



ESPAÑA

PATENTE DE INTRODUCCION

47) FECHA DE PUBLICIDAD	51) CLASIFICACION INTERNACIONAL A24B.
54) TITULO DE LA INVENCIÓN  "PROCEDIMIENTO PARA EXTRAER DE UN MODO SELEC TIVO Y CONSERVANDO EL AROMA LA NICOTINA DEL TABA CO CON DISOLVENTES."	
56) PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION  Patente Francesa No: 71 31 647.	
71) SOLICITANTE (S)  STUDIENGESELLSCHAFT KOHLE mbH.	
DOMICILIO DEL SOLICITANTE  Kaiser Wilhelm Platz 1, 4330 Mühlheim a.d. Ruhr, ALEMANIA FEDERAL	
72) INVENTOR (ES)	
73) TITULAR (ES)  STUDIENGESELLSCHAFT KOHLE mbH.	
74) REPRESENTANTE  D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU	

1                   La creciente necesidad de eliminar las sustan-  
cias nocivas acompañantes de los productos estimulantes con-  
dujo en el caso del tabaco desde una fase muy temprana a la  
aparición de numerosos procedimientos de eliminación paten-  
5                   tados para la eliminación de nicotina. En respectivas paten-  
tes se describe la extracción de nicotina por medio de di-  
solventes, amoniaco, etilenóxido y otros. Ninguno de estos  
procedimientos ha alcanzado hasta el momento significado -  
práctico, ya que el poder estimulante del tabaco así proce-  
10                   sado era muy escaso debido a la extracción simultánea de las  
materias aromáticas.

                  El procedimiento aquí descrito se diferencia de  
los antes mencionados porque la extracción se efectúa con ma-  
terias con bajo punto de ebullición a altas presiones y bajas  
15                   temperaturas. Se pueden utilizar compuestos como dióxido de  
carbono, hidrocarburos halogenados bajos,  $N_2O$ , argon o  $SF_6$ ,  
en los que la temperatura crítica se mantiene baja. Estos me-  
dios de extracción pueden ser aplicados en forma líquida o ga-  
seosa, según se escoja un punto inferior o superior al críti-  
20                   co.

                  Como es sabido, los gases condensados poseen po-  
der disolvente selectivo para muchas materias, como por ejem-  
plo el  $SO_2$  líquido para la nicotina, por lo que ya han sido  
propuestos para la extracción de nicotina del tabaco (paten-  
25                   te alemana 558 351). Con el presente procedimiento se descu-  
brió que, entre otras cosas, el  $CO_2$  líquido bajo un sistema  
de altas presiones es adecuado para extraer la nicotina del  
tabaco. La diferencia entre el  $CO_2$  líquido y otros disolven-  
tes aplicados de acuerdo con este invento frente al conocido  
30                    $SO_2$  líquido estriba en que frente al  $SO_2$ , tan dudoso desde el

1 punto de vista de la salud, se utilizan medios sin peligro  
para la salud. Además, al extraer la nicotina del tabaco con  
SO<sub>2</sub> líquido no sólo se extrae la nicotina, sino también -  
5 otras materias, por lo que el SO<sub>2</sub> no es suficientemente se-  
lectivo; como resultado se desnaturaliza fuertemente el taba-  
co extraído y se modifica su aroma. La utilización de óxido  
de azufre líquido tiene además la desventaja de crear proble-  
mas de corrosión en los aparatos, problemas que no se pre-  
sentan con el método de extracción descrito según este inven-  
10 to.

Como se sabe también por la literatura, el poder  
disolvente de los gases se modifica bruscamente al pasar del  
estado líquido al supercrítico. El poder disolvente aumenta  
15 además en gran medida debido a la elevada movilidad molecular  
y al aumento de la interacción molecular entre el disolvente  
y la materia a disolver, por lo que a bajas presiones se ob-  
servan huecos en la mezcla.

Según el invento se descubrió que se puede extraer  
la nicotina del tabaco de modo muy selectivo si se trabaja,  
20 por ejemplo, con CO<sub>2</sub> por encima de su punto crítico a una -  
presión de hasta aproximadamente 1500 atm, preferiblemente  
entre 70 y 350 atm, en donde la presión puede ser tanto me-  
nor cuanto más agua se añada al tabaco. Para el éxito de la  
extracción no tiene importancia si el tabaco está ya fermen-  
25 tado o no, o si viene en hojas o picadura.

El siguiente proceso ha obtenido buenos resultados  
se aumenta la humedad del tabaco al 25%, la presión aproxima-  
damente a 300 atm y la temperatura temporalmente a 70°C. A  
30 esta temperatura se desactivan los fermentos y el tabaco con-  
serva su claridad. Por medio de una bomba de circulación se

1 hace pasar el gas por encima de su punto crítico, previamente enfriado a 40°C, a través del tabaco, se elimina de modo adecuado la nicotina disuelta y se vuelve a llevar al tabaco.

5 Este ciclo se repite durante algunas horas y a continuación se devuelve a la materia su humedad inicial. De este modo se obtiene una materia que, por su aroma, no se diferencia prácticamente del tabaco no tratado y que, según su tratamiento, contiene poca o ninguna nicotina. El tabaco así obtenido contiene poca o ninguna nicotina al fumarlo.

10 La nicotina contenida está ensuciada principalmente por algunos alcaloides secundarios y puede ser fácilmente depurada por medios conocidos.

15 Este procedimiento ofrece, en comparación con la conocida extracción con dióxido de azufre líquido, no sólo una mejor eliminación de la nicotina, sino una selectividad considerablemente mayor, gracias a la cual el extracto obtenido por medio de este procedimiento, en contraposición al obtenido por métodos anteriores, está compuesto casi exclusivamente de nicotina. Por ello, el tabaco tratado según el  
20 presente invento no sufre cambios en su aroma y aspecto, mientras que con la conocida extracción con dióxido de azufre líquido se decolora fuertemente.

25 Se pueden obtener resultados parecidos a los obtenidos con CO<sub>2</sub> por encima de su punto crítico con argon, monóxido de dinitrógeno, algunos hidrocarburos halogenados de las series C<sub>1</sub> y C<sub>2</sub>, y con azufre hexafluoruro, todos ellos por encima de su punto crítico, solos o mezclados, así como con CO<sub>2</sub> por encima de su punto crítico al que se añade un  
30 poco de amoniaco.

Si se puede admitir el color marron que impone al

1 tabaco la fermentación por debajo de  $60^{\circ}\text{C}$ , se puede evitar  
trabajar con  $\text{CO}_2$  por encima de su punto crítico, lo cual re-  
sulta más sencillo a nivel operativo dadas las bajas presio-  
nes y temperaturas. El siguiente procedimiento de trabajo ha  
5 dado excelentes resultados:

Se aumenta la humedad del tabaco en un 10-25 % y  
se hace pasar  $\text{CO}_2$  líquido a una presión de 65 a 300 atm apro-  
ximadamente a través de la materia. Como este proceso puede  
ser llevado a cabo a temperatura ambiente, no se presentan  
10 problemas de intercambio de calor. La nicotina se enriquece  
con el  $\text{CO}_2$  líquido circulante, que luego es cortado y evapo-  
rado en la recuperación. El residuo está formado principal-  
mente por la nicotina con impurezas de alcaloides secunda-  
rios y una parte mínima de materias extraídas. El aroma del  
15 tabaco así procesado no se diferencia del de la materia no  
tratada y es similar al del tabaco tratado con  $\text{CO}_2$  por enci-  
ma de su punto crítico. Se obtienen resultados parecidos tra-  
bajando, en vez de con  $\text{CO}_2$ , con  $\text{N}_2\text{O}$  líquido, hidrocarburos  
halogenados líquidos de las series  $\text{C}_1$  a  $\text{C}_4$ , con  $\text{SF}_6$  líquido  
20 o con  $\text{CO}_2$  líquido al que se añade una pequeña cantidad de  
amoníaco.

Otro procedimiento de trabajo, especialmente pre-  
ferido permite mantener los componentes aromáticos en el ta-  
baco en una medida que hasta ahora parecía imposible. Según  
25 este procedimiento, en la primera fase se extraen del taba-  
co seco por medio de un tratamiento con gases secos por en-  
cima de su punto crítico sólo los componentes aromáticos  
más una cantidad negligible de nicotina, que son vertidos en  
un recipiente, en el que se lleva al gas por debajo de su pun-  
30 to crítico licuándolo.

1 En la segunda fase y una vez quitado el aroma, se  
extrae del tabaco húmedo la nicotina por medio de un circui  
to de gas húmedo por encima de su punto crítico, y ésta es  
5 vertida en un recipiente separado donde es recibido por un  
medio de absorción, como ácido sulfúrico diluido, o por ad  
sorción en carbón activo, o por licuación del gas. Una vez  
secado el tabaco hasta obtener el grado deseado de humedad,  
se llevan al tabaco en la tercera fase los componentes aro  
máticos extraídos en la primera fase; con ello se obtiene  
10 un producto con un contenido de nicotina pequeño o nulo se  
gún el procedimiento escogido y que no se diferencia del pro  
ducto original ni por su aroma, su color o su estructura.

Para este procedimiento el medio de extracción pre  
ferible es el dióxido de carbono, pero también se puede uti  
lizar óxido nitroso, hexafluoruro de azufre, argon, cloro  
15 trifluorometano y otros hidruros halogenados bajos.

La densidad del tabaco es en cualquier caso de -  
0,1 - 0,3 Kg/l.

La determinación del contenido de nicotina se efec  
20 túa por el método Pikrat (véase Handbuch der Lebensmittelche  
mie, vol. VI, 1970, pág. 320).

Práctica:

1. Trabajo por encima del punto crítico:

25 a) La Figura 1 presenta el dispositivo para trabajar por en  
cima del punto crítico. Este procedimiento de trabajo se ca  
racteriza porque el medio de extracción es llevado al reci  
piente 1 en condiciones por encima de su punto crítico, flu  
ye a través del tabaco contenido en él y extrae la nicotina.  
La separación sin interrupción de la nicotina procede a con  
30 tinuación llevándose el producto de extracción al recipiente

1 2 donde se expande y enfría, es decir, donde es llevado por  
debajo de su punto crítico. Con ello se licúa y modifica sus  
propiedades disolventes, y la nicotina se separa. Regulando  
la temperatura se mantiene en el recipiente 2 al trabajar -  
5 con  $\text{CO}_2$  entre 0 y  $+25^\circ\text{C}$ . El  $\text{CO}_2$  que se encuentra en la cáma-  
ra de vapor en la fase líquida está casi libre de nicotina y  
es aspirado por un compresor 3 a través de un recuperador tér-  
mico 4, que eleva la temperatura del  $\text{CO}_2$  hasta por lo menos  
 $+35^\circ\text{C}$ , por lo que es comprimible a altas presiones. El dispo-  
10 sitivo permite así volver a llevar al extractor disolventes  
casi puros. Para este procedimiento de trabajo se pueden uti-  
lizar los siguientes extractores:  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{SF}_6$ ,  $\text{CHF}_3$ ,  $\text{CClF}_3$   
Ar,  $\text{CBrF}_3$ ,  $\text{CF}_2=\text{CH}_2$ ,  $\text{CF}_3-\text{CF}_2-\text{CF}_3$ . Son preferibles  $\text{N}_2\text{O}$ ,  $\text{SF}_6$ ,  
 $\text{CClF}_3$  y Ar, pero en especial  $\text{CO}_2$ .

15 b) Para trabajar con hidruros halogenados bajos se utiliza un  
aparato como el de la Figura 2, en el que no se trabaja con  
continuidad sino en extracciones separadas. El recipiente 1  
se carga con tabaco, y el recipiente 2 con una cantidad deter-  
minada de hidruros halogenados. Mediante el calentamiento de  
20 2 el contenido pasa a 1 y, cerrando las válvulas 4 y 5, el  
contenido de 1 se calienta y mezcla. El disolvente se preci-  
pita a través del filtro 7 en el dispositivo enfriado 3. Den-  
tro de éste se evapora lentamente y queda el extracto. Este  
proceso se repite hasta que se alcanzan los valores deseados  
25 en el material. El aparato según la Figura 2 es apropiado -  
principalmente tanto (L) para trabajos por encima del punto  
crítico como (P) para trabajos por debajo del punto crítico.  
En este segundo caso se comprime la columna disolvente de 1  
al dispositivo 3 con presión  $\text{N}_2$ .

30

Todos los medios de extracción mencionados se pue

1 den utilizar también en este caso; los medios de extracción  
pueden ser los siguientes: para (A):  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ , Ar,  $\text{SF}_6$ ,  $\text{CHF}_3$ ,  
 $\text{CF}_4$ ,  $\text{CClF}_3$ ,  $\text{CBrF}_3$ ,  $\text{CF}_2=\text{CH}_2$ ,  $\text{CF}_3-\text{CF}_2-\text{CF}_3$ ; para (B):  $\text{CO}_2$ ,  $\text{N}_2\text{O}$ ,  
5  $\text{SF}_6$ ,  $\text{CHF}_3$ ,  $\text{CHClF}_2$ ,  $\text{CHCl}_2\text{F}$ ,  $\text{CClF}_3$ ,  $\text{CCl}_2\text{F}_2$ ,  $\text{CCl}_3\text{F}$ ,  $\text{CBrF}_3$ ,  
 $\text{CFCl}=\text{CF}_2$ ,  $\text{CF}_2=\text{CH}_2$ ,  $\text{CH}_3-\text{CF}_3$ , octafluorociclobutano,  $\text{CF}_3-\text{CF}_2-\text{CF}_3$ .

c) La Figura 3 muestra una modificación del aparato según la  
Figura 1. El circuito principal consiste en este caso solo  
de un recipiente de extracción 1, de un compresor 2 y de un  
recuperador térmico 3. Por derivación puede ser desviada una  
10 cantidad mayor o menor de medio cargado de extracto constan  
temente del circuito principal y el extracto en 4, de modo  
similar que en el aparato según la Figura 1, puede ser sepa  
rado. Este dispositivo es recomendable cuando el poder disol  
vente del medio de extracción utilizado es grande y sólo hay  
15 que liberar una porción relativamente pequeña del extracto.  
Como medios de extracción pueden utilizarse las sustancias  
enumeradas en a).

d) La Figura 5 muestra otra posibilidad para separar la nico  
tina del medio de extracción. Corresponde aproximadamente a  
20 la Figura 3. El recipiente 4 en derivación es sustituido por  
una columna de adsorción 4. Esta puede ser cargada con carbón  
activo, intercambiadores de iones, óxido de aluminio, gel si  
lícico o tierra infusoria impregnada, así como con cribas mo  
leculares, como zeolitas, que extraen por adsorción la nicoti  
25 na del medio situado en la derivación. En este contexto sólo  
se utilizan sustancias intercambiadoras de iones por su capaci  
dad de adsorción, por lo que no tiene importancia su forma.  
Esta disposición presenta la ventaja de que también en la de  
rivación se puede trabajar por encima del punto crítico. La  
30 regeneración de la columna de adsorción se realiza con sosa

1 cáustica rebajada, el lavado con ácido clorhídrico rebajado  
y el secado a aproximadamente 110°C. Como medios de extrac-  
ción pueden utilizarse todas las combinaciones enumeradas ba-  
jo b) d).

5 2. Trabajo por debajo del punto crítico, Figura 4:

En este caso se modifica el aparato de la Figura 1, de modo  
que el recipiente 2 está también lleno de gas líquido y se  
sustituye el compresor por una bomba de gas líquido. Debido  
a la acumulación gradual de nicotina en el disolvente, la re-  
10 lación disolvente:tabaco deberá ser mayor que en el caso de  
trabajar por encima del punto crítico, a fin de obtener el  
mismo contenido final de nicotina en el tabaco. Como medios  
de extracción se pueden utilizar todas las combinaciones enu-  
meradas bajo b) B ).

15 3. Procedimiento trifásico, Figura 6:

El aparato utilizado consta en lo esencial de unos recipien-  
tes A a D, de unos intercambiadores de calor W1 a W5 y de un  
dispositivo de transporte F, que según la realización del  
proceso puede ser un compresor o una bomba de gas líquido.  
20 En G se lleva el gas del aparato utilizado para la extrac-  
ción. El recipiente A está cargado con tabaco seco, el reci-  
piente C contiene agua y el recipiente D preferiblemente áci-  
do sulfúrico 2n, pero también se pueden utilizar soluciones  
acuosas de ácido pícrico o ácido silicovolfrámico para la re-  
25 cogida de nicotina.

Primera fase:

30 Se lleva al recipiente A gas seco por encima de su punto crí-  
tico que extrae del tabaco los componentes aromáticos; en el  
recipiente B tiene lugar su separación al ser llevado el gas  
por debajo de su punto crítico, es decir, al ser licuado. An

1 tes de volver a entrar en el recipiente A, el gas es vuelto  
a llevar por encima de su punto crítico. El circuito discurre  
a través del intercambiador térmico W1, las válvulas 3 y  
4, el recipiente A, las válvulas 5 y 6, el intercambiador térmico  
5 W2, el recipiente B, la válvula 8 y el intercambiador  
térmico W4; todas las demás válvulas y salidas están cerradas.

Segunda fase:

10 La nicotina es extraída del tabaco, libre de aroma, por medio  
de un gas húmedo por encima de su punto crítico. El circuito  
es isotérmico. La nicotina del tabaco del recipiente A recogida  
por el gas es transformada en sal por el ácido sulfúrico  
contenido en el recipiente D. El gas libre de nicotina abandona  
15 el recipiente D con un grado de humedad que humidifica  
el tabaco del recipiente A; Se ha demostrado que el gas no  
arrastra en absoluto ni ácido sulfúrico ni sal de nicotina  
con ácido sulfúrico.

20 El circuito discurre desde el dispositivo de transporte F a través  
del intercambiador térmico W1, la válvula 1, el recipiente de agua C,  
las válvulas 2 y 4, el recipiente A las válvulas 5 y 7, el intercambiador  
térmico W3, el recipiente D, la válvula 9 y el intercambiador térmico W4;  
todas las demás válvulas y salidas están cerradas. En cuanto el  
contenido de nicotina del tabaco alcanza el grado deseado, la tem-  
25 peratura del recipiente D desciende unos 10 a 20°C por debajo  
de la temperatura en el recipiente A, pero permanece por encima  
del punto crítico. Con ello se logra que la cantidad de agua  
absorbida por el tabaco vuelva al recipiente D, y que el  
30 tabaco se seque hasta alcanzar el grado deseado de humedad.

Tercera fase:

1 En esta fase de devuelven los componentes aromáticos anterior  
mente separados en el recipiente B al tabaco en el recipiente  
A; Esto tiene lugar mediante un cambio de polaridad del cir-  
cuito en la primera fase, es decir, se deja que el gas por  
5 encima de su punto crítico fluya a través del recipiente B,  
con lo que el gas absorbe las materias aromáticas, y luego se  
lleva al gas en el recipiente A reduciendo la temperatura y  
la presión por debajo de su punto crítico, con lo que se li-  
cúa y se separa el gas y las materias aromáticas impregnan el  
10 tabaco. El circuito discurre desde el dispositivo de transpor-  
te F a través del intercambiador térmico W1, las válvulas 3,  
10,11,6, el intercambiador térmico W2, el recipiente B, la  
válvula 12, el intercambiador térmico W5, la válvula 13, el  
recipiente A, las válvulas 14 y 15 y el intercambiador térmico  
15 W4; las demás válvulas y salidas están cerradas.

En una de las variantes del procedimiento descrito  
la separación de la nicotina del medio portador en la segunda  
fase puede realizarse por medio de absorbentes adecuados, co-  
mo por ejemplo carbón activo.

20 También se puede lograr la separación de nicotina  
en la segunda fase si, expandiendo el gas, se lleva la pre-  
sión y la temperatura del gas en el recipiente vacío B por de-  
bajo de su punto crítico, con lo que se licúa, se separa y  
se precipita la nicotina. El gas libre de nicotina que queda  
25 en la cámara sobre el líquido es llevado a continuación en el  
compresor F y en los intercambiadores térmicos por encima de  
su punto crítico.

30 En el caso de aplicarse estas dos variantes, se  
utiliza la reserva de agua del recipiente C para humedecer el  
tabaco.

1 Ejemplo 1

1 Kg. de tabaco de Virginia (contenido regulado de agua 25 %) es bañado en el dispositivo de la Figura 1 por CO<sub>2</sub> por encima de su punto crítico a 70°C y 300 atm ( $\rho_{CO_2} \approx 0,7 \text{ g/cm}^3$ ). Relación ponderal CO<sub>2</sub>: tabaco es desde 6,3:1 hasta 4,9:1.

5 Tras el tratamiento el contenido regulado de nicotina del tabaco es de 0,08 % en seco. El valor inicial era de 1,36 % en seco. No se diferencia por su aroma del material original.

10 Ejemplo 2

1 kg de tabaco de Virginia (contenido regulado de agua 15 %) es tratado en el dispositivo según la Figura 1 con CO<sub>2</sub> a +50°C y 1000 atm ( $\rho_{CO_2} \approx 1 \text{ g/cm}^3$ ). La relación ponderal CO<sub>2</sub>: tabaco es entre 9:1 y 7:1. Tras el tratamiento el contenido de nicotina del tabaco es de 0,12% en seco. El valor inicial es el mismo que en el ejemplo 1. No se diferencia por su aroma del material original.

15 Ejemplo 3

1 kg de tabaco de Virginia (contenido regulado de agua 20 %) es tratado en un dispositivo como en la Figura 1 a +70°C y 250 atm con CO<sub>2</sub>, al que se ha añadido 5 pes.-% NH<sub>3</sub>. La relación ponderal CO<sub>2</sub>: tabaco es entre 6,5:1 y 4,9:1. Tras el tratamiento se insufla en el tabaco durante 30 min. CO<sub>2</sub> puro a temperatura ambiente para eliminar el amoníaco. Se necesitan unos 200 Nl CO<sub>2</sub> por kg. de tabaco. Contenido final de nicotina: 0,03 % en seco. El aroma no sufre modificaciones.

25 Ejemplo 4

1 kg de tabaco oriental (contenido regulado de agua 25%) es tratado en el dispositivo de la Figura 5 de modo análogo al ejemplo 1 a +20°C y 325 atm. con argon. ( $\rho_{Ar} \approx 0,5 \text{ g/cm}^3$ ).

30 La relación ponderal Ar: tabaco es entre 4,5:1 y

1 3,5:1. Contenido de nicotina tras el tratamiento: 0,15 % en seco. El aroma no sufre modificaciones.

Ejemplo 5

5 Se tratan respectivamente 1 kg de tabaco oriental (contenido regulado de agua 12%) en el dispositivo de la Figura 2, uno por debajo del punto crítico a 25°C y aprox. 28 atm, y el otro por encima del punto crítico a 60°C y aprox. 250 atm. con trifluoromonoclorometano. La relación ponderal disolvente: tabaco es entre 11:1 y 8:1, o en su caso 6,5:1 a 5:1. Se alcanzan contenidos de nicotina de 0,2 % o 0,11 % en seco. No se modifica el aroma.

Ejemplo 6

15 En el dispositivo de la Figura 4 se hace pasar a través de 1 kg de tabaco oriental (contenido regulado de agua 25 %) a 28°C y aprox. 65 atm. N<sub>2</sub>O líquido. La relación ponderal N<sub>2</sub>O: tabaco es entre 5:1 y 3,8:1. Contenido de nicotina tras el tratamiento: 0,08% en seco.

El aroma no sufre alteraciones.

Ejemplo 7

20 1 kg de tabaco de Virginia (contenido regulado de agua 20 %) es tratado en el dispositivo de la Figura 3 a 70°C y aprox. 300 atm. con SF<sub>6</sub> por encima de su punto crítico. Se deriva el 20 % del medio para aislar el extracto y depurar el disolvente. La relación ponderal SF<sub>6</sub>: tabaco es entre 10:1 y 6:1. Contenido de nicotina tras el tratamiento: 0,09% en seco. El aroma no sufre alteración.

Ejemplo 8

30 En este ejemplo se utiliza el dispositivo de la Figura 6 para realizar el procedimiento trifásico antes descrito. Como medio de extracción se utiliza anhídrido carbónico. El reci-

1 recipiente A se llena con 1 kg de tabaco del Brasil con un conte-  
nido de nicotina del 3,72 % en seco. A continuación se enume-  
ran las condiciones de trabajo para las distintas fases (los  
índices A, B y D se refieren a los valores en los recipientes  
5 correspondientes):

Primera fase: El circuito trabaja durante 6 horas con un rendi-  
miento de 15 kg CO<sub>2</sub> a la hora.

Temperatura:  $t_A = 60^{\circ}\text{C}$ ;  $t_B = 25^{\circ}\text{C}$ .

Presión:  $P_A = 330 \text{ atm}$ ;  $p_B = 63 \text{ atm}$ .

10 Segunda fase: El circuito trabaja durante 16 horas en condi-  
ciones isobáricas e isotérmicas; en el recipiente D hay áci-  
do sulfúrico 2n.

Temperatura:  $t_A = t_B = 60^{\circ}\text{C}$ .

Presión:  $P_A = 350 \text{ atm}$ ;  $p_B = \text{aprox. } 60 \text{ atm}$ .

15 Tercera fase: El circuito trabaja durante 4 horas.

Temperatura:  $t_A = 25^{\circ}\text{C}$ ;  $t_B = 60^{\circ}\text{C}$ .

Presión:  $P_A = 63 \text{ atm}$ ;  $p_B = 330 \text{ atm}$ .

Una vez vaciado el aparato se obtiene un tabaco  
que sólo contiene 0,07% de nicotina en seco, y que por lo tan-  
20 to puede ser considerado sin nicotina según los valores norma-  
les. No se diferencia del material original ni por su aroma  
color ni estructura.

Se obtienen resultados análogos utilizando como me-  
dio de extracción monóxido de dinitrógeno, hexafluoruro de  
25 azufre, clorotrifluorometano o argon.

En resumen la Patente de Introducción que se soli-  
cita, deberá recaer sobre las siguientes:

#### REIVINDICACIONES

30 1.- Procedimiento para extraer de un modo selecti-  
vo y conservando el aroma la nicotina del tabaco con disolven

1 tes, caracterizado porque se extrae el tabaco con disolventes  
inertes ya sea en estado líquido a una presión a partir de  
la presión de equilibrio o en estado por encima del punto -  
crítico a unas temperaturas intermedias entre la temperatura  
5 crítica del disolvente en cuestión y aprox. 100°C.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque se utiliza CO<sub>2</sub> líquido o por encima de su  
punto crítico.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracte-  
10 rizado porque se utiliza N<sub>2</sub>O líquido o por encima de su -  
punto crítico.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque se utiliza argon por encima de su punto  
crítico.

5.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
15 racterizado porque se utiliza hexafluoruro de azufre líquido  
o por encima de su punto crítico.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque se utilizan hidrocarburos halogenados ba-  
20 jos.

7.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
6, caracterizado porque se hace fluir a través de un reci-  
piente de extracción lleno de tabaco un medio de extracción  
por encima de su punto crítico, luego se deja evaporar éste  
25 en un segundo recipiente con enfriamiento adicional, con lo  
que se lleva por debajo de su punto crítico y se licúa para  
separar la nicotina extraída, se absorbe de la fase gaseosa  
sobre la fase líquida el medio de extracción gaseoso, se ca-  
lienta por medio de intercambiadores térmicos por encima de  
30 la temperatura crítica y se comprime con un compresor, que

1 sirve a la vez como bomba transportadora, hasta alcanzar la  
presión deseada para ser llevado a continuación al recipien  
te de extracción.

5 8.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
6, caracterizado porque se sitúa en un recipiente de extrac-  
ción lleno de tabaco una cantidad determinada de medio de ex-  
tracción, cerrándolo después y  $\alpha$ ) se extrae tras calentarlo  
por encima del punto crítico o  $\beta$ ) elevando la presión con ni-  
trógeno en estado líquido por debajo de su punto crítico, a  
10 continuación se hace pasar el medio de extracción a través  
de un filtro a un dispositivo dejándolo evaporar aquí hasta  
que queda el extracto, y el procedimiento se puede repetir  
todas las veces que se desee.

15 9.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
6, caracterizado porque se hace fluir un medio de extracción  
por encima de su punto crítico a través del tabaco contenido  
en un recipiente de extracción, se deriva una parte del me-  
dio, se separa de éste el extracto según el procedimiento de  
la reivindicación 7, y se vuelve a llevar el medio de extrac-  
20 ción purificado al circuito principal, de modo que no se so-  
brepase en éste un determinado grado de concentración del ex-  
tracto.

25 10.-Procedimiento según reivindicaciones 1 a 6,  
caracterizado porque se hace fluir un medio de extracción  
por encima de su punto crítico a través del tabaco contenido  
en un recipiente de extracción, se deriva una parte del me-  
dio, se elimina de esta parte el extracto por adsorción con  
óxido de aluminio, gel silícico, carbón activo, sustancias  
intercambiadoras de iones, gel de sílice impregnado o cribas  
30 moleculares, como zeólitas, y se lleva el medio de extrac-

1 ción así purificado al circuito principal, de modo que no se  
sobrepase en éste un determinado grado de concentración del  
extracto.

5 11.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
6, caracterizado porque el medio de extracción se bombea úni-  
camente en estado líquido en un circuito consistente en un  
recipiente de extracción lleno de tabaco, un recipiente tam-  
pón y una bomba de circulación, porque a continuación se se-  
para totalmente el medio de extracción y se obtiene el extrac-  
10 to evaporando el medio de extracción.

15 12.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a  
6, caracterizado porque se hace fluir en circuito a través  
del tabaco contenido en un recipiente de extracción un medio  
de extracción seco por encima de su punto crítico, se separan  
las materias aromáticas en un segundo recipiente al descomprim-  
mir y enfriar el medio de extracción por debajo de su punto  
crítico, se hace fluir a través del tabaco el medio de extrac-  
ción húmedo por encima de su punto crítico, se separa la nico-  
tina en un tercer recipiente del medio de extracción, y por  
20 último el medio de extracción por encima del punto crítico  
recoge los componentes aromáticos del segundo recipiente, de-  
volviéndolos al tabaco al licuarse el medio de extracción.

25 13.- Procedimiento según la reivindicación 12, ca-  
racterizado porque se saca del flujo de medio de extracción  
húmedo en el tercer recipiente la nicotina por medio de áci-  
do sulfúrico rebajado.

30 14.- Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la patente de Introducción que se solicita  
por: PROCEDIMIENTO PARA EXTRAER DE UN MODO SELECTIVO Y CON-  
SERVANDO EL AROMA LA NICOTINA DEL TABACO CON DISOLVENTES.

1

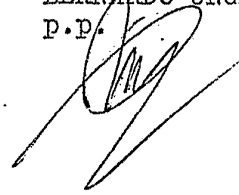
Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de diez y ocho páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

5

Madrid, 18 Febrero de 1.977

BERNARDO UNGRIA

P.P.



10

15

20

25

30

Fig.1

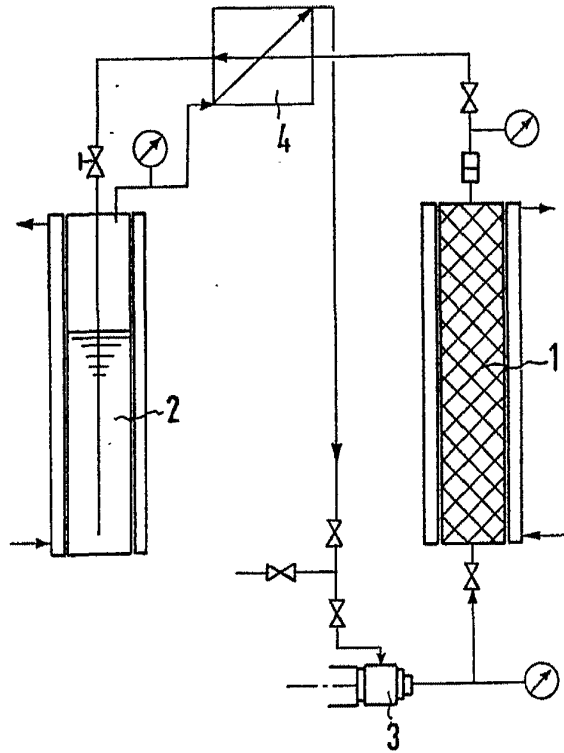
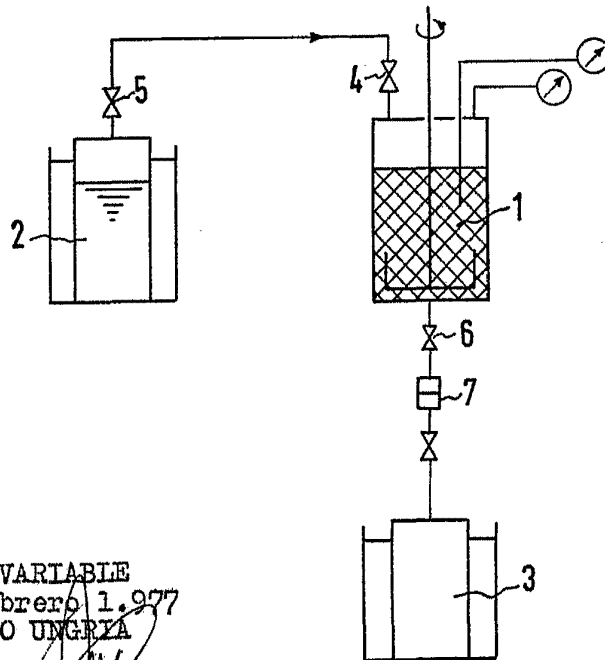


Fig.2



ESCALA VARIABLE  
Madrid, 18 Febrero 1.977  
BERNARDO UNGRZA  
P.P.

Fig.3

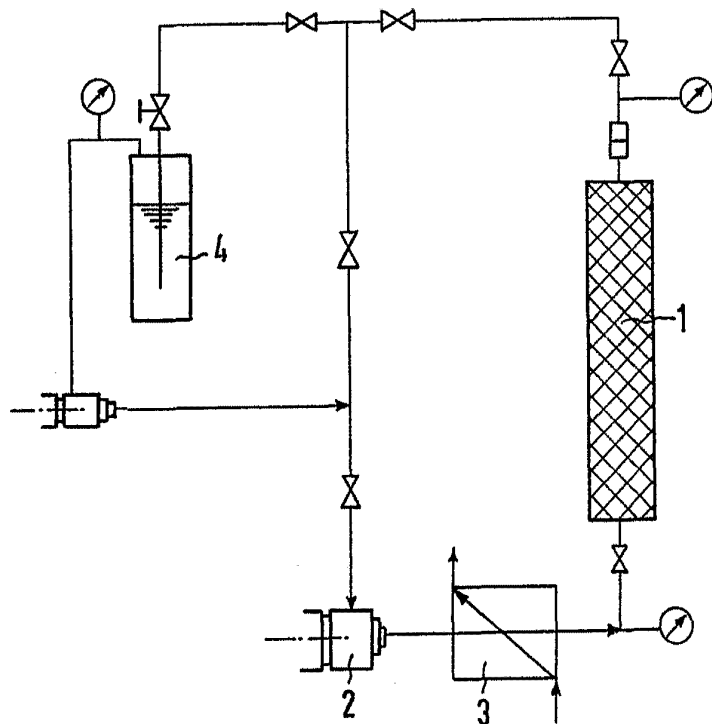
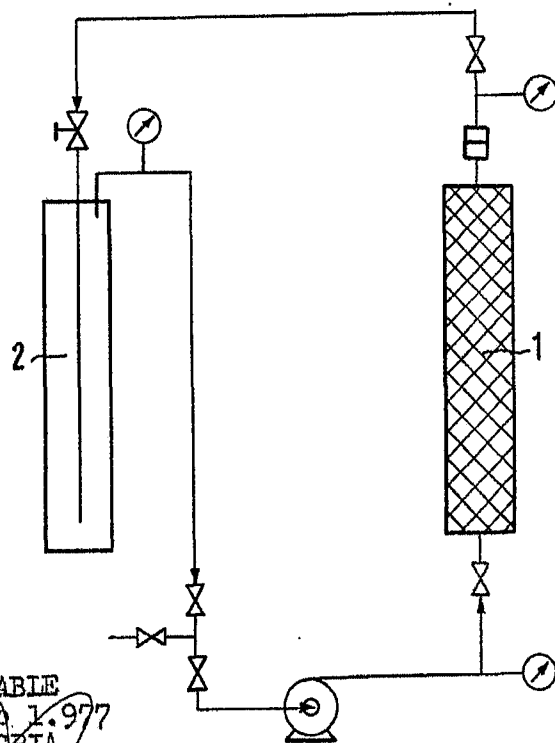
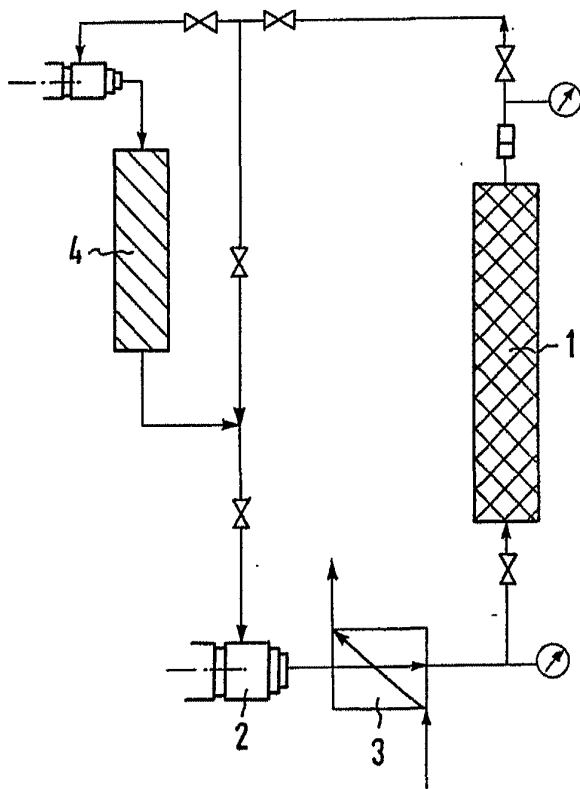


Fig.4



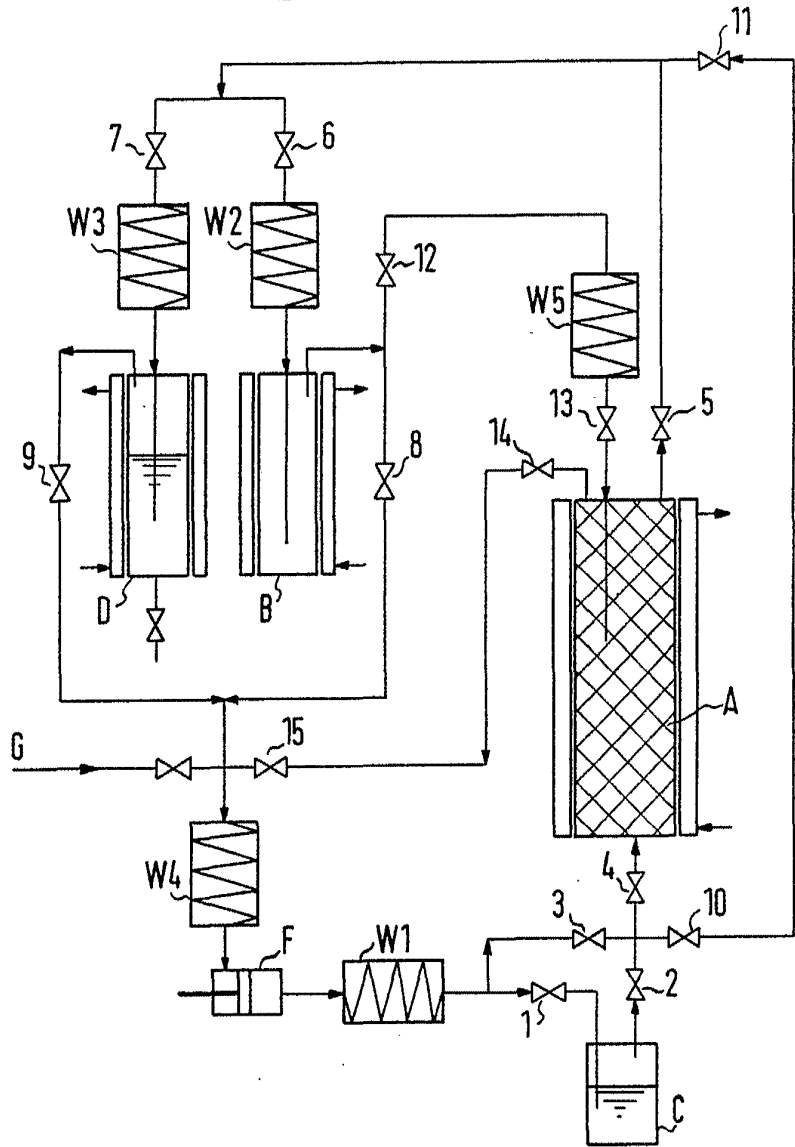
ESCALA VARIABLE  
Madrid, 18 Febrero 1.977  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.

Fig.5



ESCALA VARIABLE  
Madrid, 18 Febrero 1.977  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.

Fig.6



ESCALA VARIABLE  
 Madrid, 18 Febrero 1.977  
 BERNARDO UNGRIA  
 P.P.

