grabado.

25. La tabla 2 indica el porcentaje en peso de nicotina incorporada en el material en hoja utilizando diferentes tamaños de malla de rodillos de grabado y diferentes concentraciones de nicotina.





T A B L A 2

<u>Concentración de solución de nicotina</u>	<u>Profundidad de Indentación de malla (mm)</u>	<u>Porcentaje de nicotina incorporada</u>
90	0,099	8,2
90	0,047	2,6
70	0,099	5,7
70	0,047	1,9
50	0,099	3,8
50	0,047	1,3
30	0,099	2,4
30	0,047	0,7

EJEMPLO 5

5. Material en hoja como se describe en el ejemplo 12 de la patente británica Nº 1.113.979 se impregnó con nicotina utilizando el aparato descrito en la figura (ii). La cubeta contenía 1000 partes de una solución de nicotina acuosa con carboximetilcelulosa de sodio como agente espesante comprendiendo 286 partes de nicotina, 57 partes de carboximetilcelulosa de sodio y 657 partes de agua destilada. El sistema luego se operó a 17,3 metros por minuto. Se incorporaron 4,2 partes de nicotina con cada 95,8 partes de material en hoja.

10. Una prueba comparativa en donde la solución de nicotina no contenía ningún agente espesante resultó en la adición de 2,1 partes de nicotina por cada 97,9 partes de material en hoja.

15. La cantidad de material que puede incorporarse en el material en hoja puede así variar aumentando la viscosidad de la solución de nicotina, como así también variando la concentración de nicotina y utilizando diferentes tamaños de malla



de rodillos de grabado.

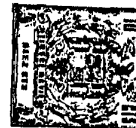
EJEMPLO 6

5. Material en hoja como se describe en el ejemplo 12 de la patente británica Nº 1.113.979 se impregnó con nicotina utilizando el aparato ilustrado en la figura (ii). La cubeta contenía 1000 partes de una solución de nicotina acuosa combinada como la sal de ácido láctico. La solución comprendía 409 partes de nicotina, 265 partes de ácido láctico y 256 partes de agua destilada. El sistema se operó a 18,3 metros por minuto. Se incorporaron 3,2 partes de nicotina por cada 96,8 partes de material en hoja.

EJEMPLO 7

15. Material en hoja preparado como se describe en el ejemplo 12 de la patente británica Nº 1.113.979 se impregnó con un extracto de tabaco rico en nicotina utilizando el aparato ilustrado en la figura (ii). La cubeta contenía 1000 partes de una solución acuosa de un extracto de tabaco que comprendía 500 partes de extracto de tabaco y 500 partes de agua destilada. El sistema luego se operó a 4,3 metros por minuto. Mediante este medio se incorporaron 4 partes de extracto con cada 96 partes de material en hoja, según se mide por el contenido de nicotina de extracto y hoja.

20. Los ejemplos precedentes ilustran todos la presente invención utilizando material en hoja que contiene carbohidrato modificado hecho por el procedimiento de la patente británica Nº 1.113.979, es decir, sometiendo carbohidrato a un procedimiento de degradación catalítica a 100-250°C hasta que el peso del carbohidrato degradado es menor que 90 % del peso del carbohidrato original. La presente invención, sin embargo, no es  
25. tá limitada al uso de este tipo de material en hoja y será evi  
30.



dente que pueden utilizarse de manera idéntica otros sustitutos del tabaco en forma de hoja, si bien naturalmente la cantidad de nicotina incorporada dependerá de las características físicas de la hoja, en particular su absorbencia.

5. Substitutos del tabaco en particular que pueden utilizarse en lugar del carbohidrato modificado en los ejemplos precedentes son  $\alpha$ -celulosa, éteres de celulosa, por ejemplo metilcelulosa, hidroxietilcelulosa, carboximetilcelulosa, celulosa oxidada o un azúcar, almidón, alginato, pectinato o goma natural.
- 10.

- NOTA -

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 19 de octubre de 1971, bajo el número 48571/71, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PRO  
CEDIMIENTO PARA INCORPORAR NICOTINA CON UN SUSTITUTO DEL TABA  
CO EN FORMA DE HOJAS; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.

25. 1ª.- Procedimiento para incorporar nicotina con un sustituto del tabaco en forma de hojas, caracterizado porque comprende aplicar un líquido que contiene nicotina a una superficie receptiva y luego transferir dicho líquido desde la misma a la hoja.

30. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracte-



rizado porque la superficie receptiva es el total o parte de la superficie exterior de un rodillo.

5. 3<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1<sup>a</sup> ó 2<sup>a</sup>, caracterizado porque el líquido que contiene nicotina se espesa mediante la inclusión de un ligante.

4<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 3<sup>a</sup>, caracterizado porque el ligante es una sustancia que no tiene un efecto sustancialmente adverso sobre las propiedades de fumar del sustituto del tabaco.

10. 5<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 3<sup>a</sup>, caracterizado porque el ligante es carboximetilcelulosa o una sal de la misma.

15. 6<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el sustituto del tabaco está basado en, o derivado de, celulosa.

20. 7<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el material de fumar comprende un carbohidrato modificado como el que puede producirse sometiendo carbohidrato a un procedimiento de degradación catalizada a una temperatura de 100 a 250°C hasta que el peso del carbohidrato degradado es menor que 90 % del peso del carbohidrato original.

25. 8<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 7<sup>a</sup>, caracterizado porque el material de fumar es un carbohidrato modificado como el que puede producirse de dicha manera a partir de celulosa.

30. 9<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>, caracterizado porque el material de fumar comprende un condensado sólido producido por condensación catalizada por base o ácido de un compuesto de la fórmula

19 OCT 1972

- 13 -

$R^1COCH_2CH_2COR^2$  (1) (o un precursor del mismo) en donde  $R^1$  y  $R^2$  que pueden ser iguales o diferentes, representan cada uno un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo, hidroxialquilo o formilo.

5. 10<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la hoja también contiene un ligante.

10. 11<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una superficie de rodillo receptiva, después de la aplicación del líquido que contiene nicotina, se pone en contacto a presión con la hoja.

15. 12<sup>a</sup>.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1<sup>a</sup> a 10<sup>a</sup>, caracterizado porque la superficie receptiva, después de la aplicación del líquido que contiene nicotina, se pone en contacto con la superficie de un rodillo de transferencia y la hoja se pone luego en contacto con la superficie del rodillo de transferencia.

20. 13<sup>a</sup>.- Procedimiento para incorporar nicotina con un sustituto del tabaco en forma de hojas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

Esta Memoria consta de 13 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

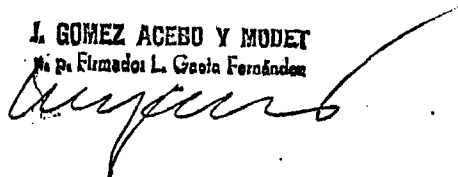
Madrid

19 OCT, 1972

25.

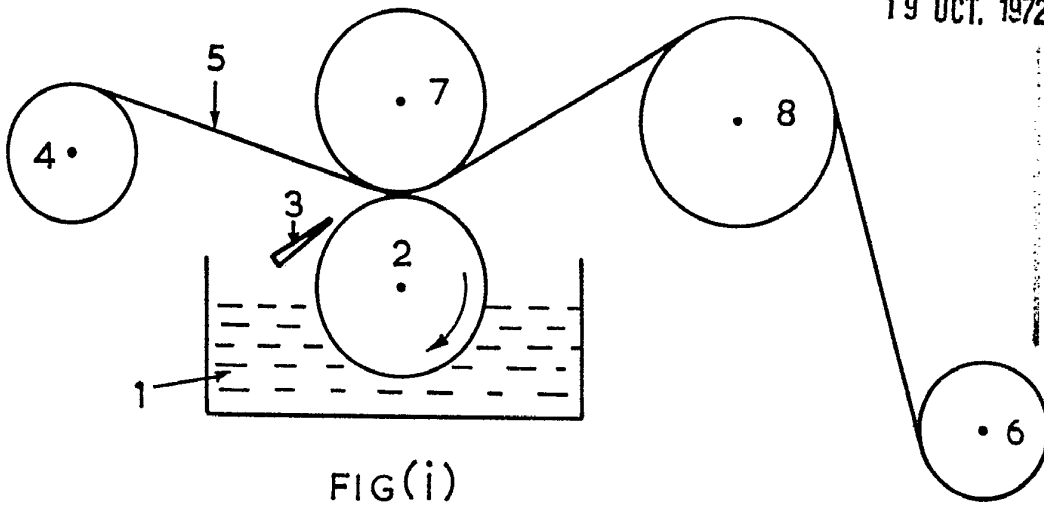
IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

L. GOMEZ ACEBO Y MUDER  
Firmado: L. Garcia Fernández



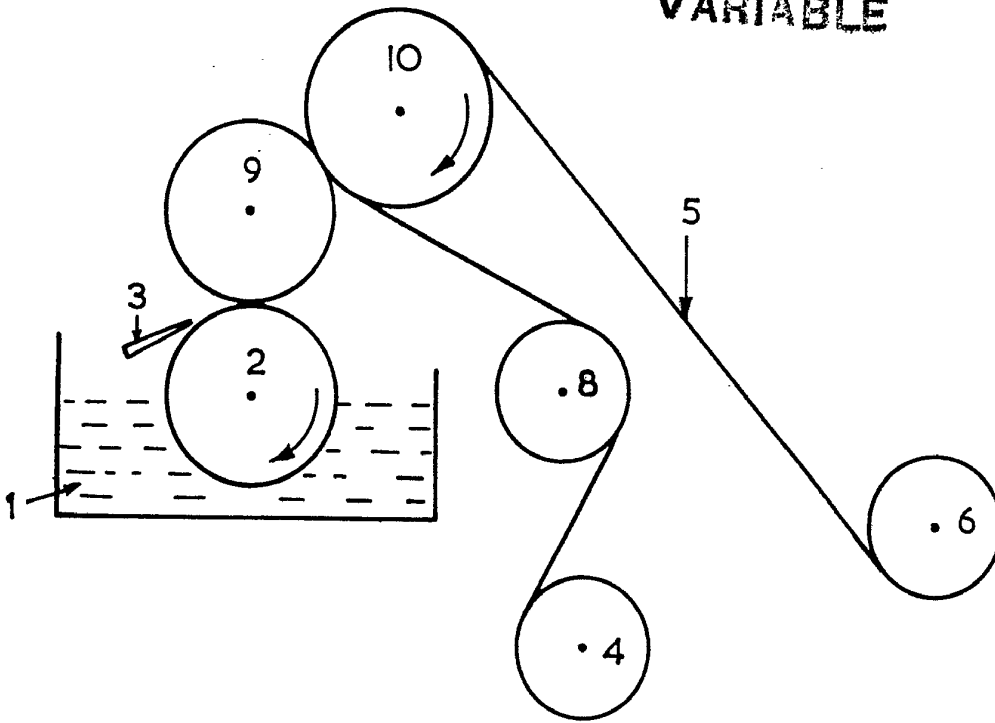


19 OCT. 1972



FIG(i)

**ESCALA  
VARIABLE**



FIG(ii)

19 OCT. 1972

Madrid

L. GONZALEZ ACEDO Y MUÑOZ  
Ingenieros de Elasmotecnia L. García Ferrández