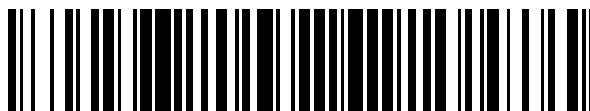


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 598 488**

51 Int. Cl.:

A24B 3/08 (2006.01)

A24B 15/20 (2006.01)

A24B 15/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.05.2010** **PCT/US2010/036133**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.12.2010** **WO10141278**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.05.2010** **E 10721245 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.10.2016** **EP 2437625**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento térmico para materiales de tabaco**

30 Prioridad:

02.06.2009 US 476621

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

27.01.2017

73 Titular/es:

R.J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY (100.0%)
Bowman Gray Technical Center, Post Office Box
1487, 950 Reynolds Boulevard
Winston-Salem, NC 27102, US

72 Inventor/es:

CHEN, GONG;
GERARDI, ANTHONY RICHARD;
MUA, JOHN-PAUL;
HOLTON, JR., DARRELL EUGENE;
CANTRELL, DANIEL VERDIN y
ST. CHARLES, FRANK KELLEY

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 598 488 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de tratamiento térmico para materiales de tabaco

Campo de la invención

La invención se refiere a procedimientos para el tratamiento de tabaco, y en particular, a procedimientos útiles para el tratamiento térmico de materiales de tabaco.

El documento US 2007/141227 A1 describe un método para reducir la asparagina en un producto alimenticio que comprende las etapas de proporcionar de forma continua una comida de patata no tratada que tiene una primera concentración de asparagina y extraer asparagina de dicha comida de patata no tratada con unos extractos de patata deficientes en asparagina formando así un extracto post-lavado que contiene asparagina, y una corriente de patata tratada que tiene una segunda concentración de asparagina que es menor que dicha primera concentración.

El documento WO 2006/128843 A1 describe un procedimiento de método para la producción de un producto alimenticio que implica al menos una etapa de calentamiento, que comprende añadir asparaginasa y al menos una enzima hidrolizante a una forma intermedia de dicho producto alimenticio en dicho procedimiento de producción por el cual la asparaginasa y al menos una enzima hidrolizante se añaden antes de dicha etapa de calentamiento en una cantidad que es efectiva en la reducción del nivel de acrilamida del producto alimenticio en comparación con un producto alimenticio donde no se añadieron asparaginasa y enzima hidrolizante.

El documento WO 2006/040345 A2 describe un procedimiento para la producción de comida que comprende las etapas de calentamiento de un producto alimenticio a una temperatura a la que se forma acrilamida seguido por la adición de una enzima, siendo capaz dicha enzima de modificar la acrilamida.

Fundamento de la invención

Los artículos populares para fumar, tales como cigarrillos, tienen una estructura de forma de vara sustancialmente cilíndrica e incluyen una carga, rollo o columna de material fumable tal como tabaco triturado (por ejemplo, en forma de relleno de corte normal) rodeado por un envoltorio de papel formando así una denominada "columna de tabaco". Normalmente, un cigarrillo tiene un elemento de filtro cilíndrico alineado en una relación extremo a extremo con la columna de tabaco. Típicamente, un elemento de filtro comprende estopa de acetato de celulosa plastificada circunscrita por un material de papel conocido como "papel de envolver". Ciertos cigarrillos incorporan un elemento de filtro que tiene múltiples segmentos, y uno de esos segmentos puede comprender partículas de carbono activo. Típicamente, el elemento de filtro está unido a un extremo de la columna de tabaco usando un material de envoltura de circunscripción conocido como "papel boquilla". Además se ha vuelto deseable perforar el material de la boquilla y el papel de envolver, para proporcionar la dilución de la corriente principal de humo extraída con el aire del ambiente. Un cigarrillo se emplea por un fumador encendiendo un extremo del mismo y quemando la columna de tabaco. El fumador recibe entonces la corriente principal de humo en su boca recurriendo al extremo contrario (por ejemplo, el extremo del filtro) del cigarrillo.

El tabaco usado para la fabricación de cigarrillos se usa típicamente en forma mezclada. Por ejemplo, ciertas mezclas de tabaco populares, denominadas normalmente como "mezclas americanas", comprenden mezclas de tabaco curado al aire caliente, tabaco burley y tabaco oriental, y en muchos casos, ciertos tabacos procesados, tales como tabaco reconstituido y tallos de tabaco procesados. La cantidad precisa de cada tipo de tabaco en una mezcla de tabaco usada para la fabricación de una marca de cigarrillos particular varía de marca a marca. Sin embargo, para muchas mezclas de tabaco, el tabaco curado al aire caliente constituye una proporción relativamente grande de la mezcla, mientras que el tabaco oriental constituye una proporción relativamente pequeña de la mezcla. Véanse, por ejemplo, *Tobacco Encyclopedia*, Voges (Ed.) pág. 44-45 (1984), Browne, *The Design of Cigarettes*, 3ª Ed., pág. 43 (1990) y *Tobacco Production, Chemistry and Technology*, Davis et al. (Eds.), pág. 346 (1999).

El tabaco también puede disfrutarse en una forma denominada "sin humo". Productos de tabaco sin humo particularmente populares se emplean insertando alguna forma de tabaco procesado o formulación que contiene tabaco en la boca del usuario. Varios tipos de productos de tabaco sin humo se presentan en las Patentes de EE.UU. núms. 1.376.586 de Schwartz; 3.696.917 de Levi; 4.513.756 de Pittman et al.; 4.528.993 de Sensabaugh, Jr. et al.; 4.624.269 de Story et al.; 4.987.907 de Townsend; 5.092.352 de Sprinkle, III et al.; y 5.387.416 de White et al.; Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2005/0244521 de Strickland et al.; documentos PCT WO 04/095959 de Arnarp et al.; PCT WO 05/063060 de Atchley et al.; PCT WO 05/004480 de Engstrom; PCT WO 05/016036 de Bjorkholm; y PCT WO 05/041699 de Quinter et al.; cada una de las cuales se incorpora en esta memoria por referencia. Véase, por ejemplo, los tipos de formulaciones, ingredientes y metodologías de procesado del tabaco sin humo presentadas en las Patentes de EE.UU. núms. 6.953.040 de Atchley et al. y 7.032.601 de Atchley et al., cada una de las cuales se incorpora en esta memoria por referencia.

Un tipo de producto de tabaco sin humo se denomina como "rapé". Tipos representativos de productos de rapé húmedo, normalmente denominado como "snus", se fabrican en Europa, particularmente en Suecia, mediante o a través de compañías tales como Swedish Match AB, Fiedler & Lundgren AB, Gustavus AB, Skandinavisk Tobakskompagni A/S y Rocker Production AB. Los productos de snus disponibles en los EE.UU. se comercializan

bajo las marcas registradas Camel Snus Frost, Camel Snus Original y Camel Snus Spice por R.J. Reynolds Tobacco Company. Los productos de tabaco sin humo representativos también se comercializan bajo las marcas registradas Oliver Twist de House of Oliver Twist A/S; Copenhagen, Skoal, SkoalDry, Rooster, Red Seal, Husky y Revel de U.S. Smokeless Tobacco Co.; "taboka" por Philip Morris USA; y Levi Garrett, Peachy, Taylor's Pride, Kodiak, Hawken Wintergreen, Grizzly, Dental, Kentucky King y Mammoth Cave de Conwood Sales Co., L.P. Véase también, por ejemplo, Bryzgalov et al., 1N1800 Life Cycle Assessment, Comparative Life Cycle Assessment of General Loose and Portion Snus (2005). Además, ciertos estándares de calidad asociados con la fabricación de snus se han reunido como un denominado estándar GothiaTek.

A través de los años, se han propuesto varios métodos de tratamiento y aditivos para alterar el carácter total o la naturaleza de los materiales de tabaco utilizados en las composiciones de tabaco. Por ejemplo, los aditivos o procedimientos de tratamiento se utilizan a veces para alterar la química o propiedades sensoriales del material de tabaco, o en el caso de materiales de tabaco fumables, para alterar la química o propiedades sensoriales de la corriente principal de humo generada por los artículos para fumar que incluyen el material de tabaco. En algunos casos, un procedimiento de tratamiento con calor puede usarse para dar un color o carácter visual deseado al material de tabaco, propiedades sensoriales deseadas al material de tabaco o una naturaleza física o textura deseada al material de tabaco.

En particular, los atributos sensoriales del humo del cigarrillo pueden mejorarse incorporando materiales aromatizantes en varios componentes de un cigarrillo. Véase, Leffingwell et al., *Tobacco Flavoring for Smoking Products*, R.J. Reynolds Tobacco Company (1972). Aditivos aromatizantes ejemplares incluyen mentol y productos de reacciones Maillard, tales como pirazinas, aminoazúcares y compuestos Amadori. Varios procedimientos para preparar composiciones llenas de sabor y aromáticas para usar en composiciones de tabaco se presentan en las Patentes de EE.UU. núms. 3.424.171 de Rooker; 3.476.118 de Luttich; 4.150.677 de Osborne, Jr. et al.; 4.986.286 de Roberts et al.; 5.074.319 de White et al.; 5.099.862 de White et al.; 5.235.992 de Sensabaugh, Jr.; 6.298, 858 de Coleman, III et al.; 6.325.860 de Coleman, III et al.; 6.428.624 de Coleman, III et al.; 6.440.223 de Dube et al.; 6.499.489 de Coleman, III; y 6.591.841 de White et al.; la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2004/0173228 de Coleman, III; y la Serie de Solicitud de EE.UU. núm. 12/191.751 de Coleman, III et al., presentada el 14 de agosto de 2008, cada una de las cuales se incorpora en esta memoria por referencia. Dichos procedimientos frecuentemente incluyen la aplicación de calor a un material de tabaco, que puede dar por resultado reacciones que forman ciertos subproductos.

Los atributos sensoriales del tabaco sin humo pueden mejorarse también mediante la incorporación de ciertos materiales aromatizantes. Véase, por ejemplo, las Publicaciones de Solicitud de Patente de EE.UU. núms. 2002/0162562 de Williams; 2002/0162563 de Williams; 2003/0070687 de Atchley et al.; 2004/0020503 de Williams; 2005/0178398 de Breslin et al.; 2006/0191548 de Strickland et al.; 2007/0062549 de Holton, Jr. et al.; 2007/0186941 de Holton, Jr. et al.; 2007/0186942 de Strickland et al.; 2008/0029110 de Dube et al.; 2008/0029116 de Robinson et al.; 2008/0029117 de Mua et al.; 2008/0173317 de Robinson et al.; y 2008/0209586 de Neilsen et al.; cada una de las cuales se incorpora en esta memoria por referencia.

Sería deseable en la técnica proporcionar métodos adicionales para alterar el carácter y naturaleza del tabaco (y las composiciones y formulaciones del tabaco) útiles en artículos para fumar o productos de tabaco sin humo.

Compendio de la invención

La presente invención proporciona un método para procesar térmicamente un material de tabaco como se define en las reivindicaciones 1 a 9 en presencia de un aditivo adaptado para alterar la naturaleza y carácter del material de tabaco, tal como cambiando las propiedades sensoriales del material de tabaco o cambiando la química del producto tratado con calor resultante. Ciertos aditivos se usan para inhibir la formación de producto de reacción que resulta de la reacción de asparagina con ciertos azúcares reductores. Los aditivos ejemplares incluyen aminoácidos, composiciones que incorporan cationes di- y trivalentes, asparaginasa, ciertos sacáridos no reductores, ciertos agentes reductores, compuestos fenólicos (por ejemplo, compuestos que tienen al menos una funcionalidad fenólica), ciertos compuestos que tienen al menos un grupo o funcionalidad tiol libre, agentes oxidantes, catalizadores de oxidación, extractos de plantas naturales (por ejemplo, extracto de romero), y combinaciones de los mismos. La invención se basa también en parte en el reconocimiento de que ciertos parámetros de tratamiento con calor pueden controlarse para cambiar la química del producto tratado con calor resultante, tal como mantener el pH por debajo de aproximadamente 8 durante las etapas de calentamiento o reducir el tiempo o temperatura de calentamiento.

En un aspecto, la invención proporciona un método para procesar térmicamente un material de tabaco, que comprende: (i) mezclar material de tabaco con agua, un agente de tamponado que tampona en un intervalo de pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10 y un aditivo seleccionado del grupo que consiste en lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina, composiciones que incorporan cationes di- y trivalentes, asparaginasa, ciertos sacáridos no reductores, ciertos agentes reductores, compuestos fenólicos, ciertos compuestos que tienen al menos un grupo o funcionalidad tiol libre, agentes oxidantes, catalizadores de oxidación, extractos de plantas naturales (por ejemplo, extracto de romero), y combinaciones de los mismos, para formar una mezcla de tabaco húmedo; (ii) calentar la mezcla de tabaco húmedo

a temperatura de al menos aproximadamente 60°C (por ejemplo, al menos aproximadamente 80°C o al menos aproximadamente 100°C), en donde el pH de la mezcla de tabaco húmedo durante la etapa de calentamiento es menor que aproximadamente 10, para formar una mezcla de tabaco tratada con calor; y (iii) utilizar la mezcla de tabaco tratada con calor en un producto de tabaco, tal como un artículo para fumar o un producto de tabaco sin humo.

Los aditivos preferidos incluyen lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina, cisteína, asparaginasa, agentes oxidantes (por ejemplo, peróxido de hidrógeno u ozono), catalizadores de oxidación (por ejemplo, dióxido de titanio), y combinaciones de los mismos. La cantidad del aditivo puede variar, pero está típicamente entre aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10 por ciento en peso seco. La mezcla de tabaco tratada con calor frecuentemente puede incluir más componentes, tales como aromatizantes, cargas, aglutinantes, ajustadores de pH, agentes de tamponado, colorantes, auxiliares de disgregación, antioxidantes, humectantes y conservantes.

En otro aspecto, la invención proporciona un método para preparar un producto de tabaco sin humo, que comprende: (i) mezclar material de tabaco con ingredientes tales como agua, un agente de tamponado que tampona en un intervalo de pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10, aromatizante, aglutinante y carga; y un aditivo seleccionado del grupo que consiste en lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina, composiciones que incorporan cationes di- y trivalentes, asparaginasa, ciertos sacáridos no reductores, ciertos agentes reductores, compuestos fenólicos, ciertos compuestos que tienen al menos un grupo o funcionalidad tiol libre, agentes oxidantes, catalizadores de oxidación, extractos de plantas naturales (por ejemplo, extracto de romero), y combinaciones de los mismos, para formar una mezcla de tabaco húmedo; (ii) formar la mezcla de tabaco húmedo en una forma de producto deseada; y (iii) calentar la mezcla de tabaco húmedo a una temperatura de al menos aproximadamente 60°C (por ejemplo, al menos aproximadamente 100°C), en donde el pH de la mezcla de tabaco húmedo durante la etapa de calentamiento es menor que aproximadamente 10, para así proporcionar una etapa de procedimiento de tratamiento con calor y producir por tanto un producto de tabaco sin humo seco.

El procedimiento de tratamiento con calor puede caracterizarse por el cambio en el contenido de humedad de la composición de tabaco. Por ejemplo, la mezcla de tabaco húmedo puede tener un contenido de humedad de más de aproximadamente 20 por ciento en peso, en base al peso total de la mezcla de tabaco; y el producto de tabaco sin humo seco puede tener un contenido de humedad de menos que aproximadamente 10 por ciento en peso. El procedimiento de tratamiento con calor puede caracterizarse también por el pH durante la etapa de calentamiento, que puede ser menor que aproximadamente 10,0, menos que aproximadamente 8,0, menos que aproximadamente 7,0 o menos que aproximadamente 6,5.

La forma de producto deseada puede tener la forma de una píldora, comprimido, esfera, lámina, moneda, cubo, gota, ovoide, obloide, judía, palo o vara. Dichas formas de producto pueden formarse en una variedad de maneras usando equipo tal como cintas móviles, rodillos, extrusores, dispositivos de granulado, dispositivos de compactación y similares. De forma alternativa, el material de tabaco tratado puede usarse en una forma particulada.

En una realización, el método de la invención incluye (i) mezclar aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso seco de un material de tabaco, hasta aproximadamente 50 por ciento en peso seco de una o más cargas, aproximadamente 10 a aproximadamente 85 por ciento en peso de agua, aproximadamente 5 a aproximadamente 30 por ciento en peso seco de uno o más aglutinantes, hasta aproximadamente 10 por ciento en peso seco de uno o más aromatizantes, y al menos aproximadamente 0,1 por ciento en peso seco de un aditivo seleccionado del grupo que consiste en lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina, composiciones que incorporan cationes di- y trivalentes, asparaginasa, ciertos sacáridos no reductores, ciertos agentes reductores, compuestos fenólicos, ciertos compuestos que tienen al menos un grupo o funcionalidad tiol libre, agentes oxidantes, catalizadores de oxidación, extractos de plantas naturales (por ejemplo, extracto de romero), y combinaciones de los mismos, para formar una mezcla de tabaco húmedo; (ii) formar la mezcla de tabaco húmedo en una forma de producto deseada; y (iii) calentar la mezcla de tabaco húmedo a una temperatura de al menos aproximadamente 100°C durante un tiempo de procesado con calor (por ejemplo, al menos aproximadamente 15 minutos) para producir un producto de tabaco sin humo seco que tiene un contenido de humedad de no más de aproximadamente 10 por ciento en peso.

En aún otro aspecto, la invención proporciona una composición de tabaco tratado con calor preparada según el método de la invención. Dichas composiciones tratadas con calor contienen un agente de tamponado que tampona en un intervalo de pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10 y puede caracterizarse por bajo contenido de acrilamida, tal como un contenido en acrilamida de menos de aproximadamente 2000 ppb, menos de aproximadamente 1500 ppb, menos de aproximadamente 1000 ppb, menos de aproximadamente 900 ppb, menos de aproximadamente 800 ppb, menos de aproximadamente 700 ppb, menos de aproximadamente 600 ppb, menos de aproximadamente 500 ppb, menos de aproximadamente 400 ppb, o menos de aproximadamente 300 ppb.

En una realización, la invención proporciona una composición de tabaco sin humo tratada con calor que comprende un material de tabaco, agua, un aromatizante, un aglutinante y una carga, en donde la composición de tabaco sin humo tratada con calor tiene un contenido de acrilamida de no más de aproximadamente 1500 ppb. La composición

de tabaco sin humo tratada con calor puede tener una forma preformada seleccionada a partir del grupo que consiste en píldora, comprimido, esfera, lámina, moneda, cubo, gota, ovoide, obloide, judía, palo y vara. El contenido en humedad de la composición de tabaco sin humo tratada con calor es típicamente no más de aproximadamente 10 por ciento en peso.

- 5 Las cantidades de cada ingrediente de la composición de tabaco sin humo tratada con calor puede variar, pero en una realización, la composición comprende aproximadamente 20 a aproximadamente 60 por ciento en peso seco de un material de tabaco, aproximadamente 20 a aproximadamente 50 por ciento en peso seco de una o más cargas, aproximadamente 5 a aproximadamente 20 por ciento en peso seco de uno o más aglutinantes, y aproximadamente 1 a aproximadamente 10 por ciento en peso seco de uno o más aromatizantes.

10 Descripción detallada de la invención

La presente invención ahora se describirá más completamente en adelante. Esta invención puede, sin embargo, expresarse de muchas formas diferentes y no debería construirse como limitada a las realizaciones presentadas en esta memoria; más bien, estas realizaciones se proporcionan de manera que esta descripción será exhaustiva y completa, y expresará completamente el alcance de la invención a los expertos en la técnica. Como se usa en esta memoria y las reivindicaciones, las formas singulares “un”, “una”, y “el/la” incluyen referentes plurales a menos que el contexto dicte claramente otra cosa. En referencia a “porcentaje en peso seco” o “base en peso seco” se refiere al peso en la base de ingredientes secos (es decir, todos los ingredientes excepto agua).

La invención proporciona una composición de tabaco tratado con calor y un método para preparar una composición de tabaco tratado con calor. Como se usa en esta memoria, el término “composición de tabaco tratado con calor” se refiere a una composición que comprende un material de tabaco que se ha procesado térmicamente a una temperatura elevada, de manera que una temperatura de al menos aproximadamente 60°C, más típicamente al menos aproximadamente 100°C, durante un tiempo suficiente para alterar el carácter o naturaleza de la composición de tabaco, tal como al menos aproximadamente 10 minutos. En algunos casos, el procedimiento de tratamiento con calor altera la química o características sensoriales (por ejemplo, sabor y aroma) de la composición de tabaco. El procedimiento de tratamiento con calor de la invención puede ser una versión modificada de los procedimientos del tratamiento de tabaco convencionales, tales como procedimientos adaptados para formar compuestos llenos de sabor y aromáticos (por ejemplo, productos de reacción de Maillard), procedimientos adaptados para la pasteurización de composiciones de tabaco, procedimientos para preparar productos de revestimiento del tabaco, procedimientos de tabaco reconstituido (por ejemplo, procedimientos de tabaco reconstituido para hacer papel y lámina de revestimiento), procedimientos de extracción de tabaco, procedimientos de reordenación, procedimientos de tostado, tratamientos con vapor y procedimientos de secado.

Las composiciones de tabaco tratado con calor de la invención pueden usarse como un aditivo para un artículo para fumar (por ejemplo, como parte de la mezcla fumable o como un aditivo para el filtro o papel filtro del artículo para fumar) o como una composición de tabaco sin humo, tal como rapé húmedo suelto, rapé seco suelto, tabaco de mascar, trozos de tabaco en bolitas, tiras, trozos, varas o palos de tabaco extruidos o formados, polvos molidos finamente divididos, aglomerados de trozos y componentes en polvo finamente divididos o molidos, trozos parecidos a copos, trozos de tabaco procesado moldeado, trozos de chicle que contiene tabaco, rollos de películas tipo cinta, películas o tiras fácilmente solubles en agua o dispersables en agua, o materiales tipo cápsula.

Los tabacos usados en las composiciones de tabaco de la invención pueden variar. Los tabacos pueden incluir tipos de tabacos tales como tabaco curado al aire caliente, tabaco burley, tabaco curado al sol (por ejemplo, tabaco oriental o Kurnool indio), tabaco Maryland, tabaco negro, tabaco negro al curado al fuego, tabacos negro curado al aire (por ejemplo, tabacos passanda, cubano, jatin y bezuki) o rubio curado al aire (por ejemplo, tabacos de North Wisconsin y galpoa), y *Rústica*, además de otros tabacos raros o especialidades o incluso tabacos verdes o no curados. Las descripciones de varios tipos de tabacos, prácticas de crecimiento, prácticas de cosechado y prácticas de curado se presentan en *Tobacco Production, Chemistry and Technology*, Davis et al. (Eds.) (1999), que se incorpora en esta memoria por referencia. Véase, también, los tipos de tabacos que se presentan en las Patentes de EE.UU. núms. 4.660.577 de Sensabaugh, Jr. et al.; 5.387.416 de White et al.; y 6.730.832 de Domínguez et al., cada una de las cuales se incorpora en esta memoria por referencia. Lo más preferiblemente, los materiales de tabaco son aquellos que se han curado y envejecido apropiadamente. Las técnicas y condiciones especialmente preferidas para curar tabaco curado al aire caliente se presentan en Nestor et al.; *Beitrag Tabakforsch. Int.*, 20 (2003) 467-475 y la Patente de EE.UU. núm. 6.895.974 de Peele, que se incorporan en esta memoria por referencia. Las técnicas y condiciones representativas para tabaco curado al aire se presentan en Roton et al., *Beitrag Tabakforsch. Int.*, 21 (2005) 305-320 y Staaf et al., *Beitrag Tabakforsch. Int.*, 21 (2005) 321-330, que se incorporan en esta memoria por referencia. Ciertos tipos de tabacos inusuales o raros pueden curarse al sol. Las maneras y métodos para mejorar la calidad de fumado de los tabacos orientales se presentan en la Patente de EE.UU. núm. 7.025.066 de Lawson et al., que se incorpora en esta memoria por referencia. Los tabacos orientales representativos incluyen tabacos katerini, prelip, komotini, xanthi y yambol. Las composiciones de tabaco que incluyen tabaco negro curado al aire se presentan en la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2008/0245377 de Marshall et al., que se incorpora en esta memoria por referencia.

En una realización, el material de tabaco, o al menos una parte del mismo, se selecciona para así tener un nivel naturalmente bajo de asparagina. Un intervalo representativo de contenido de asparagina en cierta lámina de tabaco puede oscilar típicamente de aproximadamente 0,2 a aproximadamente 0,7 por ciento en peso seco. Ciertos materiales de tabaco de tallo representativos contienen típicamente menores niveles de asparagina, tales como

5

aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,3 por ciento en peso seco. Materiales de tabaco representativos en formas mezcladas usados en artículos para fumar o productos de tabaco sin humo poseen típicamente un contenido en asparagina de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,4 por ciento en peso seco.

Las composiciones de tabaco usadas en la presente invención, tales como composiciones de tabaco previstas para usarse en una forma sin humo, pueden incorporar un único tipo de tabaco (por ejemplo, en una forma denominada “de grado sin mezcla”). Por ejemplo, el tabaco en una composición de tabaco puede estar compuesta únicamente de tabaco curado al aire caliente (por ejemplo, todo el tabaco puede estar compuesto, o derivado de, o bien lámina de tabaco curado al aire caliente o una mezcla de lámina de tabaco curado al aire caliente y tallo de tabaco curado al aire caliente). El tabaco en una composición de tabaco puede tener también una forma denominada “mezclada”. Por ejemplo, el tabaco en una composición de tabaco de la presente invención puede incluir una mezcla de partes o trozos de tabacos curados al aire caliente, burley (por ejemplo, tabaco burley Malawi) y oriental (por ejemplo, como tabaco compuesto de, o derivado de, lámina de tabaco, o una mezcla de lámina de tabaco y tallo de tabaco). Por ejemplo, una mezcla representativa puede incorporar aproximadamente 30 a aproximadamente 70 partes de tabaco burley (por ejemplo, lámina, o lámina y tallo), y aproximadamente 30 a aproximadamente 70 partes de tabaco curado al aire caliente (por ejemplo, tallo, lámina, o lámina y tallo) en una base de peso seco. Otras mezclas de tabaco ejemplares incorporan aproximadamente 75 partes de tabaco curado al aire caliente, aproximadamente 15 partes de tabaco burley y aproximadamente 10 partes de tabaco oriental; o aproximadamente 65 partes de tabaco curado al aire caliente, aproximadamente 25 partes de tabaco burley, y aproximadamente 10 partes de tabaco oriental; o aproximadamente 65 partes de tabaco curado al aire caliente, aproximadamente 10 partes de tabaco burley, y aproximadamente 25 partes de tabaco oriental; en una base de peso seco. Otras mezclas de tabaco ejemplares incorporan aproximadamente 20 a aproximadamente 30 partes de tabaco oriental y aproximadamente 70 a aproximadamente 80 partes de tabaco curado al aire caliente.

10

15

20

25

El material de tabaco puede tener la forma de partes o trozos de tabaco procesado, tabaco curado y envejecido en forma de lámina o tallo esencialmente natural, un extracto de tabaco, pulpa de tabaco extraída (por ejemplo, usando agua como un disolvente), o una mezcla de lo anterior (por ejemplo, una mezcla que combina pulpa de tabaco extraída con lámina de tabaco natural granulado, curado y envejecido). En algunas realizaciones, es deseable lavar minuciosamente el material de tabaco en agua para eliminar algo de la asparagina en el tabaco.

30

El tabaco que se usa para el producto de tabaco incluye lo más preferiblemente lámina de tabaco, o mezcla de lámina y tallo de tabaco. Las mezclas de tabaco que incorporan una cantidad predominantes de lámina de tabaco, respecto al tallo de tabaco, se prefieren. Lo más preferiblemente, la lámina y el tallo del tabaco se usan en una forma no extraída, esto es, de manera que la parte extraíble (por ejemplo, la parte soluble en agua) está presente en la parte no extraíble (por ejemplo, la pulpa de tabaco) de una manera comparable a la del tabaco natural proporcionado en una forma curada y envejecida. Las partes de los tabacos en el producto de tabaco pueden tener formas procesadas, tal como tallos de tabaco procesados (por ejemplo, tallos cortados-enrollados, tallos cortados-enrollados-expandidos o tallos cortados-inflados), o tabaco expandido en volumen (por ejemplo, tabaco inflado, tal como tabaco expandido con hielo seco (DIET)). Véanse, por ejemplo, los procedimientos de expansión del tabaco presentados en las Patentes de EE.UU. núms. 4.340.073 de de la Burde et al.; 5.259.403 de Guy et al.; y 5.908.032 de Poindexter, et al.; y la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2004/0182404 de Poindexter, et al., todas las cuales se incorporan por referencia. Además, el producto de tabaco opcionalmente puede incorporar tabaco que se ha fermentado. Véanse, además, los tipos de técnicas de procesamiento de tabaco presentadas en el documento PCT WO 05/063060 de Atchley et al., que se incorpora en esta memoria por referencia.

35

40

45

El tabaco usado en la presente invención se proporciona típicamente en una forma triturada, molida, granulada, particulada fina o en polvo. Lo más preferiblemente, el tabaco se emplea en forma de partes o trozos que tienen un tamaño de partícula promedio menor que la de las partes o trozos de tabaco triturado usado en los productos de tabaco denominados “de corte fino”. Típicamente, las partículas o trozos de tabaco muy finamente divididas se ajustan para pasar a través de una criba de aproximadamente malla Tyler 18, generalmente se ajustan para pasar una criba de aproximadamente malla Tyler 20, frecuentemente se ajustan para pasar a través de una criba de aproximadamente malla Tyler 50, frecuentemente se ajustan para pasar a través de una criba de aproximadamente malla Tyler 60, pueden incluso ajustarse para pasar a través de una criba de malla Tyler 100, y además pueden ajustarse de manera que pasen a través de una criba de malla Tyler 200. Si se desea, el equipo de clasificación aérea puede usarse para asegurar que partículas de tabaco de tamaño pequeño de los tamaños deseados, o intervalos de tamaños, pueden recogerse. En una realización, el material de tabaco está en forma particulada ajustado para pasar a través de una malla Tyler 18, pero no a través de una malla Tyler 60. Si se desea, trozos de tamaños diferentes de tabaco granulado pueden mezclarse juntos. Típicamente, las partículas o trozos de tabaco muy finamente divididas adecuadas para productos snus tienen un tamaño de partícula mayor que malla Tyler -8, frecuentemente malla Tyler -8 a +100, frecuentemente malla Tyler -18 a +60.

50

55

60

La manera mediante la que el tabaco se proporciona en un tipo de forma finamente dividida o en polvo puede variar. Preferiblemente, las partes o trozos de tabaco se desmenuzan, muelen o pulverizan en un tipo de forma en polvo

usando equipo y técnicas para pulverizar, moler o similares. Lo más preferiblemente, el tabaco está relativamente seco en forma durante el pulverizado o molienda, usando equipo tal como molinos de martillo, cabezas de cortador, molinos de control de aire, o similares. Por ejemplo, las partes o trozos de tabaco pueden pulverizarse o molerse cuando el contenido en humedad de los mismos es menor que aproximadamente 15 por ciento en peso a menos de aproximadamente 5 por ciento en peso.

Los extractos de tabaco son útiles como componentes de la composición del tabaco. Los extractos pueden usarse en forma sólida (por ejemplo, forma seca por pulverizado o seca por congelación), en forma líquida, en forma semi-sólida o similar. Las técnicas de extracción y extractos de tabaco ejemplares se presentan, por ejemplo, en las Patentes de EE.UU. 4.150.677 de Osborne, Jr. et al.; 4.967.771 de Fagg et al.; 5.005.539 de Fagg et al.; 5.148.819 de Fagg; y 5.435.325 de Clapp et al., todos los cuales se incorporan por referencia en esta memoria. Varias metodologías de extracción y reconstitución de tabaco se presentan en la Patente de EE.UU. núms. 5.065.775 de Fagg; 5.360.022 de Newton; y 5.131.414 de Fagg, todos los cuales se incorporan por referencia en esta memoria. Véase también, las metodologías de tratamiento de extracto de tabaco presentadas en las Patentes de EE.UU. núms. 5.131.415 de Muñoz et al., y 5.318.050 de González-Parra, ambos de los cuales se incorporan por referencia en esta memoria.

Las técnicas de procesamiento de tabaco reconstituido conocidas adecuadas, tales como técnicas de fabricación de papel o procedimientos tipo moldeo, pueden emplearse en conjunto con el procedimiento de la invención. Véanse, por ejemplo, los tipos de procedimientos de fabricación de papel presentados en las Patentes de EE.UU. núms. 3.398.754 de Tughan; 3.847.164 de Mattina; 4.131.117 de Kite; 4.270.552 de Jenkins; 4.308.877 de Mattina; 4.341.228 de Keritsis; 4.421.126 de Gellatly; 4.706.692 de Gellatly; 4.962.774 de Thomasson; 4.941.484 de Clapp; 4.987.906 de Young; 5.056.537 de Brown; 5.143.097 de Sohn; 5.159.942 de Brinkley et al.; 5.325.877 de Young; 5.445.169 de Brinkley; 5.501.237 de Young; 5.533.530 de Young; que se incorporan en esta memoria por referencia. Véanse, por ejemplo, los procedimientos de moldeo presentados en las Patentes de EE.UU. núms. 3.353.541 de Hind; 3.399.454 de Hind; 3.483.874 de Hind; 3.760.815 de Deszyck; 4.674.519 de Keritsis; 4.972.854 de Kiernan; 5.023.354 de Hickie; 5.099.864 de Young; 5.101.839 de Jakob; 5.203.354 de Hickie; 5.327.917 de Lekwauwa; 5.339.838 de Young; 5.598.868 de Jakob; 5.715.844 de Young; 5.724.998 de Gellatly; y 6.216.706 de Kumar; y los documentos EPO 565360; EPO 1055375 y PCT WO 98/01233; que se incorporan en esta memoria por referencia. Los extractos, materiales extractados y lechadas usadas en tipos tradicionales de procedimientos de tabaco reconstituidos pueden emplearse como ingredientes en formulaciones de tabaco de la invención.

El procedimiento de la invención puede usarse en conexión con cualquier procedimiento de tratamiento de tabaco donde la aplicación de calor está implicada, y en conjunto con auxiliares o aditivos de procesamiento de tratamiento de calor o en conjunto con ingredientes tales como componentes de revestimiento. Véanse, por ejemplo, los materiales de revestimiento y los métodos presentados en las Patentes de EE.UU. núms. 4.177.822 de Bryant, Jr. et al.; 4.306.577 de Wu et al.; 4.449.541 de Mays et al.; 4.537.204 de Gaisch et al.; 4.819.668 de Shelar et al.; y 4.836.224 de Lawson et al.; cada una de las cuales se incorpora por referencia en esta memoria.

La cantidad relativa de tabaco en la formulación de tabaco puede variar. Preferiblemente, la cantidad de tabaco en la formulación de tabaco es al menos aproximadamente 10 por ciento o al menos aproximadamente 25 por ciento, en una base en peso seco. En ciertos ejemplos, las cantidades de otros componentes en la formulación de tabaco pueden exceder aproximadamente el 40 por ciento, en una base en peso seca. Un intervalo típico de material de tabaco en la formulación es aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso, más frecuentemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 40 por ciento en peso en una base seca.

La composición de tabaco sometida al procedimiento de tratamiento con calor de la invención tendrá típicamente un cierto nivel de agua en ella, y puede caracterizarse como una composición de tabaco húmeda. La cantidad de agua puede variar desde un gran exceso, donde la composición de tabaco está en forma de una dispersión, a cantidades menores donde la composición de tabaco está meramente humedecida. El contenido en agua anterior al tratamiento con calor es típicamente mayor que aproximadamente 10 por ciento en peso, en base al peso total de la composición, más frecuentemente al menos aproximadamente 20 por ciento en peso. El contenido en agua es típicamente menor que aproximadamente 85 por ciento en peso, más frecuentemente menor que aproximadamente 75 por ciento en peso. Un intervalo de peso típico es aproximadamente 20 a aproximadamente 50 por ciento en peso. También pueden estar presentes disolventes no acuosos en la composición de tabaco además de agua, tal como varios humectantes (por ejemplo, glicerina o propilenglicol).

Un aditivo capaz de alterar la naturaleza o carácter de una composición de tabaco tratado con calor se mezcla con la composición de tabaco. El aditivo es, por ejemplo, un compuesto o mezcla de compuestos que pueden alterar la química o características sensoriales del tabaco durante el procedimiento del tratamiento con calor. En una realización, se pretende que el aditivo inhiba la reacción entre la asparagina y los azúcares reductores presentes en la composición de tabaco, que pueden llevar a compuestos tales como acrilamida. Los productos de tabaco difieren únicamente de los productos alimenticios con respecto a ciertas reacciones, tales como la reacción entre asparagina y azúcares reductores. Con los productos de tabaco para fumar (por ejemplo, cigarrillos, cigarrillos, tabaco de pipa), el gradiente de temperatura durante el uso es mucho mayor que la temperatura encontrada en los alimentos durante el cocinado, que puede llevar a una velocidad de reacción aumentada. Con ciertos productos de tabaco sin humo, el pH puede ser mucho mayor que el pH de los alimentos y, durante el procesamiento, el calentamiento del tabaco con un

pH aumentado puede mejorar la velocidad de ciertas reacciones. Por lo tanto, la inhibición de ciertas reacciones puede ser particularmente desafiante cuando se trata con productos de tabaco.

Aditivos ejemplares incluyen aminoácidos, composiciones que incorporan cationes di- y trivalentes, asparaginasa, ciertos sacáridos no reductores, ciertos agentes reductores, compuestos fenólicos (por ejemplo, compuestos que tienen al menos una funcionalidad fenólica), ciertos compuestos que tienen al menos un grupo o funcionalidad tiol libre, agentes oxidantes, catalizadores de oxidación, extracto de romero (u otros extractos de plantas derivados de fuentes herbales o botánicas), y combinaciones de los mismos. Sin estar atado a una teoría de operación, se cree que estos aditivos son capaces de inhibir la reacción de la asparagina para formar acrilamida, o bien proporcionando reacciones competitivas que reaccionan preferentemente con azúcares reductores disponibles, por interacción química con asparagina que los vuelve incapaces de reaccionar con azúcares reductores, por interacción química con intermediarios de reacción, o por interacción química con acrilamida. El uso de ciertos aditivos según la invención se describe en las Patentes de EE.UU. núms. 7.037.540 de Elder et al. y 7.267.834 de Elder et al.; y las Publicaciones de Solicitud de Patente de EE.UU. núms. 2004/0058046 de Zyzak et al; 2005/0196504 de Finley; 2006/0194743 de Oku et al; 2007/0141225 de Elder et al.; 2007/0141227 de Boudreaux et al.; y 2007/0166439 de Soe et al.; que se incorporan por referencia en su totalidad.

La cantidad del aditivo presente en la composición de tabaco variará dependiendo del carácter deseado de la composición de tabaco tratado con calor final y el tipo de aditivo seleccionado. Típicamente, la cantidad de aditivo es al menos aproximadamente 0,01 por ciento en peso seco, más frecuentemente al menos aproximadamente 0,1 por ciento en peso seco, y lo más frecuentemente al menos aproximadamente 1 por ciento en peso seco. El aditivo está presente en una cantidad típicamente menor que aproximadamente 15 por ciento en peso seco, tal como menos que aproximadamente 10 por ciento en peso o menos que aproximadamente 8 por ciento en peso. En una realización, la cantidad del aditivo es aproximadamente 1 por ciento en peso seco a aproximadamente 5 por ciento en peso seco. Dependiendo del tipo de aditivo usado y la manera en que el aditivo interactúa con la reacción de asparagina/azúcar reductora, puede haber una parte significativa del aditivo que permanezca en la composición después del tratamiento con calor o podría permanecer muy poco aditivo residual.

Aunque varios aminoácidos esenciales o no esenciales podrían usarse, el aminoácido es típicamente lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina o combinaciones de los mismos. También puede usarse la cisteína.

Los cationes di- y trivalentes se usan típicamente en forma de sales neutras. Sales menos solubles, tales como las sales que comprenden aniones de carbonato o hidróxido pueden hacerse más solubles por adición de ácido fosfórico o cítrico. Los cationes sugeridos incluyen, calcio, magnesio, aluminio, hierro, cobre y zinc. Las sales adecuadas de estos cationes incluyen cloruro de calcio, citrato de calcio, lactato de calcio, malato de calcio, gluconato de calcio, fosfato de calcio, acetato de calcio, EDTA de calcio y sodio, glicerofosfato de calcio, hidróxido de calcio, lactobionato de calcio, óxido de calcio, propionato de calcio, carbonato de calcio, estearoil-lactato de calcio, cloruro de magnesio, citrato de magnesio, lactato de magnesio, malato de magnesio, gluconato de magnesio, fosfato de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio, sulfato de magnesio, hexahidrato de cloruro de aluminio, cloruro de aluminio, hidróxido de aluminio, alumbre de amonio, alumbre de potasio, alumbre sódico, sulfato de aluminio, cloruro férrico, gluconato ferroso, citrato de amonio férrico, pirofosfato férrico, fumarato ferroso, lactato ferroso, sulfato ferroso, cloruro cúprico, gluconato cúprico, sulfato cúprico, gluconato de zinc, óxido de zinc, sulfato de zinc y combinaciones de los mismos.

Otro aditivo ejemplar es la asparaginasa, que es una enzima que descompone la asparagina a ácido aspártico y amoniaco. La asparaginasa se usa típicamente en forma de una dispersión acuosa que contiene menos del 10 por ciento en peso de sólidos orgánicos totales (TOS). El número de unidades de asparaginasa (ASNU) por gramo de la composición de asparaginasa usada en la invención puede variar, pero está típicamente en el intervalo de 3000 a 4000. Otros tratamientos enzimáticos pueden ser también efectivos, tales como un tratamiento enzimático multi-etapa que utiliza una primera enzima para convertir ciertos azúcares reductores a un segundo azúcar reductor, y una segunda enzima para oxidar el segundo azúcar reductor. Por ejemplo, la fructosa puede convertirse en glucosa por la acción de la enzima glucosa isomerasa, que se conoce también como xilosa isomerasa, y la glucosa puede oxidarse por hexosa oxidasa o glucosa oxidasa.

Los sacáridos para sustituir los azúcares reductores y/o sustancias fenólicas se cree que suprimen la formación de acrilamida a partir de asparagina. Sacáridos ejemplares incluyen trehalosa, palatinosa reducida, D-manitol, D-eritritol, ciclodextrina y combinaciones de los mismos. Los sacáridos comercialmente disponibles incluyen "TREHA.RTM", una trehalosa cristalina hídrica de alta pureza disponible de Hayashibara Shoji Inc., Okayama, Japón; "NEOTREHALOSE", una trehalosa cristalina de grado reactivo disponible de Hayashibara Biochemical Laboratories Inc., Okayama, Japón; "PALATINIT", una palatinosa reducida en polvo disponible de Shin Mitsui Sugar Co. Ltd., Tokio, Japón; y "MANNITOL", un polvo de manitol cristalino disponible de Towa Chemical Industry Co., Ltd., Tokio, Japón.

Las sustancias fenólicas ejemplares incluyen catequinas (por ejemplo, catequina, epicatequina y epigallocatequina), flavonoides (por ejemplo, quercetina, isoquercitrina, rutina, naringina, hesperidina), kaempferol, ácido cinnámico,

ácido quínico, ácido 3,4-dihidro-cinnámico, ácido 3-cumárico, ácido 4-cumárico, p-nitrofenol, curcumina, escopoletina, ácido p-hidroxibenzoico n-propilo, protoantocianidina y combinaciones de los mismos.

Los compuestos con al menos un grupo tiol libre (-SH) pueden usarse también, tal como cisteína y derivados de cisteína (por ejemplo, N-acetil-cisteína), polipéptidos con grupos tiol disponibles (por ejemplo, glutatión y caseína), di-tiotreitol, ácido mercaptoacético, ácido mercaptopropiónico, mercaptoetanol y combinaciones de los mismos.

Los agentes reductores capaces de reducción de enlaces disulfuro a grupos tiol se cree que son capaces de reducir los niveles de acrilamida mientras estos agentes reductores no promuevan la reacción de Maillard con asparagina. Agentes reductores ejemplares incluyen deshidrato de cloruro estannoso, sulfito sódico, meta-bisulfato sódico, ácido ascórbico, derivados de ácido ascórbico, ácido isoascórbico (ácido eritórbito), sales de derivados de ácido ascórbico, hierro, zinc, iones ferrosos, ácido etilendiaminatetraacético (EDTA), ácido cítrico, ácido málico, ácido glutárico, ácidos dicarboxílicos, y combinaciones de los mismos.

Se cree que los agentes de blanqueamiento u oxidación y los catalizadores de oxidación también son útiles para inhibir la formación de acrilamida desde la asparagina. Cualquier agente oxidante capaz de transferir átomos de oxígeno puede usarse. Agentes oxidantes ejemplares incluyen peróxidos (por ejemplo, peróxido de hidrógeno), sales de clorito, sales de clorato, sales de perclorato, sales de hipoclorito, ozono, amoníaco y combinaciones de los mismos. Catalizadores de oxidación ejemplares son dióxido de titanio, dióxido de manganeso y combinaciones de los mismos. Los procedimientos para tratar el tabaco con agentes de blanqueamiento se tratan, por ejemplo, en las Patentes de EE.UU. núms. 787.611 de Daniels, Jr.; 1.086.306 de Oelenhein; 1.437.095 de Delling; 1.757.477 de Rosenhoch; 2.122.421 de Hawkinson; 2.148.147 de Baier; 2.170.107 de Baier; 2.274.649 de Baier; 2.770.239 de Prats et al.; 3.612.065 de Rosen; 3.851.653 de Rosen; 3.889.689 de Rosen; 4.143.666 de Rainer; 4.194.514 de Campbell; 4.366.824 de Rainer et al.; 4.388.933 de Rainer et al.; y 4.641.667 de Schmekel et al.; y el documento PCT WO 96/31255 de Giolvas, todos los cuales se incorporan por referencia en esta memoria. Cuando se utiliza un agente oxidante, puede ser deseable, pero no es necesario, pretreatar el material de tabaco con el agente oxidante y calentar la mezcla resultante (por ejemplo, calentar el material de tabaco tratado a una temperatura de al menos aproximadamente 80°C durante al menos aproximadamente 15 minutos) antes de mezclar el material de tabaco tratado con los restantes componentes de la mezcla.

Dependiendo del tipo de composición de tabaco que se procese, la composición de tabaco puede incluir uno o más componentes adicionales además del material de tabaco, agua, y los aditivos descritos anteriormente. Tipos ejemplares de ingredientes adicionales, que se tratan en mayor detalle a continuación, incluyen aromatizantes, cargas, aglutinantes, ajustadores de pH, agentes de tamponado, colorantes, auxiliares de disgregación, antioxidantes, humectantes y conservantes.

Los componentes de la composición de tabaco se ponen juntos en mezcla usando cualquier técnica o equipo de mezcla conocido en la técnica. Los aditivos anotados anteriormente, que pueden estar en forma líquida o sólida seca, pueden mezclarse con el tabaco en una etapa de pre-tratamiento antes de mezclar con cualquier componente restante de la composición o simplemente mezclarse con el tabaco junto con todos los demás ingredientes líquidos o secos. Cualquier método de mezcla que ponga a los ingredientes de la composición de tabaco en contacto íntimo puede usarse. Un aparato de mezcla que presenta un impulsor u otra estructura capaz de agitación se usa típicamente. El equipo de mezcla ejemplar incluye tambores de revestimiento, cilindros o tambores de acondicionamiento, aparato de pulverización de líquido, mezcladores de cinta, mezcladores disponibles como FKM130, FKM600, FKM1200, FKM2000 y FKM3000 de Littleford Day, Inc., tipos de cilindros mezcladores Plough Share y similares.

El tratamiento con calor de la composición de tabaco puede conseguirse usando cualquier método de calentamiento o aparato conocido en la técnica. El tratamiento con calor puede llevarse a cabo en un recipiente cerrado (por ejemplo, uno que proporciona un medio atmosférico controlado, componentes atmosféricos controlados y una presión atmosférica controlada), o en un recipiente que está esencialmente abierto al aire ambiental. La temperatura puede controlarse usando un recipiente con camisa, inyección de vapor directa en el tabaco, burbujeo de aire caliente a través del tabaco y similares. En ciertas realizaciones, la etapa de tratamiento con calor se realiza en un recipiente también capaz de proporcionar la mezcla de la composición, tal como por mezclado o agitación. Los recipientes de mezcla ejemplares incluyen mezcladores disponibles de Scott Equipment Company, Littleford Day, Inc., Lödige Process Technology, y la División Breddo Likwifier de la American Ingredients Company. Ejemplos de recipientes que proporcionan un medio controlado de presión incluyen autoclaves de alta presión disponible de Berghof/America Inc. de Concord, California, y reactores de alta presión disponibles de The Parr Instrument Co. (por ejemplo, Reactor Parr Modelos núms. 4522 y 4552 descritos en la Patente de EE.UU. núm. 4.882.128 de Hukvari et al.). La presión en el recipiente de mezcla durante el procedimiento puede ser presión atmosférica o presión elevada (por ejemplo, aproximadamente 68,95 kPa (10 psig) a aproximadamente 6894,76 kPa (1000 psig)). En otras realizaciones, el procedimiento de tratamiento de calor se realiza en un horno microondas, un horno de convección o por calentamiento infrarrojo.

La temperatura y tiempo del procedimiento del tratamiento con calor variará, y generalmente, la longitud del tratamiento con calor disminuirá mientras la temperatura del tratamiento con calor aumenta. Sin embargo, la temperatura de la etapa del tratamiento con calor puede caracterizarse como elevada, significando que la

temperatura es mayor que la temperatura ambiente (es decir, mayor que 25°C). La temperatura se determinará, en parte, por el tipo de procedimiento de tratamiento con calor que se realiza y el propósito del tratamiento con calor. Diferentes intervalos de temperatura podrían ser aplicables, dependiendo de si el procedimiento está diseñado para reacción de secado, pasteurización o química (por ejemplo, para formar compuestos llenos de sabor o aromáticos).

La temperatura está generalmente por encima de aproximadamente 60°C, frecuentemente por encima de aproximadamente 80°C, y más típicamente por encima de aproximadamente 100°C, pero está generalmente por debajo de aproximadamente 200°C, frecuentemente por debajo de aproximadamente 175°C, y lo más frecuentemente por debajo de aproximadamente 150°C. Los intervalos de temperatura típicos incluyen aproximadamente 60°C a aproximadamente 175°C, más frecuentemente aproximadamente 80°C a aproximadamente 150°C, y lo más frecuentemente aproximadamente 100°C a aproximadamente 140°C. En ciertas realizaciones, los procedimientos de tratamiento con calor a temperatura relativamente baja (por ejemplo, por debajo de aproximadamente 100°C o por debajo de aproximadamente 90°C) se desean para reducir la propensión de la asparagina a reaccionar para formar ciertos subproductos.

La cantidad de tiempo que la composición de tabaco está sometida al tratamiento con calor puede variar. Normalmente, el periodo de tiempo es suficiente para calentar la mezcla a la temperatura deseada durante un periodo de al menos aproximadamente 10 minutos, típicamente al menos aproximadamente 20 minutos, más frecuentemente al menos aproximadamente 30 minutos. Normalmente, el periodo de tiempo es menos que aproximadamente 3 horas, típicamente menos que aproximadamente 2 horas, y frecuentemente menos que aproximadamente 1,5 horas. En ciertas realizaciones, se desean los procedimientos de tratamiento con calor relativamente rápidos para reducir la propensión de la asparagina a reaccionar para formar ciertos subproductos. En dichas realizaciones, el tiempo de calentamiento no es más de aproximadamente 15 minutos o no más de aproximadamente 10 minutos.

En ciertas realizaciones, particularmente donde el tratamiento con calor se aplica a una composición de tabaco sin humo, la longitud del tratamiento con calor se determina por el contenido de humedad final deseado de la composición de tabaco. Típicamente, el contenido en humedad final deseado de la composición de tabaco sin humo es menor que aproximadamente 35 por ciento en peso, en base al peso total de la composición, frecuentemente menos que aproximadamente 25 por ciento en peso, y lo más frecuentemente menos que aproximadamente 20 por ciento en peso. Para composiciones de tabaco sin humo que se forman en formas de producto deseadas (por ejemplo, materiales en lámina o formas de vara), el contenido de humedad final es típicamente menor que aproximadamente 15 por ciento en peso o menos que aproximadamente 10 por ciento en peso, y frecuentemente menos que aproximadamente 8 por ciento en peso.

El aire atmosférico, o atmósfera ambiente, es la atmósfera preferida para llevar a cabo el tratamiento con calor de la presente invención. Sin embargo, el tratamiento con calor puede también tener lugar bajo una atmósfera controlada tal como una atmósfera generalmente inerte. Los gases tales como nitrógeno, argón y dióxido de carbono pueden usarse. De forma alternativa un gas hidrocarbonado (por ejemplo, metano, etano o butano) o un gas fluorocarbono también pueden proporcionar al menos una parte de una atmósfera controlada en ciertas realizaciones, dependiendo de la elección de las condiciones de tratamiento y productos de reacción deseados.

El pH de la composición de tabaco durante el tratamiento con calor puede afectar también la naturaleza y el carácter del producto tratado con calor. Las composiciones de tabaco acuosas son normalmente ácidas, pero el pH puede ajustarse hacia arriba mediante la adición de una base, tal como hidróxido sódico. Se ha determinado que el pH de la composición de tabaco durante el tratamiento con calor puede afectar a la reacción entre asparagina y azúcares reductores. En ciertas realizaciones, el pH de la composición de tabaco es menos que aproximadamente 10,0, menos que aproximadamente 9,0, menos que aproximadamente 8,0, menos que aproximadamente 7,5, menos que aproximadamente 7,0 o menos que aproximadamente 6,5. Se ha determinado que menores niveles de pH durante el tratamiento con calor pueden reducir los niveles de acrilamida en el material tratado con calor. En ciertas realizaciones, se añaden o bien nada de base o cantidades reducidas de base a la composición de tabaco para alcanzar los niveles de pH anotados anteriormente. Una técnica representativa para determinar el pH de una formulación de tabaco implica dispersar 5 g de esa formulación en 100 ml de agua de cromatografía líquida de alto rendimiento, y medir el pH de la suspensión/disolución resultante (por ejemplo, con un pH metro).

Aunque disminuir la temperatura del tratamiento con calor o el tiempo de tratamiento puede reducir ciertas reacciones como se anota anteriormente, hay ejemplos donde el tiempo o la temperatura reducida pueden ser indeseables. Por ejemplo, donde el procedimiento de tratamiento con calor se pretende que produzca productos de reacción de Maillard aromatizables y aromáticos, reducir la temperatura o tiempo del procedimiento de tratamiento con calor dará por resultado además la producción reducida de compuestos deseados. Por consiguiente, en ciertas realizaciones, puede ser ventajoso usar uno de los aditivos presentados en esta memoria para inhibir reacciones como oposición a alterar las condiciones del tratamiento con calor.

El procedimiento de tratamiento con calor de la invención puede combinarse con procedimientos adicionales diseñados para afectar a las membranas celulares y, en consecuencia, permitir la mejor penetración de los aditivos anotados anteriormente en el material de tabaco. Por ejemplo, el material de tabaco de la composición de tabaco puede someterse a energía ultrasónica, aplicación de un vacío, o tratarse con enzimas que debilitan la célula antes de o durante el procedimiento de tratamiento con calor de la invención.

En un aspecto de la invención, el procedimiento de tratamiento con calor se usa para tratar una composición de tabaco sin humo. Por ejemplo, el procedimiento de tratamiento con calor puede usarse para secar una composición de tabaco sin humo que se ha formado en una forma de producto deseada. Dichas composiciones de tabaco sin humo, además de tabaco, agua y los aditivos anotados anteriormente, también incluyen típicamente componentes adicionales tales como aromatizantes, cargas, aglutinantes, ajustadores de pH, agentes de tamponado, colorantes, auxiliares de disgregación, antioxidantes, humectantes y conservantes.

Aromatizantes ejemplares que pueden usarse son componentes, o combinaciones adecuadas de esos componentes, que actúan para alterar el amargor, dulzor, acidez o salinidad del producto de tabaco sin humo, mejorar la sequedad o humedad percibida de la formulación, o el grado de sabor del tabaco mostrado por la formulación. Los tipos de aromatizantes incluyen sales (por ejemplo, cloruro sódico, cloruro de potasio, citrato sódico, citrato de potasio, acetato sódico, acetato de potasio y similares), edulcorantes naturales (por ejemplo, fructosa, sacarosa, glucosa, maltosa, manosa, galactosa, lactosa y similares), edulcorantes artificiales (por ejemplo, sucralosa, sacarina, aspartama, acesulfamo K, neotame y similares); y mezclas de los mismos. La cantidad de aromatizantes utilizados en la composición de tabaco pueden variar, pero es típicamente hasta aproximadamente 10 por ciento en peso seco, y ciertas realizaciones se caracterizan por un contenido aromatizante de al menos aproximadamente 1 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 1 a aproximadamente 10 por ciento en peso seco. Las combinaciones de aromatizantes se usan frecuentemente, tal como aproximadamente 0,1 a aproximadamente 2 por ciento en peso seco de un edulcorante artificial y aproximadamente 0,5 a aproximadamente 8 por ciento en peso seco de una sal tal como cloruro sódico.

Materiales de carga ejemplares incluyen materiales de fibra vegetal tales como materiales de fibra de caña de azúcar (por ejemplo, carga de marca FIBREX® disponible de International Fiber Corporation), avenas u otro grano de cereal (que incluye granos procesados o inflados), fibras de salvado, almidón u otros materiales celulósicos modificados o naturales tales como celulosa microcristalina. Ejemplos específicos adicionales incluyen almidón de maíz, maltodextrina, dextrosa, carbonato de calcio, fosfato de calcio, lactosa, manitol, xilitol y sorbitol. La cantidad de carga utilizada en la composición de tabaco puede variar, pero es típicamente hasta aproximadamente 50 por ciento en peso seco, y ciertas realizaciones se caracterizan por un contenido de carga de al menos aproximadamente 10 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 20 a aproximadamente 50 por ciento en peso seco. Las combinaciones de cargas se usan frecuentemente, tal como aproximadamente 2 a aproximadamente 8 por ciento en peso seco de carbonato de calcio, aproximadamente 10 a aproximadamente 20 por ciento en peso seco de harina de arroz, y aproximadamente 10 a aproximadamente 20 por ciento en peso de maltodextrina.

Los aglutinantes típicos incluyen povidona, carboximetilcelulosa sódica y otros materiales celulósicos modificados, alginato sódico, goma de xantano, aglutinantes con base de almidón, goma arábica, pectina, carragenano, pululano, zeína, y similares. La cantidad de aglutinante utilizado en la composición de tabaco puede variar, pero es típicamente hasta aproximadamente 30 por ciento en peso seco, y ciertas realizaciones se caracterizan por un contenido en aglutinante de al menos aproximadamente 5 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 5 a aproximadamente 30 por ciento en peso seco.

Los ajustadores de pH o agentes de tamponado preferidos proporcionan y/o tamponan en un intervalo de pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10, y los agentes ejemplares incluyen hidróxidos metálicos, carbonatos metálicos, bicarbonatos metálicos y mezclas de los mismos. Materiales ejemplares específicos incluyen hidróxido sódico, hidróxido de potasio, carbonato de potasio, carbonato sódico y bicarbonato sódico. La cantidad de ajustador de pH o material de tamponado utilizado en la composición de tabaco puede variar, pero es típicamente hasta aproximadamente 5 por ciento en peso seco, y ciertas realizaciones pueden caracterizarse por un contenido de ajustador de pH/tampón de al menos aproximadamente 0,5 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 1 a aproximadamente 5 por ciento en peso seco.

Colorantes ejemplares incluyen varios tintes y pigmentos, tales como colorante de caramelo y dióxido de titanio. La cantidad de colorante utilizado en la composición de tabaco puede variar, pero es típicamente hasta aproximadamente 3 por ciento en peso seco, y ciertas realizaciones se caracterizan por un contenido en colorante de al menos aproximadamente 0,1 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3 por ciento en peso seco.

Los humectantes ejemplares incluyen glicerina y propilenglicol. La cantidad de humectante utilizado en la composición de tabaco puede variar, pero es típicamente hasta aproximadamente 2 por ciento en peso seco, y ciertas realizaciones pueden caracterizarse por un contenido humectante de al menos aproximadamente 0,1 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 0,2 a aproximadamente 2 por ciento en peso seco.

Otros ingredientes tales como conservantes (por ejemplo, sorbato de potasio) o auxiliares de disgregación (por ejemplo, celulosa microcristalina, croscarmelosa sódica, crospovidona, glicolato de almidón sódico, almidón de maíz pregelatinizado y similares) pueden usarse también. Típicamente, dichos ingredientes se usan en cantidades de hasta aproximadamente 10 por ciento en peso seco y normalmente al menos aproximadamente 0,1 por ciento en peso seco, tal como aproximadamente 0,5 a aproximadamente 10 por ciento en peso seco.

Particularmente con respecto a las composiciones de tabaco sin humo, las composiciones de tabaco de la invención pueden formarse en formas de producto deseadas o bien antes o después de la etapa de tratamiento con calor. Típicamente, la etapa de formación se da antes del tratamiento con calor porque el mayor contenido en agua presente antes del calentamiento aumenta la maleabilidad de la composición. El método y aparato usado para formar la composición de tabaco dependerá de la forma deseada. Formas ejemplares incluyen píldora, comprimido, esfera, lámina, moneda, cubo, gota, ovoide, obloide, judía, palo y vara. Por ejemplo, la composición de tabaco puede tener la forma de gránulos de tabaco comprimidos, trozos extruidos multi-capa, varas o palos extruidos o formados, composiciones que tienen un tipo de formulación de tabaco rodeada por un tipo diferente de formulación de tabaco, rollos de películas tipo cinta, películas o tiras fácilmente solubles en agua o dispersables en agua (véase, por ejemplo, la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2006/0198873 de Chan et al.), o materiales tipo cápsula que poseen una carcasa externa (por ejemplo, una carcasa externa flexible o dura que puede ser clara, incolora, traslúcida o altamente coloreada por naturaleza) y una región interna que posee tabaco o aroma de tabaco (por ejemplo, un fluido Newtoniano o un fluido tixotrópico que incorpora tabaco de alguna forma).

Las composiciones de tabaco procesado, tal como gránulos de tabaco comprimidos, pueden producirse compactando tabaco granulado y componentes de formulación asociados en forma de un gránulo, y recubriendo opcionalmente cada gránulo con un material de recubrimiento. Los dispositivos de granulación ejemplares están disponibles como el equipo granulador FL-M Series (por ejemplo, FL-M-3) de Vector Corporation y como WP 120V y WP 200VN de Alexanderwerk, Inc. Los dispositivos de compactación ejemplares, tales como prensas de compactación, están disponibles como Colton 2216 y Colton 2247 de Vector Corporation y como 1200i, 2200i, 3200, 2090, 3090 y 4090 de Fette Compacting. Los dispositivos para proporcionar capas de recubrimiento externo a formulaciones de tabaco granulado compactado están disponibles como CompuLab 24, CompuLab 36, Accela-Cota 48 y Accela-Cota 60 de Thomas Engineering.

Las composiciones de tabaco procesado, tales como gránulos de tabaco multi-capa, pueden fabricarse usando una amplia variedad de técnicas de extrusión. Por ejemplo, los gránulos de tabaco multi-capa pueden fabricarse usando técnicas de co-extrusión (por ejemplo, usando un extrusor de doble husillo). En dicha situación, sucesivos componentes o mezclas de componentes húmedos o secos pueden colocarse en tolvas de extrusión separadas. El vapor, gases (por ejemplo, amoníaco, aire, dióxido de carbono y similares) y humectantes (por ejemplo, glicerina o propilenglicol) pueden inyectarse en el cilindro de extrusión mientras cada mezcla seca se propulsa, plastifica y cocina. De por sí, los diversos componentes se procesan de manera que estén muy bien mezclados, y por tanto, entren en contacto completo los unos con los otros. Por ejemplo, el contacto de componentes es tal que los componentes individuales pueden estar bien incrustados en la matriz de extrusión o extrusado. Véase, por ejemplo, la Patente de EE.UU. núm. 4.821.749 de Toft et al., que se incorpora en esta memoria por referencia. Los materiales multicapa pueden tener la forma general de películas, y de forma alternativa, los materiales esféricos generalmente multi-capa pueden poseer varias capas que se extienden desde el interior hacia afuera.

Algunas formas, tales como barras o cubos, pueden formarse extrudiendo primero el material a través de una boquilla que tiene la sección de corte deseada (por ejemplo, redonda o cuadrada) y después cortando opcionalmente el material extruido en las longitudes deseadas. El equipo de extrusión ejemplar adecuado para usar en la invención incluye extrusores de pasta industrial tal como el Modelo TP 200/300 disponible de Emiliomiti, LLC de Italia. Los materiales tipo lámina pueden prepararse aplicando la composición de tabaco en una cinta móvil y pasando la cinta móvil a través de un espacio formado por rodillos en oposición, seguido por el corte de la lámina en las longitudes deseadas.

La presente invención proporciona una composición de tabaco tratado con calor, tal como una composición de tabaco sin humo tratado con calor, que tiene un contenido de acrilamida de menos de aproximadamente 2000 ppb (o ng/g). Típicamente, el contenido de acrilamida es menos que aproximadamente 1500 ppb, frecuentemente menos que aproximadamente 1000 ppb, y lo más frecuentemente menos que aproximadamente 900 ppb. Las composiciones que tienen un contenido de acrilamida de menos que aproximadamente 800 ppb, menos que aproximadamente 700 ppb, menos que aproximadamente 600 ppb, menos que aproximadamente 500 ppb, menos que aproximadamente 400 ppb, o menos que aproximadamente 300 ppb pueden producirse.

Las composiciones de tabaco tratado con calor de la invención son útiles como aditivos para la fabricación de artículos para fumar. Por ejemplo, la composición preparada de acuerdo con la presente invención puede mezclarse con materiales de revestimiento y aplicarse al tabaco como un ingrediente de revestimiento, incorporarse en artículos para fumar como un ingrediente de recubrimiento superficial, o incorporarse en materiales de tabaco reconstituido. Aún más, las composiciones tratadas con calor de la invención pueden incorporarse en un filtro de cigarrillo (por ejemplo, en el tapón de filtro, papel de envolver el filtro o papel boquilla) o incorporarse en papel de envolver el cigarrillo, preferiblemente en la superficie interna, durante el procedimiento de fabricación del cigarrillo. Las composiciones tratadas con calor pueden usarse también como un aditivo en ciertos artículos para fumar electrónicos que generan aerosol, tales como los descritos en la Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2008/0092912 de Robinson et al., que se incorpora por referencia en esta memoria en su totalidad.

La composición tratada con calor podría incorporarse en las mezclas de tabaco, componentes representativos del cigarrillo, y cigarrillos representativos fabricados a partir de ellos, presentados en las Patentes de EE.UU. núms. 4.836.224 de Lawson et al.; 4.924.888 de Perfetti et al.; 5.056.537 de Brown et al.; 5.220.930 de Gentry; y 5.360.023

de Blakley et al.; la Solicitud de Patente de EE.UU. 2002/0000235 de Shafer et al.; y el documento PCT WO 02/37990. Estos materiales de tabaco también pueden emplearse para la fabricación de esos tipos de cigarrillos que se describen en las Patentes de EE.UU. núms. 4.793.365 de Sensabaugh; 4.917.128 de Clearman et al.; 4.947.974 de Brooks et al.; 4.961.438 de Korte; 4.920.990 de Lawrence et al.; 5.033.483 de Clearman et al.; 5.074.321 de Gentry et al.; 5.105.835 de Drewett et al.; 5.178.167 de Riggs et al.; 5.183.062 de Clearman et al.; 5.211.684 de Shannon et al.; 5.247.949 de Deevi et al.; 5.551.451 de Riggs et al.; 5.285.798 de Banerjee et al.; 5.593.792 de Farrier et al.; 5.595.577 de Bensalem et al.; 5.816.263 de Counts et al.; 5.819.751 de Barnes et al.; 6.095.153 de Beven et al.; 6.311.694 de Nichols et al.; y 6.367.481 de Nichols et al.; y los documentos PCT WO 97/48294 y PCT WO 98/16125. Véanse, también, los tipos de cigarrillos comercialmente publicitados descritos en *Chemical and Biological Studies on New Cigarette Prototypes that Heat Instead of Burn Tobacco*, R.J. Reynolds Tobacco Company Monograph (1988) e *Inhalation Toxicology*, 12:5, pág. 1-58 (2000).

La composición resultante del método de la invención puede usarse también como un producto de tabaco sin humo o incorporarse como un aditivo en un producto de tabaco sin humo. Varios tipos de productos de tabaco sin humo se presentan en las Patentes de EE.UU. núms. 1.376.586 de Schwartz; 3.696.917 de Levi; 4.513.756 de Pittman et al.; 4.528.993 de Sensabaugh, Jr. et al.; 4.624.269 de Story et al.; 4.987.907 de Townsend; 5.092.352 de Sprinkle, III et al.; y 5.387.416 de White et al.; Publicación de Solicitud de Patente de EE.UU. núm. 2005/0244521 de Strickland et al.; los documentos PCT WO 04/095959 de Arnarp et al.; PCT WO 05/063060 de Atchley et al.; PCT WO 05/004480 de Engstrom; PCT WO 05/016036 de Bjorkholm; y PCT WO 05/041699 de Quinter et al.; cada uno de los cuales se incorpora en esta memoria por referencia. Véanse también, los tipos de formulaciones, ingredientes y metodologías de procesamiento de tabaco sin humo presentadas en las Patentes de EE.UU. núms. 6.953.040 de Atchley et al. y 7.032.601 de Atchley et al.; Publicaciones de Solicitud de Patente de EE.UU. núms. 2002/0162562 de Williams; 2002/0162563 de Williams; 2003/0070687 de Atchley et al.; 2004/0020503 de Williams, 2005/0178398 de Breslin et al.; 2006/0191548 de Strickland et al.; 2007/0062549 de Holton, Jr. et al.; 2007/0186941 de Holton, Jr. et al.; 2007/0186942 de Strickland et al.; 2008/0029110 de Dube et al.; 2008/0029116 de Robinson et al.; 2008/0029117 de Mua et al.; 2008/0173317 de Robinson et al.; y 2008/0209586 de Neilsen et al., cada una de las cuales se incorpora en esta memoria por referencia.

Experimental

La presente invención se ilustra más completamente mediante los siguientes ejemplos, que se presentan para ilustrar la presente invención y no se van a construir como limitantes de la misma. En los siguientes ejemplos, g significa gramo, µg significa microgramo, mg significa miligramo, ng significa nanogramo, L significa litro, mL significa mililitro, µL significa microlitro y ppm significa partes por millón. Todos los porcentajes en peso se expresan en una base seca, que significa excluyendo el contenido en agua, a menos que se indique otra cosa.

El método para el análisis de la acrilamida usó un Cromatógrafo Líquido (LC) Thermo Surveyor MS equipado con una columna HPLC C₁₈ de 2,1 x 150 mm, de 5 µm, Phenomenex Gemini-NX que usa elución isocrática. La fase móvil A (92%) es 0,1% en v/v de ácido fórmico en agua y la fase móvil B (8%) es 100% de metanol (MeOH). La temperatura de la columna es 30°C y la bandeja automuestreadora se ajusta a 4°C. Un microlitro del extracto se inyecta en la columna. El caudal es 175 µL/min con 10 minutos de tiempo de equilibrado. La detección de acrilamida se alcanza usando un espectrómetro de masas de triple cuadrupolo Thermo TSQ Quantum Ultra. El efluente de LC fluye directamente en la interfase de electropulverizado del espectrómetro de masas. La interfase se opera en el modo ión positivo con un voltaje de pulverizado de 3,5 kV. El tubo de transferencia de iones (capilar calentado) se ajusta a 250°C. La monitorización de la reacción seleccionada se usa enfocando en las transiciones de m/z 72→55 con energía de colisión de 12 V y m/z 72→44 con energía de colisión de 32 V, como se determina por infusión directa de acrilamida. Un gramo de muestra se disuelve en 90:10 (v/v) de agua:metanol durante 1 hora usando un agitador orbital ajustado a 300 rpm. El extracto se filtra entonces a través de un filtro PTFE de 0,45 µm; el filtrado se analiza posteriormente por el sistema LC-MS/MS descrito anteriormente.

El tabaco usado en todos los ejemplos es una mezcla de 75% de tabaco curado al aire caliente y 25% de tabaco curado al sol. El contenido de acrilamida de la mezcla de tabaco, harina de arroz y maltodextrina es menor que el límite de cuantificación de 75 ng/g. La goma de xantano contiene aproximadamente 120 ng/g de acrilamida. Para todos los ejemplos, los ingredientes secos se añaden a un Fabricante de Pasta Automático Popeil (Preparador de Alimentos Modelo P400, Ronco Inventions LLC, Chatsworth, CA). La mezcla húmeda se hace disolviendo hidróxido sódico en agua, después añadiendo la glicerina.

Esta disolución de mezcla húmeda se añade lentamente a los ingredientes secos mientras está en modo "mezclar" siguiendo las instrucciones para usar en mezcla. El Fabricante de Pasta se enciende entonces al modo "extrudir" y se extruden varas de aproximadamente 30,48 cm (1 pie) de largo a través de la boquilla de Fideo Oriental (tamaño de agujero de aproximadamente 3,15 mm). Todos los agujeros salvo cuatro en el fondo de la boquilla están bloqueados con un trozo circular de plástico, que se corta para revelar los agujeros del fondo. Este trozo de plástico se coloca dentro de la boquilla en el lado que da a la máquina.

Las varas se colocan en cribas de metal corrugado de 57,15 cm (22 ½ pulgadas) de diámetro hechas para ajustar bandejas rotatorias dentro del horno. Las corrugaciones mantienen a las varas rectas mientras se secan. El horno es

un horno de convección Hotpack Digamatec (Hotpack Corporation, Filadelfia, PA) con 10 bandejas rotatorias. La temperatura de secado es 138°C (280°F).

Ejemplo 1

Formulación de control y efecto del tiempo de secado

- 5 Las varas hechas usando la fórmula presentada en la Tabla 1 posterior se secan durante 10, 15, 20, 30 y 40 minutos para demostrar el efecto del tiempo de secado en la formación de acrilamida. La muestra seca durante 15 minutos se usó como un control para la comparación para todos los experimentos.

Tabla 1

Ingredientes secos:	% en p/p	g/carga
Tabaco	40,0%	120,0
Sucralosa (Tate and Lyle Sucralose Inc., Decatur, IL)	1,0%	3,0
Dióxido de titanio (Mutchler Inc., Harrington Park, NJ)	1,0%	3,0
Carbonato de calcio HD PPT Fino (Univar USA Inc., Seattle, WA)	5,0%	15,0
Maltodextrina 10DE (Grain Processing Corp. Muscatine, IA)	16,0%	48,0
Harina de arroz (Remy n.v., Leuven-Wijgmaal, Bélgica)	16,0%	48,0
Goma de xantano (Tic Gums Inc., Belcamp, MD)	15,0%	45,0
Cloruro sódico USP (J.T. Baker, Mallinckrodt Baker Inc., Phillipsburg, NJ)	4,0%	12,0
Mezcla húmeda:		
Hidróxido sódico (Certified A.C.S., Fisher Scientific, Fair Lawn, NJ)	1,5%	4,5
Glicerina (Vitusa Products Inc., Berkeley Height, NJ)	0,5%	1,5
110 mL de agua		
Ingredientes totales excepto agua:	100%	300,0

- 10 La muestra de control seca durante quince minutos tiene un contenido de acrilamida de 2559 ng/g. Reducir el tiempo de secado a 10 minutos da por resultado una reducción del 44% en contenido de acrilamida en comparación con el control, mientras que aumentar el tiempo de secado a 20 minutos aumenta el contenido de acrilamida en 39% en comparación con el control. Más aumentos en el tiempo de secado dan por resultado menores aumentos (o incluso disminuciones) en el contenido de acrilamida en comparación con el control, con un tiempo de secado de 30 minutos
- 15 que lleva a un 24% de aumento y un tiempo de secado de 40 minutos que lleva a una reducción en el contenido de acrilamida de 4%, en comparación con el control. Así, el aumento del tiempo de secado puede llevar a aumentos en el contenido de acrilamida hasta que se alcanza un contenido máximo, después del que más aumentos en el tiempo de secado no elevan el contenido de acrilamida y pueden llevar a ligeras reducciones.

Ejemplo 2

- 20 Efecto del pH

Una composición de tabaco se procesa igual que la muestra de control en el Ejemplo 1, excepto que el hidróxido sódico se reduce a 2,25 g (la mitad de la cantidad usada en el Ejemplo 1). La maltodextrina se aumenta a 49,10 g y la harina de arroz se aumenta a 49,15 g. El pH antes de secar es 7,54 y el pH después de secar es 7,27. El contenido de acrilamida es 1250 ng/g, que representa un 51% de disminución de acrilamida en comparación con la muestra de control, que tiene un pH de 8,68 antes de secar y 8,08 después de secar.

- 25 Otra composición de tabaco se procesa igual que el Ejemplo 1, excepto que no se añade hidróxido sódico. Se aumentan la maltodextrina y la harina de arroz a 50,25 g cada uno. El pH antes de secar es 6,51 y el pH después de

secar es 6,56. El contenido de acrilamida es 178 ng/g, una caída de 93% en comparación con el control. Este ensayo indica que el contenido de acrilamida aumenta con el aumento en pH durante el secado.

Ejemplo 3

Efecto de los aminoácidos

- 5 Se disuelve HCl de L-lisina en 80 mL de agua y la disolución se agita en el tabaco. La disolución se deja penetrar en el tabaco durante 20 minutos antes de usar. El tabaco tratado se mezcla con los demás ingredientes secos en el Fabricante de Pasta. La composición final tiene la formulación presentada en la Tabla 2 posterior. La formulación se procesa por lo demás de la misma manera que la muestra de control en el Ejemplo 1.

Tabla 2

Ingredientes secos:	% en p/p	g/carga
Tabaco	40,0%	120,0
Monohidrato de HCl de L-lisina, USP (J.T. Baker, Mallinckrodt Baker Inc., Phillipsburg, NJ)	1,0%	3,00
80 mL de agua		
Sucralosa	1,0%	3,00
Dióxido de titanio	1,0%	3,00
Carbonato de calcio (HD PPT Fino)	5,0%	15,00
Maltodextrina (10DE)	15,3%	46,00
Harina de arroz	15,2%	45,50
Goma de xantano	15,3%	45,75
Cloruro sódico	4,0%	12,00
Mezcla húmeda:		
Hidróxido sódico	1,8%	5,25
Glicerina	0,5%	1,50
30 mL de agua		
Ingredientes totales excepto agua:	100%	300,00

- 10 Se prepara otra formulación de la misma materia que la formulación de la Tabla 2, excepto que el HCl de L-lisina se aumenta a 7,5 g (2,5% en peso seco). La maltodextrina, harina de arroz y goma de xantano se reducen a 44,25 g cada uno.

- 15 Otra formulación se prepara de la misma materia que la formulación de la Tabla 2, excepto que 7,5 g de L-cisteína (97%, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO) (2,5% en peso seco) se sustituye por HCl de L-lisina. La maltodextrina se reduce a 45,5 g, la goma de xantano se reduce a 42,5 g y el hidróxido sódico se reduce a 4,50 g.

La adición de L-lisina antes del secado reduce el contenido de acrilamida en 63% (1,0% en peso seco de HCl de L-lisina) y 73% (2,5% en peso seco de HCl de L-lisina), respectivamente, en comparación con el control. La adición de L-cisteína antes del secado reduce el contenido de acrilamida en 74% en comparación con el control.

Ejemplo 4

Efecto de la asparaginasa

Se usa Acrylaway L (Novozymes North America Inc., Franklinton, NC), un preparado enzimático comercial que contiene 3500 unidades de asparaginasa (ASNU) por gramo. El preparado enzimático contiene aproximadamente 4% de sólidos orgánicos totales (TOS), 46% de agua, 50% de glicerol, 0,3% de benzoato sódico, y 0,1% de sorbato de potasio (Novozymes A/S; An Asparaginase Enzyme Preparation Produced a Strain of *Aspergillus oryzae* Expressing the *Aspergillus oryzae* Asparaginase Gene; 9 de noviembre de 2006; un dossier presentado a JECFA).

El Acrylaway L se diluye con 80 mL de agua y la disolución se añade al tabaco mientras se agita. Después de 60 minutos, el tabaco tratado se añade a los otros ingredientes secos en el Fabricante de Pasta. La glicerina en la mezcla húmeda se reduce porque el Acrylaway L también contiene glicerina. Una formulación con 250 ppm de TOS de asparaginasa se presenta en la Tabla 3 posterior. La formulación se procesa por lo demás de la misma manera que la muestra de control en el Ejemplo 1.

Tabla 3

Ingredientes secos:	% en p/p	g/carga
Tabaco	40,0%	120,0
Acrylaway (incluye 0,37 g de glicerina y 0,345 g de agua)	0,1%	0,75
80 mL de agua		
Sucralosa	1,0%	3,00
Dióxido de titanio	1,0%	3,00
Carbonato de calcio (HD PPT Fino)	5,0%	15,00
Maltodextrina (10DE)	16,0%	48,00
Harina de arroz	16,0%	48,00
Goma de xantano	15,0%	45,00
Cloruro sódico	4,0%	12,00
Mezcla húmeda:		
Hidróxido sódico	1,5%	4,50
Glicerina	0,4%	1,14
30 mL de agua		
Ingredientes totales excepto agua:	100%	300,05

Una segunda formulación que incluye 500 ppm de TOS de asparaginasa se prepara también con la formulación siendo igual a la mostrada en la Tabla 3, excepto que Acrylaway L se aumenta a 1,50 g y la glicerina en la mezcla húmeda se disminuye a 0,78 g.

Secar la formulación que contiene 250 ppm de TOS de asparaginasa da por resultado una reducción en el contenido de acrilamida de 67% en comparación con el control. La formulación de 500 ppm de TOS de asparaginasa tiene un contenido de acrilamida que es 69% menor que el control al secar.

La presencia de la asparaginasa convierte la asparagina en ácido aspártico. El contenido de asparagina y ácido aspártico de la muestra de control después de secar es 0,073% y 0,041%, respectivamente. El nivel de asparagina en el producto final para las dos muestras que contienen asparaginasa está por debajo del límite de cuantificación del análisis (0,043%). El contenido en ácido aspártico para las dos muestras que contienen asparaginasa aumenta a 0,13%.

Ejemplo 5

Efecto del agente oxidante

- 5 El tabaco se mezcla con 80 mL de peróxido de hidrógeno al 3%. Después de mezclar, el tabaco se coloca en un horno a 93°C (200°F) durante 30 minutos. El tabaco se añade entonces a los demás ingredientes secos en el Fabricante de Pasta. La formulación de esta muestra se presenta en la Tabla 4 posterior.

Tabla 4

Ingredientes secos:	% en p/p	g/carga
Tabaco	40,0%	120,0
80 mL de peróxido de hidrógeno al 3% (CVS Pharmacy, Woonsocket, RI)		
Sucralosa	1,0%	3,00
Dióxido de titanio	1,0%	3,00
Carbonato de calcio (HD PPT Fino)	5,0%	15,00
Maltodextrina (10DE)	16,0%	48,00
Harina de arroz	16,0%	48,00
Goma de xantano	15,0%	45,00
Cloruro sódico	4,0%	12,00
Mezcla húmeda:		
Hidróxido sódico	1,5%	4,50
Glicerina	0,5%	1,50
50 mL de agua		
Ingredientes totales excepto agua:	100%	300,00

Esta formulación se procesa por lo demás igual que la muestra de control en el Ejemplo 1, excepto que el tiempo de secado es 10 minutos. El contenido final de acrilamida es 68% menos que la muestra de control.

- 10 Muchas modificaciones y otras realizaciones de la invención vendrán a la mente de un experto en la técnica a la que pertenece esta invención que tenga el beneficio de las enseñanzas presentadas en la descripción precedente. Por lo tanto, se va a entender que la invención no va a estar limitada a las realizaciones específicas descritas y se pretende que esas modificaciones y otras realizaciones estén incluidas en el alcance de las reivindicaciones añadidas.
- 15 Aunque se emplean términos específicos en esta memoria, se usan en un sentido genérico y descriptivo solo y no con propósitos de limitación.

REIVINDICACIONES

1. Un método para procesar térmicamente un material de tabaco, que comprende:

(i) mezclar un material de tabaco, agua, un agente de tamponado que tampona en un intervalo de pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10 y un aditivo capaz de inhibir la reacción de asparagina para formar acrilamida, para formar una mezcla de tabaco húmedo, seleccionándose el aditivo del grupo que consiste en aminoácidos, asparaginasa, agentes oxidantes y combinaciones de los mismos;

(ii) calentar la mezcla de tabaco húmedo a una temperatura de al menos aproximadamente 60°C para formar una composición de tabaco tratado con calor, teniendo la composición de tabaco tratado con calor un contenido de acrilamida de menos que aproximadamente 2000 ppb, en donde el pH de la mezcla de tabaco húmedo durante la etapa de calentamiento es menor que aproximadamente 10; y

(iii) utilizar la composición de tabaco tratado con calor en un producto de tabaco.

2. El método según la reivindicación 1, en donde la composición de tabaco tratado con calor se utiliza como un producto de tabaco sin humo seco, y, en particular, en donde la mezcla de tabaco húmedo formada en la etapa (i) comprende además un aromatizante, un aglutinante y una carga; y en donde la mezcla de tabaco húmedo se forma en una forma de producto deseada antes o después de la etapa de calentamiento (ii), y, en particular, en donde la mezcla de tabaco húmedo formada en la etapa (i) comprende aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso seco del material de tabaco, hasta aproximadamente 50 por ciento en peso seco de una o más cargas, aproximadamente 20 a aproximadamente 85 por ciento en peso de agua, aproximadamente 5 a aproximadamente 30 por ciento en peso seco de uno o más aglutinantes, hasta aproximadamente 10 por ciento en peso seco de uno o más aromatizantes, y al menos aproximadamente 0,1 por ciento en peso seco del aditivo y/o en donde la mezcla de tabaco húmedo tiene un contenido en humedad de más de aproximadamente 20 por ciento en peso, en base al peso total de la mezcla de tabaco; y el producto de tabaco sin humo seco tiene un contenido de humedad de menos de aproximadamente 10 por ciento en peso.

3. El método según la reivindicación 1 o 2, en donde la mezcla de tabaco húmedo comprende al menos aproximadamente 0,5 por ciento en peso seco del agente de tamponado en base al peso seco de la mezcla de tabaco húmedo.

4. El método según la reivindicación 1 o 2, en donde el agente de tamponado se selecciona del grupo que consiste en carbonatos metálicos, bicarbonatos metálicos y mezclas de los mismos.

5. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la mezcla de tabaco húmedo formado en la etapa (i) comprende además cloruro sódico.

6. El método según la reivindicación 1 o 2, en donde el aditivo es un aminoácido seleccionado del grupo que consiste en lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina, cisteína y combinaciones de los mismos, y/o en donde el aditivo es lisina.

7. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el contenido de acrilamida de la composición de tabaco tratado con calor es menor que aproximadamente 1000 ppb.

8. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la mezcla de tabaco húmedo se calienta a una temperatura de al menos aproximadamente 100°C.

9. El método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde el aditivo está presente en una cantidad de entre aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10 por ciento en peso, en base al peso seco de la mezcla de tabaco.

10. Una composición de tabaco tratado con calor que comprende un material de tabaco y un agente de tamponado que tampona en un intervalo de pH de aproximadamente 6 a aproximadamente 10, en donde la composición de tabaco tratado con calor tiene un contenido en acrilamida de menos que aproximadamente 1500 ppb.

11. La composición de tabaco tratado con calor según la reivindicación 10, en donde la composición de tabaco tratado con calor es una composición de tabaco sin humo que comprende un material de tabaco, agua, un aromatizante, un aglutinante y una carga.

12. La composición de tabaco tratado con calor según la reivindicación 11, que tiene un contenido en humedad de no más que aproximadamente 10 por ciento en peso.

13. La composición de tabaco tratado con calor según la reivindicación 11, que comprende aproximadamente 10 a aproximadamente 60 por ciento en peso seco de un material de tabaco, hasta aproximadamente 50 por ciento en peso seco de una o más cargas, aproximadamente 5 a aproximadamente 30 por ciento en peso seco de uno o más aglutinantes, y hasta aproximadamente 10 por ciento en peso seco de uno o más aromatizantes.

14. La composición de tabaco tratado con calor según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, en donde la composición de tabaco tratado con calor se forma tratando con calor el material de tabaco en presencia de un aditivo seleccionado del grupo que consiste en aminoácidos, asparaginasa, agentes oxidantes y combinaciones de los mismos.