(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro

(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. Dezember 2015 (23.12.2015)

WIPO | PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2015/192834 A2

(51) Internationale Patentklassifikation:
A24B 15/22 (2006.01)

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/DE2015/100243

(22) Internationales Anmeldedatum:
17. Juni 2015 (17.06.2015)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
10 2014 108 584.1 18. Juni 2014 (18.06.2014) DE

(72) Erfinder; und
(71) Anmelder : **HAGEN, Klaus** [DE/DE]; Wesuweer Straße 32b, 49733 Haren (DE).

(74) Anwalt: **PATENTANWÄLTE SCHULTE & SCHULTE**; Hauptstraße 2, 45219 Essen (DE).

(81) **Bestimmungsstaaten** *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart)*: AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) **Title**: METHOD FOR PRODUCING A CONSUMABLE PROVIDED FOR EVAPORATION

(54) **Bezeichnung** : VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES ZUR VERDAMPFUNG VORGESEHENEN VERBRAUCHSSTOFFS

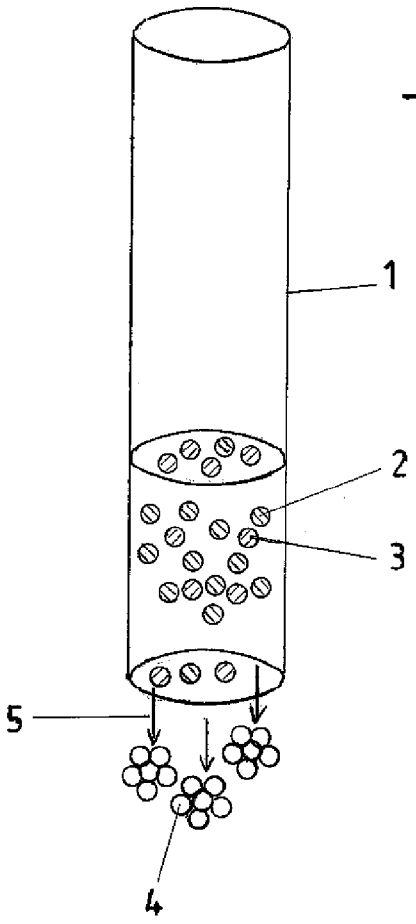


Fig.1

(57) **Abstract**: According to a method for the production of a consumable which is provided for evaporation in electronic cigarettes, a base liquid and an active ingredient are incubated together.

(57) **Zusammenfassung**: Nach einem Verfahren zur Herstellung eines zur Verdampfung in elektronischen Zigaretten vorgesehenen Verbrauchsstoffs werden ein Basisliquid und ein Wirkstoff gemeinsam inkubiert.

WO 2015/192834 A2

PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten** *(soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart)*: ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— *ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts (Regel 48 Absatz 2 Buchstabe g)*

BESCHREIBUNG

Verfahren zur Herstellung eines zur Verdampfung vorgesehenen Verbrauchsstoffs

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines zur Verdampfung in elektronischen Zigaretten vorgesehenen, ein Basisliquid und zumindest einen Wirkstoff enthaltenden Verbrauchsstoffs.

Die Erfindung betrifft außerdem einen Verbrauchsstoff für den Einsatz in elektronischen Zigaretten sowie Wirkstoffe und Wirkstoffmischungen für einen solchen Verbrauchsstoff.

Als elektrische, elektronische oder auch E-Zigaretten bekannte Geräte erfreuen sich in den letzten Jahren zunehmender Beliebtheit. Die notwendige Beheizung eines solchen Gerätes führt zur Verdampfung einer darin vorgehaltenen Flüssigkeit. Dieser Dampf wird dann von dem „Raucher“ inhaliert. Beliebt sind solche elektrischen Zigaretten auch als Mittel zur Entwöhnung von Tabak enthaltenden Zigaretten, weswegen auch bei elektrischen Zigaretten häufig Nikotin in vergleichsweise geringeren Dosen als Wirkstoff Verwendung findet. Gebräuchlich sind auch nikotinfreie Verbrauchsstoffe. Zweckmäßig ist es, wenn der betreffende Wirkstoff in dem Verbrauchsstoff in einer Konzentration enthalten ist, die geeignet ist, nach Verdampfen des Liquids und Aufnahme des Dampfes über den Respirationstrakt einen Plasmaspiegel zu erzeugen, der in etwa dem nach Aufnahme eines konventionellen Produktes mit dem gleichen Wirkstoff über den Gastro-intestinal-Trakt entspricht oder aber, wie bei einigen Wirkstoffen entsprechend, durch den sogenannten First-Pass-Effekt eine geringere Menge an Wirkstoff notwendig ist, um eine vergleichbare Wirkung zu erzeugen sowie durch die Aufnahme in der Leber eine schneller ausgelöste Wirkung erzeugt. Anders ausgedrückt, es ist weniger entscheidend, wie hoch der Input der

Wirkstoffkonzentration ist. Von Bedeutung ist vielmehr der wissenschaftlich gemessene Output, der beim Inhalieren des Liquids gemessen wird. Dieser sollte eine Wirkstoff-Konzentration z. B. ähnlich zu einer Tasse Kaffee enthalten.

Der vorliegenden Erfindung stellt sich die Aufgabe, ein Verfahren zur Herstellung eines solchen, zur Verdampfung in elektronischen Zigaretten vorgesehenen Verbrauchsstoffs sowie einen solchen zu schaffen, der einen Wirkstoff enthält, mit dem messbare bis hin zu hohen Input-Konzentrationen generiert werden können.

Diese Aufgabe wird verfahrensgemäß dadurch gelöst, dass Basisliquid und Wirkstoff aus einem festen oder flüssigen Ausgangszustand in einem offenen oder abgeschlossenen Gefäß gemeinsam zunächst in einen gasförmigen Zwischenzustand und anschließend in einen flüssigen Endzustand überführt werden.

Auf diese Weise können verschiedenste für die spätere Verdampfung geeignete Wirkstoffe, vor allem solche ohne Nikotinanteil, allein oder in Kombination mit anderen Wirkstoffen mit dem Basisliquid effektiv aus ihrem ursprünglichen festen oder flüssigen Aggregatzustand gemeinsam inkubiert werden. Ergebnis dieser Inkubation in mehreren definierten und auf den jeweiligen Wirkstoff oder die Wirkstoffe abgestimmten Zyklen ist nach dem entsprechenden ersten Arbeitsschritt dann eine klare Lösung, ggf. nach einer zwischenzeitlichen Gasphase. Die Lösung kann dann direkt als Verbrauchsstoff eingesetzt werden oder der unten ausführlich beschriebene zweite Verfahrensschritt wird eingeleitet.

Dabei ist es zweckmäßig, wenn Basisliquid und Wirkstoff(e) gemeinsam unter Hitzeeinfluss inkubiert werden und zwar zweckmäßigerweise in einem geschlossenen Gefäß.

Die erforderliche Menge an Wirkstoff(en) wird zunächst auf einer Analysenwaage abgewogen. Anschließend wird die Wirkstoffmenge quantitativ in ein Behältnis überführt, in welchem das Basisliquid bereits vorgehalten wird. D. h., dass der Wirkstoff in seinem Ausgangszustand zu einem bereits in einem Gefäß vorgehaltenen Basisliquid beigemengt wird. Durch diese Reihenfolge kann der unerwünschte Effekt des Cakings weitestgehend unterbunden werden, eine besonders präzise Verbindung von Basisliquid und Wirkstoff(en) ist garantiert.

Durch den Einsatz von Emulgatoren als Hilfsstoffe können an sich nicht miteinander mischbare Stoffe zu einem fein verteilten Gemisch, einer Emulsion, vermengt und stabilisiert werden, z. B. Wasser und fettlösliche Wirkstoffe. Es empfiehlt sich daher, dass dem Basisliquid bzw. Wirkstoff ein Emulgator beigefügt wird, durch den es ermöglicht wird, unterschiedliche Wirkstoffe in eine Liquid-Formel zusammenzusetzen und dadurch den gewünschten Effekt zu optimieren.

Es ist dann weiter vorgesehen, dass das Gefäß in einem ersten Verfahrensschritt in einem beheizten Ultraschallbad in mehreren Zyklen inkubiert wird. Als Heizmedium empfiehlt sich also etwa ein Ultraschallbad. Anzahl und Dauer der Zyklen sind den verwendeten Wirkstoffen anzupassen.

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung sieht vor, dass die Inkubation bei einer Frequenz von ca. 42.000 Hertz in Zyklen mit einer Dauer von ca. acht Minuten bei einer Temperatur von etwa 65°C bis 85°C durchgeführt wird. Auf diese Weise kann das fertige Produkt (e-Liquid) in einen für elektronische Zigaretten typischen und beliebten nebelartigen, aerosolhaltigen Endzustand überführt werden.

Daran schließt sich nun an, dass die als Ergebnis des ersten Verfahrensschritts erhaltene Lösung in einem abgeschlossenen Gefäß in einem zweiten Verfahrensschritt in einem zumindest annähernd Raumtemperatur aufweisenden Flüssigkeitsbad inkubiert wird, bis die Lösung in etwa die Temperatur des Flüssigkeitsbades angenommen hat. Dies geschieht, indem

das Gefäß in einem zweiten, einer Erkaltung entsprechenden Verfahrensschritt in einem Flüssigkeits-, vorzugsweise Wasserbad bei Raumtemperatur inkubiert wird. Die Temperatur der Flüssigkeit beträgt ca. 17°C bis 25°C, was durch geeignete Maßnahmen sicherzustellen ist. Ziel dieses zweiten Verfahrensschritts ist es, die Kristallisation während des Erkaltungsprozesses zu unterbinden und so eine Verfestigung des Liquids in dem Gefäß zu vermeiden. Entscheidend ist hierbei, dass durch Zusatz von Säuren oder Laugen die Lösbarkeit der Wirkstoffe deutlich verbessert und damit auch der Konzentrationsgehalt des jeweiligen Wirkstoffes merkbar erhöht werden kann.

Es empfiehlt sich in diesem Zusammenhang, dass der zweite Verfahrensschritt durchgeführt wird, bis der nikotinfreie Verbrauchsstoff in etwa die Temperatur des Flüssigkeitsbades angenommen hat. Das fertige Produkt in Form des Verbrauchsstoffs ist dann möglichst bei Raumtemperatur zu lagern. Es kann jederzeit in die bei elektronischen Zigaretten vorgesehenen Liquid-Behälter abgefüllt und dann konsumiert werden. Damit ist ein besonders wirkungsvoller und gleichzeitig gesunder Verbrauchsstoff erreicht, um die erwünschten Effekte im Körper zu optimieren und eine besonders zielgerichtete Wirkung zu entfalten. Denkbar ist auch die Alternative, dass auf den Hitzeeinfluss verzichtet wird und es zu einer einfachen Vermengung kommt, unter Umständen durch Schütteln, Rühren und/oder allenfalls leichtes Erhitzen bewirkt bzw. unterstützt.

Eine weitere Alternative sieht vor, dass der Wirkstoff isoliert auf das Basisliquid aufgebracht wird und dass das Basisliquid samt Wirkstoff anschließend so stark erhitzt wird, dass der Wirkstoff zumindest annähernd seinen spezifischen Siedepunkt erreicht. Dabei ist naturgemäß zu beachten, dass der jeweilige Wirkstoff seinen spezifischen Siedepunkt erreichen, aber keinesfalls überschreiten darf. Vielmehr gilt es, dass sich die Wirkstoffe mit dem verdampfenden Wasser eben vermischen, ohne dabei zersetzt oder zerstört zu werden.

Letztlich sind als Wirkstoffe jegliche legal erhältlichen, gesetzlich zugelassenen und gesundheitlich verträglichen Substanzen verwendbar, die in der

Lage sind, in einem Organismus eine spezielle Wirkung zu erzeugen bzw. eine spezielle Reaktion hervorzurufen. Besonders geeignet ist in diesem Zusammenhang das für seine in Maßen vorhandene Wirkung bekannte Koffein, während Nikotin ausdrücklich ausgenommen werden soll, da es im Gegensatz zu den o. g. Wirkstoffen aus medizinischer wie aus gesellschaftlicher Sicht als bedenklich eingestuft werden muss. Insofern weist eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung eine Wirkstoffmischung als Ausgangsprodukt für einen Verbrauchsstoff für den Einsatz in elektronischen Zigaretten mit einem Anteil von 50% bis 100% Koffein auf.

Es empfiehlt sich, dass die Wirkstoffmischung nikotinfrei ist. Nikotin als vor allem unter den Gesichtspunkten Gesundheit und Abhängigkeit sehr umstrittene Ingedrienz wird im Rahmen der erfindungsgemäßen Lösung vollständig ersetzt.

Wenn die Wirkstoffmischung einen Anteil von 50% bis 100% Tee, insbesondere von Matcha-Tee aufweist, entfaltet diese eine ähnliche Gesamtwirkung wie das verpönte Nikotin, nur ist dieser eben deutlich gesünder. Vornehmlich besteht diese Wirkstoffmischung aus den Wirkstoffen Tee und/oder einer Sortenauswahl aus Grünem Tee. Es wirkt insbesondere durch den im Grünen Tee enthaltenen Inhaltsstoff Koffein belebend, aber auch zugleich beruhigend, was vornehmlich dem in Grünem Tee enthaltenen L-Theanin zuzuschreiben ist. Darüber hinaus fördert er die Konzentration und baut toxische Stoffe im Körper ab. Bei der speziellen Sorte Matcha-Tee ist die Konzentration der o. a. Inhaltsstoffe besonders hoch. Die Mischung selber besteht, neben einem Basisliquid, daher aus 50-100% Tee und/oder Grünem Tee bzw Matcha Tee.

In einer ergänzenden Variante ist vorgesehen, dass die Wirkstoffmischung Aromen aufweist. Z. B. Aromen, die als Geschmacksverstärker dienen können, etwa Kaffee-Geschmack, oder Aromen, die als Geschmacksverstärker dienen können, wie etwa Tee-Aroma.

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung sieht vor, dass der Wirkstoff aus der Gruppe der Stimulantien (Koffein, Guarana, Taurin, Ginko, Zucker, Gingseng, Mate Tee, Matcha Tee, Vitamine, Goji Beere, Grüner Tee, Weißer Tee, Kava Kava, Lobelia etc.) stammt.

Wer hingegen die beruhigende Wirkung einer elektronischen Zigarette und des darin vorgehaltenen Verbrauchsstoffs bevorzugt, dem empfiehlt sich, dass der Wirkstoff aus der Gruppe der beruhigenden Wirkstoffe (Zitronenmelisse, L-Theanin, Mineralien, Zink, Gingseng, Ingwer, Lavendel, Baldrian, Lemon Balm etc.) stammt. Denkbar sind auch Kombinationen aus beruhigenden und belebenden Wirkstoffen.

Die Erfindung zeichnet sich insbesondere dadurch aus, dass ein Verfahren zur Herstellung eines zur Verdampfung in elektronischen Zigaretten vorgesehenen nikotinfreien Verbrauchsstoffs in drei Varianten geschaffen ist. In einer ersten, einfachen Ausführung wird der Verbrauchsstoff durch Mischen, Rühren, Schütteln und/oder Erhitzen hergestellt. Eine zweite Variante lehrt ein Verfahren zur Herstellung eines zur Verdampfung in elektronischen Zigaretten vorgesehenen Verbrauchsstoffs, das besondere Input-Konzentrationen ermöglicht. Für dieses zweite Herstellungsverfahren bietet sich vor allen Dingen die Wasserdampfdestillation an, bei der der Wirkstoff in seinem festen oder flüssigen Ausgangszustand einem bereits in einem Gefäß vorgehaltenen Basisliquid beigemengt wird. Bei Wirkstoffen ist vor allem an Koffein, Taurin, Tee, L-Theanin, Vitamine, Zitronenmelisse, Lavendel, Baldrian, Mineralien, Zink, Gingseng, Ingwer etc. gedacht, als Basisliquide sind vor allem Propylenglykol, Glycerin und Wasser geeignet. Für die Anwendung des chiralen, zweiwertigen Alkohols Propylenglykol im Basisliquid ist eine Enantiomerenreinheit nicht erforderlich. Es kann das Racemat verwendet werden. In einem ersten Verfahrensschritt werden Basisliquid und Wirkstoff(e) zweckmäßigerweise in einem beheizten Ultraschallbad in mehreren Zyklen unter Hitzeeinfluss inkubiert. In einem sich daran anschließenden zweiten Verfahrensschritt wird der Verbrauchsstoff dann abgekühlt und in den lagerungsfähigen Endzustand transferiert. Ein drittes

Verfahren sieht vor, dass das Basisliquid samt Wirkstoff(en) so stark erhitzt wird, dass diese(r) mit Hilfe dieses trockenen Verdampfens annähernd ihren spezifischen Siedepunkt erreichen. Je nach Löslichkeit des Wirkstoffes bzw. der Wirkstoffe kann es gegebenenfalls erforderlich sein, die zusammengeführten Ingredienzien durch einfaches Rühren, Schütteln und oder Erhitzen besser löslich zu machen und damit den Grad der Wirkung zu erhöhen. Der erhaltene Verbrauchsstoff eignet sich sowohl für den Einsatz in elektrischen Zigaretten zum Einmalgebrauch in Form so genannter Disposables als auch zum Betrieb von aufladbaren und wiederbefüllbaren elektrischen Zigaretten, so genannter Rechargeables.

Weitere Einzelheiten und Vorteile des Erfindungsgegenstandes ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung der zugehörigen Zeichnung, in der ein bevorzugtes Ausführungsbeispiel mit den dazu notwendigen Einzelheiten und Einzelteilen dargestellt ist. Es zeigen jeweils schematisch:

Figur 1 die Wasserdampfdestillation und

Figur 2 die trockene Verdampfung.

Figur 1 zeigt einen Behältnis 1 mit unterschiedlichen Molekülen, nämlich Wassermolekülen 2 und Wirkstoffmolekülen 3. Die Wassermoleküle 2 umschließen sodann die Wirkstoffmoleküle 3, sodass die Wirkstoffmoleküle von dem Wasser bei der Wasserdampfdestillation mitgerissen werden, symbolisiert durch die Molekülpaare 4 und die Pfeile 5.

Im Vergleich dazu zeigt Figur 2 die trockene Verdampfung in dem Behältnis 1. Der Wirkstoff 3 wird isoliert aufgebracht und fängt bei einer spezifischen Temperatur an zu schmelzen, z. B. Koffein bei 238°C. Es gilt, die Zersetzung des Koffeins als Wirkstoff zu vermeiden, die dann eben ab einer Temperatur von 239°C einsetzen würde.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung eines zur Verdampfung in elektronischen Zigaretten vorgesehenen, ein Basisliquid und zumindest einen Wirkstoff enthaltenden Verbrauchsstoffs,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass Basisliquid und Wirkstoff aus einem festen oder flüssigen Ausgangszustand in einem offenen oder abgeschlossenen Gefäß gemeinsam zunächst in einen gasförmigen Zwischenzustand und anschließend in einen flüssigen Endzustand überführt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass Basisliquid und Wirkstoff gemeinsam unter Hitzeeinfluss inkubiert werden.

3. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass der Wirkstoff in seinem Ausgangszustand einem bereits in einem Gefäß vorgehaltenen Basisliquid beigemengt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass das Gefäß in einem beheizten Ultraschallbad in mehreren Zyklen inkubiert wird.

5. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass die Inkubation bei einer Frequenz von ca. 42.000 Hertz in Zyklen mit einer Dauer von ca. acht Minuten bei einer Temperatur von etwa 65°C bis 85°C durchgeführt wird.

6. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass die als Ergebnis des ersten Verfahrensschritts erhaltene Lösung in einem abgeschlossenen Gefäß in einem zweiten Verfahrensschritt in einem zumindest annähernd Raumtemperatur aufweisenden Flüssigkeitsbad inkubiert wird, bis die Lösung in etwa die Temperatur des Flüssigkeitsbades angenommen hat.

7. Verfahren nach Anspruch 1,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass der Wirkstoff isoliert auf das Basisliquid aufgebracht wird und dass das Basisliquid samt Wirkstoff anschließend so stark erhitzt wird, dass der Wirkstoff zumindest annähernd seinen spezifischen Siedepunkt erreicht.

8. Verbrauchsstoff für den Einsatz in elektronischen Zigaretten, insbesondere nach einem Verfahren gemäß mindestens einem der Patentansprüche 1 bis 7 hergestellter Verbrauchsstoff.

9. Wirkstoffmischung als Ausgangsprodukt für einen Verbrauchsstoff für den Einsatz in elektronischen Zigaretten nach Anspruch 8,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass die Wirkstoffmischung einen Anteil von 50% bis 100% Koffein aufweist.

10. Wirkstoffmischung nach Anspruch 9,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass die Wirkstoffmischung nikotinfrei ist.

11. Wirkstoffmischung nach Anspruch 9,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass die Wirkstoffmischung einen Anteil von 50% bis 100% Tee, insbesondere von Matcha-Tee aufweist.

12. Wirkstoff nach Anspruch 9,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass der Wirkstoff aus der Gruppe der Stimulantien (Koffein, Guarana, Taurin, Ginko, Zucker, Gingseng, Mate Tee, Matcha Tee, Vitamine, Goji Beere, Grüner Tee, Weißer Tee, Kava Kava, Lobelia etc.) stammt.

13. Wirkstoff nach Anspruch 9,
d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t,
dass der Wirkstoff aus der Gruppe der beruhigenden Wirkstoffe (Zitronenmelisse, L-Theanin, Mineralien, Zink, Gingseng, Ingwer, Lavendel, Baldrian, Lemon Balm etc.) stammt.

Fig.1

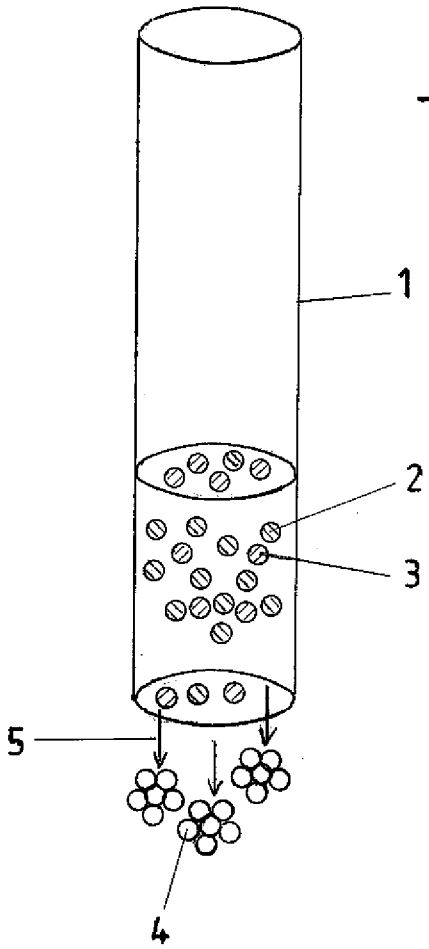


Fig.2

