

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 638 543**

51 Int. Cl.:

A23G 3/34 (2006.01)

A61K 9/28 (2006.01)

A61K 31/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.04.2013 PCT/US2013/036780**

87 Fecha y número de publicación internacional: **24.10.2013 WO13158643**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.04.2013 E 13721442 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.06.2017 EP 2838372**

54 Título: **Productos refundidos que pueden ser ingeridos**

30 Prioridad:

17.04.2012 US 201213448781

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

23.10.2017

73 Titular/es:

**R. J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY (100.0%)
401 North Main Street
Winston-Salem, North Carolina 27101, US**

72 Inventor/es:

**JACKSON, THADDEUS J. y
ST. CHARLES, FRANK KELLEY**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 638 543 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

Productos refundidos que pueden ser ingeridos

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a productos que pueden ser ingeridos por vía oral, que comprenden azúcar, un sucedáneo de azúcar o una combinación de los mismos, y que están previstos para el consumo humano. En particular, la invención se refiere a productos que pueden ser ingeridos por vía oral y que se derivan de tabaco o de un componente del mismo, o que incorporan éstos de otro modo.

Antecedentes de la invención

10 Los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral basados en azúcar y basados en sucedáneos de azúcar son generalmente productos amorfos que tienen una superficie relativamente lisa y frecuentemente vítrea. Los componentes específicos de estos productos se pueden variar para proporcionar a un producto la textura, el sabor, el aspecto y la concentración de ingredientes activos opcionales deseados.

15 Los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral pueden servir para diversos propósitos y se encuentran en una variedad de industrias. Por ejemplo, algunos de estos productos se encuentran en la industria alimentaria (por ejemplo productos de confitería duros de diversas formas y sabores), en la industria farmacéutica (por ejemplo caramelos contra la tos y pastillas que contienen nicotina), y en la industria del tabaco (pastillas de tabaco sin humo).

20 Los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral comprenden normalmente un azúcar o un sucedáneo de azúcar como un componente principal. Por ejemplo, muchos productos cocidos duros comprenden azúcar y/o isomaltitol, aunque se pueden utilizar otros sucedáneos de azúcar. Si bien el método específico mediante el cual se producen diversos productos cocidos duros que pueden ser ingeridos puede variar, el proceso comprende generalmente calentar los componentes a una temperatura suficiente para fundir el azúcar y/o el sucedáneo de azúcar o una solución de éstos. El jarabe caliente resultante sirve generalmente como la base (es decir, el componente primario) del producto.

25 En diversas etapas de este proceso de fabricación se pueden añadir otros ingredientes. Por ejemplo, frecuentemente se añaden aromatizantes (por ejemplo aceites y extractos naturales y sintéticos) y otros componentes para proporcionar al producto el aroma y/o el sabor deseados. Se pueden añadir colorantes/tintes alimenticios para cambiar el aspecto visual del producto. Con frecuencia se añaden tampones y/o reguladores del pH (es decir, ácidos o bases) para asegurar que la acidez del producto está dentro de un intervalo deseado. Cuando proceda, también se añaden ingredientes activos (por ejemplo antitusivos, vitaminas, minerales, fármacos o nicotina).

35 Para asegurar que todos los ingredientes están completamente mezclados en el producto final, los ingredientes se añaden normalmente a la mezcla a una temperatura algo elevada en el proceso de fabricación (es decir, cuando la base del producto que puede ser ingerido está todavía en un estado líquido). Sin embargo, algunos ingredientes son componentes volátiles que se pueden evaporar cuando se añaden a una temperatura elevada. Además, algunos ingredientes se pueden descomponer a temperaturas elevadas. Por ejemplo, el bicarbonato de sodio se descompone fácilmente en carbonato de sodio, agua y dióxido de carbono a temperaturas superiores a 70 °C y, por lo tanto, generalmente no puede ser utilizado debido a los tiempos de mezcla prolongados y las altas temperaturas a las que normalmente se mantienen estas mezclas para asegurar un mezclado completo. Adicionalmente, algunos ingredientes pueden afectar al producto final de otros modos cuando se añaden a temperaturas elevadas. Por ejemplo, la adición de colorantes alimenticios a un jarabe caliente que contiene sacarosa puede resultar en una inversión de la sacarosa debido a una reacción entre el ácido del colorante alimenticio y la sacarosa. Las mezclas de sacarosa y ácido en presencia de calor pueden producir dextrosa y fructosa, lo que altera la naturaleza del producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral resultante.

45 Por consiguiente, sería deseable proporcionar un método mediante el cual se puedan incorporar determinados ingredientes dentro de un producto cocido duro sin provocar cambios no deseados en la composición, tal como por evaporación o descomposición de determinados ingredientes o formación de subproductos.

Compendio de la invención

50 La presente invención proporciona un método para preparar un producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral así como los productos preparados mediante el mismo. En algunas realizaciones, el método puede prever una reducción de la exposición de determinados ingredientes sensibles a la temperatura a tiempos de calentamiento prolongados y/o a temperaturas de calentamiento elevadas. Estos métodos pueden reducir ventajosamente la descomposición y/o evaporación de dichos ingredientes en comparación con técnicas de procesamiento tradicionales, que pueden requerir la incorporación de los ingredientes a temperaturas más altas y/o implicar una exposición a temperaturas elevadas durante períodos de tiempo más largos. Estos métodos pueden prever la preparación de productos cocidos duros que presentan características deseables asociadas con productos cocidos

duros (por ejemplo, un aspecto vítreo). Normalmente, los productos cocidos duros incluyen aproximadamente un 40% en peso o más, o aproximadamente un 50% en peso o más de un material de azúcar. Más frecuentemente, los productos cocidos duros incluyen un material de azúcar en una cantidad incluso mayor, tal como aproximadamente un 80% en peso o más, o aproximadamente un 90% en peso o más.

5 En determinados aspectos, la presente invención proporciona un método para preparar un producto que puede ser ingerido por vía oral, que consiste en: i) calentar un material de azúcar a una primera temperatura suficiente para licuar el material de azúcar y formar un primer material de azúcar licuado; ii) enfriar el primer material de azúcar licuado para proporcionar un material de azúcar enfriado con una forma sólida o semisólida; iii) calentar el material de azúcar enfriado a una segunda temperatura, que es menor que la primera temperatura, para proporcionar un
10 segundo material de azúcar licuado; iv) combinar el material de azúcar con uno o más ingredientes sensibles a la temperatura antes, durante o después de dicha etapa de calentamiento iii), pero después de dicha etapa de enfriamiento ii), para proporcionar una mezcla íntima del segundo material de azúcar licuado y el o los ingredientes sensibles a la temperatura; y v) enfriar la mezcla íntima para formar un producto que puede ser ingerido por vía oral.

15 En determinadas realizaciones, el método puede comprender además la etapa consistente en subdividir el material de la etapa ii) en múltiples piezas, y la etapa de combinación puede comprender además mezclar el material de azúcar enfriado subdividido con el o los ingredientes sensibles a la temperatura (por ejemplo agentes tampón). La etapa de subdivisión del material de azúcar enfriado puede comprender, por ejemplo, moler el material de azúcar para proporcionar un material en forma de partículas.

20 En otros aspectos, la invención proporciona un método para preparar un producto que puede ser ingerido por vía oral, que consiste en: i) calentar un material de azúcar a una primera temperatura suficiente para licuar el material de azúcar y formar un material de azúcar licuado; ii) enfriar el primer material de azúcar licuado para proporcionar un material de azúcar enfriado con una forma sólida o semisólida; iii) subdividir el material de azúcar enfriado en múltiples piezas; iv) combinar el material de azúcar subdividido con uno o más agentes tampón sensibles a la temperatura para formar una mezcla; v) calentar la mezcla a una segunda temperatura, que es menor que la primera
25 temperatura, para proporcionar una mezcla íntima licuada del material de azúcar y el o los agentes tampón sensibles a la temperatura; y vi) enfriar la mezcla íntima para formar un producto que puede ser ingerido por vía oral.

La primera y la segunda temperaturas de los métodos pueden variar. En algunas realizaciones, la primera temperatura es una temperatura igual o mayor que la fase de rotura dura del material de azúcar. En algunas realizaciones, la primera temperatura es de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 170 °C. La segunda temperatura puede ser, en algunas realizaciones, de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 150 °C o de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 120 °C. La diferencia entre la primera y la segunda temperaturas puede ser, por ejemplo, de al menos aproximadamente 10 °C; al menos aproximadamente 30 °C; o al menos aproximadamente 50 °C. En una realización particular, la primera temperatura es de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 170 °C, la segunda temperatura es de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 150 °C, y la
30 diferencia entre la primera y la segunda temperaturas es de al menos aproximadamente 10 °C (por ejemplo, al menos aproximadamente 30 °C).

En otros aspectos, la invención proporciona un método para preparar un producto que puede ser ingerido por vía oral, que consiste en: i) aplicar suficiente calor a un material de azúcar para licuar el material de azúcar y formar un primer material de azúcar licuado; ii) enfriar el primer material de azúcar licuado para proporcionar un material de
40 azúcar enfriado con una forma sólida o semisólida; iii) aplicar calor al material de azúcar enfriado para proporcionar un segundo material de azúcar licuado, siendo la cantidad de calor aplicada al material de azúcar enfriado menor que la cantidad de calor aplicada en la etapa i); iv) combinar el material de azúcar con uno o más ingredientes sensibles a la temperatura antes, durante o después de dicha etapa de aplicación de calor al material de azúcar enfriado iii), pero después de dicha etapa de enfriamiento ii), para proporcionar una mezcla íntima del segundo material de azúcar licuado y el o los ingredientes sensibles a la temperatura; y v) enfriar la mezcla íntima para formar un producto que puede ser ingerido por vía oral.

En estos métodos, en algunas realizaciones, la etapa de aplicación de calor a un material de azúcar en la etapa i) comprende calentar el material de azúcar a una temperatura igual o mayor que la fase de rotura dura del material de azúcar. En determinadas realizaciones, la diferencia en el calor aplicado en la etapa i) y en la etapa iii) se caracteriza por una diferencia en la temperatura del material calentado en cada etapa de al menos aproximadamente 10 °C. Por ejemplo, en algunas realizaciones, la diferencia en la temperatura del material calentado en cada etapa es de al menos aproximadamente 30 °C.

En algunas realizaciones, en cualquiera de los métodos que se proporcionan en la presente memoria, el material de azúcar comprende un alcohol de azúcar. Por ejemplo, el material de azúcar puede comprender isomaltitol. En algunas realizaciones, el método puede comprender además la etapa consistente en introducir la mezcla íntima en un molde antes de enfriarla, para conformar el producto que puede ser ingerido por vía oral con una forma deseada.

Los tipos de ingredientes sensibles a la temperatura combinados con el material de azúcar pueden variar. En determinadas realizaciones, el o los ingredientes sensibles a la temperatura se seleccionan entre el grupo consistente en agentes tampón, aromatizantes, ingredientes farmacéuticamente activos, y combinaciones de los

5 mismos. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el ingrediente sensible a la temperatura es un agente tampón de carbonato o un compuesto nicotínico. En determinadas realizaciones, el ingrediente sensible a la temperatura es carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, o una combinación de los mismos. Si está previsto un compuesto nicotínico, éste puede estar, por ejemplo, en forma de una sal de nicotina. En algunas realizaciones, el compuesto nicotínico puede estar absorbido sobre un vehículo en forma de partículas porosas.

La mezcla íntima prevista en los métodos de la invención puede comprender otros componentes; por ejemplo, en algunas realizaciones, la mezcla íntima comprende adicionalmente un material de tabaco. En dichas realizaciones, el material de tabaco puede comprender un extracto de tabaco o tabaco en forma de partículas. Por lo tanto, el producto que puede ser ingerido por vía oral puede estar en forma de un producto de tabaco sin humo.

10 En determinadas realizaciones, el producto que puede ser ingerido por vía oral se forma combinando la mezcla íntima licuada que comprende el agente tampón sensible a la temperatura con una segunda composición no tamponada que comprende un material de azúcar para formar un producto multiestratificado. Por ejemplo, en algunas realizaciones, la mezcla íntima y la segunda composición no tamponada se combinan en forma licuada y después se enfrían para formar el producto multiestratificado. En algunas realizaciones, tanto la mezcla íntima que

15 comprende el agente tampón sensible a la temperatura como la segunda composición no tamponada del producto multiestratificado están expuestas sobre la superficie del producto. En algunas realizaciones, la mezcla íntima que comprende el agente tampón sensible a la temperatura o la segunda composición no tamponada, o ambas, comprenden adicionalmente un ingrediente farmacéuticamente activo. En algunas realizaciones, la mezcla íntima que comprende el agente tampón sensible a la temperatura o la segunda composición no tamponada, o ambas,

20 comprenden adicionalmente un material de tabaco.

En otro aspecto de la invención se proporciona un producto que puede ser ingerido por vía oral preparado de acuerdo con cualquiera de los métodos que se proporcionan en la presente memoria. La forma del producto puede variar; por ejemplo, en algunas realizaciones, el producto que puede ser ingerido por vía oral está en forma de un confite, una composición farmacéutica o un producto de tabaco sin humo.

25 En determinados aspectos, la invención proporciona un producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral, que comprende: a) una parte tamponada que comprende un primer material de azúcar y un agente tampón; y b) una parte no tamponada que comprende un segundo material de azúcar, que puede ser igual o diferente al primer material de azúcar. En algunas realizaciones, la parte tamponada está completamente encapsulada por la parte no tamponada. En algunas realizaciones, tanto la parte tamponada como la parte no tamponada están expuestas sobre

30 la superficie del producto. En determinadas realizaciones, la parte tamponada está en forma de partículas dispersadas dentro de la parte no tamponada. La parte no tamponada puede ser, por ejemplo, transparente o translúcida, y la parte tamponada puede ser, por ejemplo, no transparente u opaca.

En algunas realizaciones, la parte tamponada o la parte no tamponada, o ambas, comprenden un ingrediente farmacéuticamente activo. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el ingrediente farmacéuticamente activo es un compuesto nicotínico. En algunas realizaciones, la parte tamponada o la parte no tamponada, o ambas,

35 comprenden un material de tabaco.

Breve descripción de los dibujos

Habiendo descrito así la invención en términos generales, ahora se hará referencia a los dibujos adjuntos, que no están dibujados a escala, y en los que:

40 la FIGURA 1 representa un producto que puede ser ingerido por vía oral ejemplar de la presente invención, que comprende una parte no tamponada y una parte tamponada en forma de gránulos; y

la FIGURA 2 representa un producto que puede ser ingerido por vía oral ejemplar de la presente invención, que comprende una parte no tamponada y una parte tamponada en forma cilíndrica.

Descripción detallada de la invención

45 La presente invención se describirá con mayor detalle más abajo. No obstante, esta invención se puede realizar de muchas formas diferentes y no ha de ser interpretada como limitada a las realizaciones que se exponen en la presente memoria; más bien, estas realizaciones se proporcionan de tal modo que esta descripción será minuciosa y completa, y transmitirá por completo el alcance de la invención a los expertos. Tal como se utilizan en esta especificación y en las reivindicaciones, las formas en singular "un", "una", "el" y "la" incluyen referencias en plural a

50 no ser que el contexto imponga claramente lo contrario. La referencia a "por ciento en peso seco" o "base de peso seco" se refiere al peso basado en ingredientes secos (es decir, todos los ingredientes excepto el agua).

La presente invención se refiere a métodos para la preparación de productos que pueden ser ingeridos por vía oral (por ejemplo productos cocidos duros) y a los productos proporcionados por los mismos. Por regla general, la preparación de dichos productos requiere una etapa consistente en calentar azúcar o un sucedáneo de azúcar

55 (designado en la presente memoria como "material de azúcar") a una temperatura elevada (por ejemplo incluyendo, pero no limitada a, una temperatura igual o mayor que la fase de rotura dura). La invención es particularmente

aplicable a productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral que comprenden determinados azúcares, sucedáneos de azúcar, o mezclas de los mismos. Determinadas realizaciones se describirán principalmente con referencia a productos cocidos duros que pueden ser ingeridos basados en sucedáneos de azúcar (por ejemplo isomaltitol); no obstante, se entiende que la invención se puede adaptar fácilmente para ser utilizada con otros tipos de productos. Puede ser necesario adaptar las temperaturas y los períodos de tiempo durante los cuales el material ha de ser calentado para tener en cuenta las propiedades variables (por ejemplo puntos de fusión/licuación, fases de rotura dura) de diferentes azúcares y sucedáneos de azúcar.

La primera etapa del proceso incluye normalmente aplicar suficiente calor al material de azúcar para licuar el material de azúcar. La temperatura a la que el material de azúcar se calienta en esta etapa del proceso (designada en la presente memoria en algunos casos como la primera temperatura) puede ser cualquier temperatura suficiente para licuar el material de azúcar. En este contexto, el término "licuar" se refiere al movimiento de un material de una forma sólida o semisólida a una forma menos rígida y más maleable y fluida (por ejemplo, un proceso de fusión o ablandamiento). En determinadas realizaciones resulta ventajoso calentar el material de azúcar en esta etapa del proceso a una temperatura definida como igual o mayor que la fase de rotura dura. El concepto "fase de rotura dura" es una expresión de la técnica de preparación de confites duros, utilizada para referirse a una temperatura a la que hay muy poca agua en el material de azúcar fundido (por ejemplo menos de aproximadamente un 3% en peso, menos de aproximadamente un 2%, o menos de aproximadamente un 1%), formando el material de azúcar fundido hilos duros y quebradizos cuando se vierte en agua fría. En algunas realizaciones es importante permitir que el material de azúcar alcance o sobrepase esta temperatura para asegurar una retirada suficiente de humedad del material de azúcar, de tal modo que el producto final presente una textura dura, más que una textura blanda y viscosa. La temperatura de la fase de rotura dura puede variar, dependiendo de la composición del material de azúcar. Una temperatura suficiente para mantener el azúcar o sucedáneo a una temperatura igual o mayor que la fase de rotura dura está generalmente dentro del intervalo de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 170 °C (de aproximadamente 300 °F a aproximadamente 340 °F). Se ha de señalar que con el material de azúcar se pueden incluir varios componentes adicionales; como tal, la referencia al procesamiento del material de azúcar (por ejemplo por calentamiento) se puede referir en algunas realizaciones al procesamiento del material de azúcar más otros ingredientes opcionales, tal como se describe en la presente memoria.

Para preparar un producto cocido duro de acuerdo con el proceso de la invención, el material de azúcar fundido se enfría a continuación (por ejemplo a temperatura ambiente) para obtener una forma sólida o semisólida. El método de enfriamiento puede variar; por ejemplo, las condiciones de enfriamiento, tal como la velocidad de enfriamiento, pueden variar. Por regla general, como resultado del proceso de enfriamiento, el material de azúcar se aproxima o llega a una fase sólida. Por lo tanto, el material así proporcionado y tratado adicionalmente de acuerdo con los métodos descritos en la presente memoria es un semisólido o un sólido. Los términos "sólido" y "semisólido" se utilizan en su sentido usual (es decir, un material con suficiente rigidez y/o integridad física para mantener su forma, lo que significa que el material conserva la forma y es generalmente autoestable). Un semisólido es un material que está en una fase entre el material de azúcar fundido y el material de azúcar sólido y, para los fines de la invención, ventajosamente comprende un porcentaje de sólidos relativamente alto. En determinadas realizaciones, el sólido es amorfo en esta fase. En algunas realizaciones, el sólido es un "sólido vítreo", lo que significa que el sólido presenta cierto grado de transparencia o translucidez. Los sólidos preferentes descritos en la presente memoria tienen generalmente una textura dura y preferiblemente presentan muy poca o ninguna pegajosidad al tacto.

Ya se conocen diversos medios para calentar materiales de azúcar, por ejemplo a una temperatura igual o mayor que la fase de rotura dura, y para enfriarlos con el fin de formar productos cocidos duros, y dichos medios pueden ser utilizados de acuerdo con la presente invención. Por ejemplo, en las patentes de los EE.UU. n° 3,114,642 de Meisel; 3,438,787 de DuRoss; 3,738,845 de Liebrand; 4,452,825 de Klacik et al.; 5,098,730 de Pepper et al., y 5,314,701 de Mentink et al., que se incorporan en la presente memoria por referencia, se describen medios ejemplares para preparar confites cocidos duros.

De acuerdo con la invención, el sólido o semisólido así obtenido se somete a tratamiento posterior. En determinados aspectos de la invención, en el material de azúcar se introducen uno o más ingredientes después de la etapa de enfriamiento. Los ingredientes que se pueden introducir en el material enfriado pueden variar. En algunas realizaciones, uno o más de los ingredientes pueden ser considerados como sensibles a la temperatura, lo que significa que estos ingredientes serían difíciles de incorporar de otro modo dentro de un producto cocido duro durante la etapa de calentamiento inicial, ya que dichos ingredientes no pueden resistir la alta temperatura y/o los tiempos de calentamiento prolongados asociados con los métodos típicos para preparar productos cocidos duros. Por lo tanto, para los fines de la invención, la referencia a un ingrediente sensible a la temperatura se refiere a un ingrediente que puede experimentar evaporación o descomposición, participar en la formación de subproductos no deseados, o alterar de otro modo la composición cocida dura de forma no deseable cuando es sometido a una temperatura elevada, tal como la temperatura elevada experimentada por un material de azúcar calentado hasta su fase de rotura dura. Estos ingredientes pueden experimentar cambios perjudiciales a temperaturas elevadas, incluyendo, pero no limitados a, chamuscado, carbonización, descomposición, degradación, disociación, oxidación, desnaturalización, polimerización u otras reacciones químicas, cambios de estado físico, o combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones el ingrediente sensible a la temperatura introducido en el material enfriado se selecciona entre agentes tampón, aromatizantes, y/o ingredientes farmacéuticamente activos.

Los medios a través de los cuales se introducen los ingredientes en el material después de la etapa de enfriamiento pueden variar. Los ingredientes se pueden añadir al material de azúcar después de la etapa de enfriamiento mientras el material de azúcar está en forma enfriada, o se pueden añadir antes, durante o después de una etapa de calentamiento subsiguiente, mientras el material de azúcar está en forma licuada.

5 En algunas realizaciones, el material de azúcar enfriado se procesa para proporcionarlo en una forma que facilite la mezcla con el o los ingredientes. Se puede procesar, por ejemplo, antes de mezclarlo con el o los ingredientes o durante el proceso de mezcla. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el material de azúcar enfriado se proporciona en piezas para poder mezclarlo más eficazmente con los ingredientes. El tamaño de las piezas puede variar desde piezas relativamente grandes (por ejemplo, cuadrados, bloques, cubos, esferas o similares) hasta tamaños de partículas (por ejemplo polvos o gránulos). En determinadas realizaciones, el material de azúcar enfriado se proporciona en forma de partículas, por ejemplo moliendo o pulverizando el material de azúcar sólido o semisólido. La etapa de molienda se puede llevar a cabo utilizando cualquier tipo de equipo que pueda subdividir un material sólido. Por ejemplo, el material de azúcar enfriado se puede triturar, moler o pulverizar en un tipo de forma en polvo utilizando equipos y técnicas de trituración, molienda, o similares. Los equipos ejemplares incluyen, pero no se limitan a, molinos de martillos, cabezales cortadores, molinos de control de aire, o similares. El tamaño y la forma de las partículas del material en forma de partículas pueden variar. Ventajosamente, el material enfriado se muele hasta obtener partículas con un diámetro de partícula medio de aproximadamente 1.000 μm o menos, aproximadamente 500 μm o menos, aproximadamente 100 μm o menos, aproximadamente 50 μm o menos, aproximadamente 10 μm o menos, o aproximadamente 1 μm o menos. En otras realizaciones, el material de azúcar y los ingredientes adicionales se pueden combinar después de licuar de nuevo el material de azúcar en una etapa de calentamiento posterior descrita más abajo. La forma de los ingredientes en el momento de la combinación puede variar, pero normalmente estos ingredientes se añaden al material de azúcar en forma sólida (por ejemplo en forma de partículas) o líquida.

25 El material de azúcar enfriado se puede mezclar con el o los ingredientes a través de cualquier medio capaz de combinar estos componentes. Por ejemplo, los componentes se pueden mezclar con mezcladoras o agitadores a escala industrial o se pueden mezclar a mano. La mezcla se realiza preferiblemente a temperatura ambiente o a una temperatura cercana a ésta. Ventajosamente, de este modo se proporciona una mezcla homogénea o prácticamente homogénea.

30 En determinadas realizaciones, después del proceso de mezcla, la mezcla resultante del material de azúcar, el o los ingredientes sensibles a la temperatura y cualquier otro ingrediente opcional se someten a la aplicación de calor. Sorprendentemente se ha descubierto que un material de azúcar previamente calentado a su fase de rotura dura para obtener una forma sólida idealmente vítrea se puede licuar posteriormente a temperaturas mucho más bajas sin perder las características de sólido cocido duro deseadas. Por lo tanto, de acuerdo con la invención, la capacidad de calentar el material de azúcar en una etapa posterior a una temperatura más baja (designada en la presente memoria como segunda temperatura) proporciona una oportunidad ventajosa para mezclar el material de azúcar en forma líquida con uno o más ingredientes sensibles a la temperatura sin ninguna degradación significativa del ingrediente sensible a la temperatura, manteniendo al mismo tiempo características deseables asociadas con productos cocidos duros de este tipo.

40 En determinadas realizaciones, la mezcla se licúa a una temperatura relativamente baja y durante un período de tiempo relativamente corto. El tiempo y la temperatura a la que se calienta la mezcla pueden variar, pero normalmente son tales que: a) el tiempo durante el cual la mezcla se calienta a una temperatura elevada es menor que el tiempo necesario cuando se utilizan técnicas de preparación tradicionales; y/o b) la temperatura a la que se calienta la mezcla es menor que la primera temperatura a la que se calienta el material de azúcar. Por ejemplo, en algunas realizaciones, la temperatura puede ser menor que la fase de rotura dura del material de azúcar. Por lo tanto, el calor necesario para proporcionar la mezcla en forma licuada puede ser menor que el calor necesario para proporcionar el material de azúcar inicial en forma licuada. Esto es particularmente beneficioso en el caso de los componentes volátiles, que se pueden evaporar o degradar en cierta medida cuando se añaden a una mezcla a temperatura elevada. En las técnicas de procesamiento de productos cocidos duros tradicionales, los ingredientes normalmente se introducen junto con el material de azúcar antes de calentarlos a la fase de rotura dura o mientras se mantiene el material de azúcar en la fase de rotura dura o cerca de la misma.

55 Por ejemplo, la fase de rotura dura del isomaltitol es de 165 °C (330 °F), y esta temperatura puede ser la primera temperatura, y la segunda temperatura en determinadas realizaciones es de aproximadamente 160 °C o menos, aproximadamente 150 °C o menos, aproximadamente 140 °C o menos, aproximadamente 130 °C o menos, aproximadamente 120 °C o menos, aproximadamente 110 °C o menos, o aproximadamente 105 °C o menos. Normalmente, la segunda temperatura está entre aproximadamente 60 °C y aproximadamente 150 °C, más frecuentemente de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 120 °C, o de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 100 °C. El tiempo de calentamiento puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 30 minutos o menos, aproximadamente 20 minutos o menos, aproximadamente 15 minutos o menos, aproximadamente 10 minutos o menos, aproximadamente 8 minutos o menos, aproximadamente 7 minutos o menos, aproximadamente 6 minutos o menos, aproximadamente 5 minutos o menos, aproximadamente 4 minutos o menos, o aproximadamente 3 minutos o menos.

La diferencia en la cantidad de calor introducido en el material durante cada una de las dos etapas de calentamiento también se puede caracterizar en términos de un diferencial de temperatura. Por ejemplo, la diferencia entre la primera temperatura (es decir, la temperatura a la que se calienta el material de azúcar en la primera etapa) y la segunda temperatura (es decir, la temperatura a la que se calienta el material de azúcar mezclado con uno o más ingredientes sensibles a la temperatura en la etapa de calentamiento posterior) puede ser de al menos aproximadamente 10 °C, o al menos aproximadamente 20 °C, o al menos aproximadamente 30 °C, o de al menos aproximadamente 40 °C, o al menos aproximadamente 50 °C. En determinadas realizaciones, la diferencia de temperatura no es mayor de aproximadamente 80 °C, o no es mayor de aproximadamente 70 °C, o no es mayor de aproximadamente 60 °C.

Ventajosamente, la mezcla se calienta hasta que el material llega a una fase fundida/licuada, momento en el que el material se enfría. Preferiblemente la mezcla se enfría de inmediato (por ejemplo inmediatamente después de llegar a la fase licuada) para obtener un sólido. Sorprendentemente, incluso a temperaturas relativamente altas, la mezcla se licúa en un breve período de tiempo y, por lo tanto, los ingredientes sensibles a la temperatura pueden experimentar menos efectos perjudiciales (por ejemplo descomposición, cambio de estado físico, desnaturalización, y similares). Por lo tanto, en algunas realizaciones, los ingredientes dentro de la mezcla (por ejemplo incluyendo, pero sin limitarse a, ingredientes sensibles a la temperatura) son expuestos a una temperatura elevada relativamente baja y/o son expuestos a una temperatura elevada solo durante un breve período de tiempo. En determinadas realizaciones, el tiempo y la temperatura a la que se calienta la mezcla son ventajosamente insuficientes para causar una descomposición y/o evaporación del ingrediente o de los ingredientes. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el tiempo y la temperatura son tales que producen muy poca o ninguna descomposición de un agente tampón (por ejemplo un tampón de carbonato). Aunque sin pretender limitarse a la teoría, se cree que la segunda temperatura a la que se calienta la mezcla y el calor al que es expuesta la mezcla son insuficientes para cambiar la naturaleza química de la mezcla en un grado significativo. Por ejemplo, la mezcla se expone ventajosamente a suficiente calor para licuar la mezcla, pero no suficiente para quemar, carbonizar, oxidar, polimerizar, degradar, evaporar, desnaturalizar o descomponer los componentes de la misma en un grado significativo.

Tal como se indica más arriba, el o los ingredientes sensibles a la temperatura se pueden incorporar mezclándolos con el sucedáneo de azúcar en diversas etapas del proceso. Tal como se indica más arriba, el o los ingredientes sensibles a la temperatura se pueden incorporar mezclándolos con el material de azúcar en forma enfriada (es decir, antes de la segunda etapa de calentamiento), pero también se pueden incorporar mezclándolos con el material de azúcar durante la segunda etapa de calentamiento o después de la misma. Por ejemplo, el o los ingredientes sensibles a la temperatura se pueden añadir durante la segunda etapa de calentamiento (es decir, después de haber calentado el material de azúcar a la primera temperatura y de haberlo enfriado). Se pueden añadir, por ejemplo, durante la segunda etapa de calentamiento, cuando el sucedáneo de azúcar está suficientemente licuado para permitir la mezcla, o se pueden añadir cuando el calentamiento ha terminado y el sucedáneo de azúcar se está enfriando, pero todavía está suficientemente licuado para permitir la mezcla. Preferiblemente, el estado físico del material de azúcar en el momento de la incorporación del ingrediente o los ingredientes sensibles a la temperatura es tal que permitirá la obtención de una mezcla íntima entre los componente antes de que se forme un sólido enfriado. De hecho, la producción de una mezcla íntima entre el material de azúcar y el o los ingredientes sensibles a la temperatura es una característica ventajosa del método, independientemente de que el o los ingredientes sensibles a la temperatura se añadan al material de azúcar mientras éste está en forma sólida o mientras está en forma líquida.

Después de la segunda etapa de calentamiento, la mezcla se enfría a continuación para obtener un producto que puede ser ingerido por vía oral (por ejemplo, un producto cocido duro). Si así se desea, la mezcla licuada se puede disponer en un molde (o en múltiples moldes) que tenga una forma de producto final deseada de tal modo que el sólido enfriado final se ajuste a una forma deseada. Notablemente, el producto sólido formado después de haber tratado la mezcla de acuerdo con el método de calentamiento en múltiples etapas descrito en la presente memoria (por ejemplo calentada a una temperatura elevada, por ejemplo la fase de rotura dura; enfriada para obtener un sólido; combinada con ingredientes, recalentada a una segunda temperatura; y enfriada) es un sólido que, en determinadas realizaciones, puede ser comparable en aspecto y textura al sólido formado después de la etapa de enfriamiento inicial (es decir, el sólido obtenido después de haber calentado inicialmente el material de azúcar, por ejemplo a la fase de rotura dura). Por ejemplo, en algunas realizaciones, el sólido puede ser un sólido vítreo. En determinadas realizaciones, el sólido tiene una textura dura y preferiblemente presenta muy poca o ninguna pegajosidad al tacto.

También está previsto que la presente invención abarque diversas modificaciones y adiciones al método descrito en la presente memoria. Por ejemplo, en algunas realizaciones, una mezcla del material de azúcar y un ingrediente sensible a la temperatura se puede introducir directamente en moldes mientras está en forma sólida (es decir, antes de la segunda etapa), y la segunda etapa de calentamiento se puede llevar a cabo con el material dentro de dichos moldes. En el proceso se pueden utilizar diversos tipos de moldes, tales como, por ejemplo, moldes de almidón, moldes sin almidón, moldes de bandeja de plástico, moldes de bandeja metálica, moldes de bandeja de neopreno, etc. Por consiguiente, después del enfriamiento, el producto obtenido se puede retirar del molde y mantiene la forma y el tamaño del molde utilizado. En algunos casos se puede dejar que la mezcla de producto se enfríe a temperaturas refrigeradas o por debajo de la temperatura ambiente.

El producto se puede tratar, procesar y/o utilizar de otros modos, por ejemplo empleando la composición como un revestimiento para otro material mediante una conformación manual de la mezcla de producto en una forma deseada en una fase apropiada del proceso de enfriamiento; moldeando la mezcla de producto por colada en forma de una lámina y rompiendo ésta en piezas; o sumergiendo otro material en la mezcla de producto licuada. El tamaño, la figura y la forma del producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral producido de acuerdo con los métodos proporcionados en la presente memoria pueden variar ampliamente.

Aunque resulta beneficioso añadir determinados ingredientes adicionales del modo arriba descrito, se ha de señalar que no todos los componentes adicionales han de ser añadidos de esta manera. Por ejemplo, algunos componentes adicionales que han de ser incluidos dentro de una formulación dada de un producto que puede ser ingerido pueden resistir temperaturas elevadas y/o períodos de calentamiento prolongados. Estos componentes se pueden combinar con el azúcar y/o el sucedáneo de azúcar en cualquier fase del proceso, incluyendo antes de calentar el azúcar o sucedáneo de azúcar a la temperatura de la fase de rotura dura, mientras el azúcar o sucedáneo de azúcar están en la fase de rotura dura; en algún momento durante la etapa de enfriamiento inicial, antes, durante o justo después de la etapa de mezcla, o durante el calentamiento y/o enfriamiento de la mezcla sólida final. Por lo tanto, diversos componentes se pueden añadir en diversas fases del proceso, si así se desea.

Por regla general, los productos cocidos duros de acuerdo con la presente invención comprenden aproximadamente un 40% en peso o más, aproximadamente un 50% en peso o más, aproximadamente un 60% en peso o más, aproximadamente un 70% en peso o más, aproximadamente un 80% en peso o más, o aproximadamente un 90% en peso o más del material de azúcar. El término "azúcar", tal como se utiliza en la presente memoria, tiene su sentido usual, es decir, carbohidratos cristalinos solubles en agua, incluyendo, pero sin limitarse a, monosacáridos (por ejemplo glucosa, fructosa y galactosa), disacáridos (por ejemplo sacarosa, lactosa y maltosa), trisacáridos y oligosacáridos. En una realización ejemplar, el azúcar es sacarosa. Los sucedáneos de azúcar pueden ser cualquier material sin azúcar (es decir, material sin sacarosa) y pueden ser naturales o producidos sintéticamente. El sucedáneo de azúcar utilizado en la invención puede ser nutritivo o no nutritivo. Por ejemplo, el sucedáneo de azúcar puede ser un alcohol de azúcar. Los alcoholes de azúcar que pueden ser útiles de acuerdo con la presente invención incluyen, pero no se limitan a, eritritol, treitol, arabitol, xilitol, ribitol, manitol, sorbitol, dulcitol, iditol, isomaltitol, maltitol, lactitol, poliglicitol, y mezclas de los mismos. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, el alcohol de azúcar se selecciona entre el grupo consistente en eritritol, sorbitol e isomaltitol. En una realización, el sucedáneo de azúcar es isomaltitol, que es un disacárido preparado normalmente mediante reconfiguración enzimática de sacarosa en isomaltulosa, seguida por hidrogenación para obtener una composición equimolar de 6-O- α -D-glucopiranosido-D-sorbitol (1,6-GPS) y 1-O- α -D-glucopiranosido-D-manitol-dihidrato (1,1-GPM-dihidrato).

En determinadas realizaciones, el material de azúcar puede formar una matriz vítrea. La formación de una matriz vítrea se caracteriza comúnmente por un aspecto translúcido/transparente. Normalmente, el material de azúcar (por ejemplo, sucedáneo de azúcar) es sustancialmente no higroscópico. Los materiales no higroscópicos normalmente no absorben, adsorben y/o retienen una cantidad significativa de humedad del aire. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el sucedáneo de azúcar presenta un aumento de peso de agua de menos de aproximadamente un 50% después de ser expuesto a condiciones de 25 °C, 80% de humedad relativa durante dos semanas. Normalmente, el sucedáneo de azúcar presenta un aumento de peso de menos de aproximadamente un 30%, menos de aproximadamente un 20%, menos de aproximadamente un 10%, menos de aproximadamente un 5%, menos de aproximadamente un 2%, o menos de aproximadamente un 1% después de ser expuesto a condiciones de 25 °C, 80% de humedad relativa durante dos semanas. Los materiales no higroscópicos pueden proporcionar el beneficio de reducir la tendencia del producto a volverse pegajoso cuando es expuesto a humedad.

Los otros componentes del producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral pueden variar. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el producto contiene un jarabe, por ejemplo un jarabe de azúcar o un jarabe de alcohol de azúcar. Tal como se utiliza en la presente memoria, la expresión "jarabe de alcohol de azúcar" se refiere a una solución espesa de alcohol de azúcar en agua, que tiene por ejemplo más de aproximadamente un 40% de sólidos, y que preferiblemente tiene más de aproximadamente un 50% de sólidos, más de aproximadamente un 60% de sólidos, más de aproximadamente un 70% de sólidos, o más de aproximadamente un 80% de sólidos. Normalmente, el contenido de sólidos del jarabe de alcohol de azúcar comprende principalmente dicho alcohol de azúcar (es decir, un jarabe de maltitol comprende normalmente más de aproximadamente un 80%, más de aproximadamente un 85%, o más de aproximadamente un 90% en peso de maltitol sobre base seca). Los jarabes de alcohol de azúcar se preparan generalmente calentando una solución del alcohol de azúcar en agua y enfriando la mezcla para obtener una composición viscosa. El jarabe resultante se caracteriza normalmente por una concentración relativamente alta de alcohol de azúcar y una estabilidad relativamente alta (es decir, el alcohol de azúcar normalmente no se cristaliza a partir de una solución, por ejemplo a temperatura ambiente).

Cuando está incluido, un jarabe idealmente puede influir la recristalización de un material de azúcar fundido (es decir, un azúcar o sucedáneo de azúcar). Un jarabe de alcohol de azúcar ejemplar que es particularmente útil de acuerdo con la presente invención es el jarabe de maltitol. También se pueden utilizar otros jarabes de alcohol de azúcar, incluyendo, pero sin limitarse a, jarabe de maíz, melaza de caña, melaza, jarabes de xilitol, manitol, glicerol, eritritol, treitol, arabitol, ribitol, manitol, sorbitol, dulcitol, iditol, isomaltitol, lactitol y poliglicitol. Estos jarabes de alcohol de azúcar se pueden preparar o se pueden obtener de fuentes comerciales. Por ejemplo, existen jarabes de maltitol comercialmente disponibles de proveedores tales como Corn Products Specialty Ingredients. Aunque los jarabes de

alcohol de azúcar pueden ser preferentes, en determinadas realizaciones se pueden utilizar jarabes de azúcar en lugar del jarabe de alcohol de azúcar o en combinación con el mismo. Por ejemplo, en algunas realizaciones se puede utilizar jarabe de maíz, melaza de caña y/o melaza.

5 La cantidad de alcohol de azúcar, cuando se añade, es normalmente la cantidad requerida para ralentizar la recristalización del azúcar o sucedáneo de azúcar en forma fundida. Un experto entenderá la necesidad de variar la cantidad de jarabe de alcohol de azúcar dependiendo de la composición del resto de ingredientes con el fin de asegurar que la recristalización es suficientemente lenta para proporcionar un material con las características deseadas (por ejemplo, un nivel deseado de translucidez/transparencia). Por consiguiente, la cantidad de jarabe de alcohol de azúcar puede variar, pero normalmente está dentro del intervalo de aproximadamente un 0% a aproximadamente un 2%, de aproximadamente un 0,5% a aproximadamente un 1,5%, o de aproximadamente un 1% en peso de la mezcla de producto. En determinadas realizaciones, la cantidad de jarabe de alcohol de azúcar es mayor, por ejemplo hasta aproximadamente un 2% en peso de la mezcla, hasta aproximadamente un 5% en peso de la mezcla, hasta aproximadamente un 10% en peso de la mezcla, o hasta aproximadamente un 20% en peso de la mezcla.

15 En determinadas realizaciones, el producto comprende además una o más sales. La presencia de una sal en el producto puede suprimir el amargor y/o aumentar el dulzor. Se puede utilizar cualquier tipo de sal. Normalmente, de acuerdo con la presente invención se utiliza sal de mesa común (NaCl), pero está previsto que también estén incluidos otros tipos de sales. La cantidad de sal añadida puede variar, pero normalmente está dentro del intervalo de un 0% a aproximadamente un 8%, por ejemplo de aproximadamente un 1% a aproximadamente un 4%, o de aproximadamente un 0% a aproximadamente un 2%, frecuentemente alrededor de un 1% en peso del producto. En algunas realizaciones, un sabor algo salado es una característica deseable del producto.

25 En algunas realizaciones, la composición de acuerdo con la invención también contiene uno o más agentes tampón y/o reguladores del pH (es decir, ácidos o bases). En algunas realizaciones se añaden a la mezcla uno o más agentes tampón y/o reguladores del pH para asegurar que el producto final tiene un pH dentro de un intervalo deseable. Los intervalos de pH ejemplares en estos productos son por regla general de aproximadamente 6-11, y con frecuencia de aproximadamente 7-10 (por ejemplo, aproximadamente 7 o aproximadamente 8). En estas realizaciones, la cantidad de agente tampón y/o de regulador del pH añadidos a la mezcla de producto es simplemente la cantidad requerida para llevar la formulación al pH deseado o para mantener la formulación en el mismo. La cantidad de agente tampón y/o de regulador del pH añadidos a cualquier formulación dada puede ser calculada fácilmente por un experto y puede constituir, por ejemplo, de aproximadamente un 0,5% a aproximadamente un 1% en peso de la mezcla. Se ha de señalar que en determinadas realizaciones no es necesario un pH básico en los productos de la presente invención. Por consiguiente, determinados productos de la presente invención tienen un pH menor de aproximadamente 6 o menor de aproximadamente 5 (por ejemplo de aproximadamente 4 a aproximadamente 6).

35 Ya se conocen diversos agentes tampón aptos para uso alimentario que pueden ser utilizados para ajustar el pH de los productos de la presente invención. Algunos agentes tampón adecuados incluyen los seleccionados entre el grupo consistente en acetatos, glicinatos, fosfatos, glicerofosfatos, citratos tales como citratos de metales alcalinos, carbonatos, carbonatos ácidos, y boratos, y mezclas de los mismos. En determinadas realizaciones, el agente tampón es un aminoácido, tal como se describe, por ejemplo, en la Publicación de Patente de los EE.UU. nº 2008/0286341 de Andersson et al. y la Solicitud PCT nº WO2008/040371 de Andersson et al., ambas incorporadas en la presente memoria por referencia. Tal como se indica en dichos documentos, diversos aminoácidos y sales de los mismos son útiles para este fin, incluyendo, pero sin limitarse a, arginina, asparigina, ácido glutámico, glutamina, glicina, histidina, isoleucina, leucina, lisina, metionina, fenilalanina, serina, treonina, valina, ácido cisteico, N-glicilglicina y ornitina. En determinadas realizaciones se añade N-glicilglicina o L-lisina como agente tampón. En algunas realizaciones se utiliza un agente tampón de aminoácido en combinación con otro agente tampón de aminoácido y/o en combinación con uno o más agentes tampón no de aminoácido. En determinadas realizaciones, el agente regulador del pH opcional es una base (por ejemplo NaOH). En determinadas realizaciones, el agente regulador del pH opcional es un carbonato (por ejemplo, bicarbonato de sodio y/o carbonato de sodio). En determinadas realizaciones se añaden L-lisina y NaOH a las composiciones de la presente invención.

50 En algunas realizaciones se añaden uno o más edulcorantes adicionales a las composiciones de la presente invención. El o los edulcorantes adicionales pueden comprender cualquier edulcorante natural o artificial, incluyendo, pero sin limitarse a, azúcar o cualquiera de los sucedáneos de azúcar anteriormente descritos. En determinadas realizaciones, el edulcorante puede incluir glicirricina, glicerol, inulina, lactitol, mabinlina, maltitol, manitol, miraculina, monatina, monelina, osladina, pentadina, polidextrosa, sorbitol, estevia, tagatosa, taumatina, acesulfamo potásico, alitame, aspartamo, ciclamato, dulcina, glucina, neotame, sacarina, sucralosa, y combinaciones de los mismos. En determinadas realizaciones, el edulcorante comprende sucralosa (1,6-dicloro-1,6-didesoxi- β -D-fructofuranosil-4-cloro-4-desoxi- α -D-galactopiranosido). La cantidad de edulcorante añadido puede variar, pero normalmente es la cantidad requerida para un sabor suficientemente "dulce". Por ejemplo, se puede añadir edulcorante para hacer el dulzor del producto comparable al del azúcar. En realizaciones particulares se añade sucralosa en una cantidad de aproximadamente un 0,5% a aproximadamente un 2% en peso de la mezcla, con frecuencia en una cantidad de aproximadamente un 1% en peso de la mezcla.

También se pueden añadir diversos aromatizantes naturales y/o artificiales a los productos de tabaco sin humo de la presente invención, y el carácter de estos aromas se puede describir, sin limitación, como fresco, dulce, a hierbas, a confite, floral, afrutado o especiado. Los tipos específicos de aromas incluyen, pero no se limitan a, vainilla (por ejemplo vainillina opcionalmente en forma de complejo), café, chocolate, nata, hierbabuena, menta verde, mentol, menta, gaulteria, lavanda, cardamomo, nuez moscada, canela, clavo, cascarilla, madera de sándalo, miel, jazmín, jengibre, anís, salvia, regaliz, limón, naranja, manzana, melocotón, lima, cereza y fresa. Véase también Leffingwill et al., Tobacco Flavoring for Smoking Products, R. J. Reynolds Tobacco Company (1972), que se incorpora en la presente memoria por referencia. Los aromatizantes también pueden incluir componentes que son considerados como agentes humectantes, refrescantes o suavizantes, tal como eucalipto. Los aromatizantes también pueden incluir ingredientes sensoriales, que pueden añadir una gama de propiedades táctiles, organolépticas a los productos. Por ejemplo, los ingredientes sensoriales pueden proporcionar una sensación de calor, frío u hormigueo. Estos aromas se pueden proporcionar puros (es decir, solos) o en un material compuesto (por ejemplo menta verde y mentol, o naranja y canela). Los aromatizantes de este tipo pueden estar presentes en una cantidad entre aproximadamente un 0,5% y aproximadamente un 15%, con frecuencia entre aproximadamente un 0,5% y aproximadamente un 1,5% en peso de la mezcla de producto. En determinadas realizaciones, el aromatizante está presente en una cantidad de al menos aproximadamente un 0,5% en peso o al menos aproximadamente un 0,75% en peso de la mezcla.

También es posible añadir otras sustancias diversas a las composiciones de la presente invención. Por ejemplo, en determinadas realizaciones, a las composiciones se les añaden excipientes tales como cargas o vehículos para ingredientes activos, cuando éstos están presentes (por ejemplo policarbófilo de calcio, celulosa microcristalina, hidroxipropil celulosa, carboximetil celulosa de sodio, almidón de maíz, dióxido de silicio, carbonato de calcio, lactosa y almidones, incluyendo almidón de patata, almidón de maíz, etc.), espesantes, materiales filmógenos y ligantes (por ejemplo hidroxipropil celulosa, hidroxipropil metilcelulosa, goma arábiga, alginato de sodio, goma xantana y gelatina), antiadherentes (por ejemplo talco), agentes deslizantes (por ejemplo sílice coloidal), humectantes (por ejemplo glicerina), conservantes y antioxidantes (por ejemplo benzoato de sodio y palmitato de ascorbilo), agentes tensioactivos (por ejemplo polisorbato 80), colorantes o pigmentos (por ejemplo dióxido de titanio o D&C Yellow nº 10) y lubricantes o coadyuvantes de procesamiento (por ejemplo estearato de calcio o estearato de magnesio).

En determinadas realizaciones puede resultar ventajoso incorporar uno o más antioxidantes, tales como palmitato de ascorbilo y/o ascorbato de sodio, en una composición de acuerdo con la invención. El o los antioxidantes pueden estar presentes en una concentración de aproximadamente un 0,05% a aproximadamente un 0,3% en peso, tal como, por ejemplo, de aproximadamente un 0,1% a aproximadamente un 0,25% o de aproximadamente un 0,15% a aproximadamente un 0,2% en la mezcla.

Determinados productos también pueden tener revestimientos exteriores compuestos por ingredientes capaces de proporcionar revestimientos exteriores aceptables (por ejemplo, un revestimiento exterior puede estar compuesto por ingredientes tales como cera carnauba, y formas farmacéuticamente aceptables de lacas, composiciones de glaseado y agentes de pulido superficial). La aplicación de un revestimiento se puede llevar a cabo utilizando técnicas tales como pulverización sin aire, revestimiento en lecho fluidizado, uso de una bandeja de revestimiento, o similares. Los materiales utilizables como un revestimiento pueden ser de naturaleza polimérica, tal como un material celulósico (por ejemplo butirato ftalato de celulosa, ftalato de hidroxipropil metilcelulosa, y carboximetil etilcelulosa), y polímeros y copolímeros de ácido acrílico, ácido metacrílico, y ésteres de los mismos.

Los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral preparados de acuerdo con la presente invención pueden tener diversos tipos de formatos y configuraciones, y, como resultado de ello, el carácter, la naturaleza, el comportamiento, la consistencia, la figura, la forma, el tamaño y el peso de la composición pueden variar. La forma de una composición representativa puede ser generalmente esférica, cilíndrica (por ejemplo desde la forma general de un disco aplanado hasta la forma general de una barra delgada relativamente larga), helicoidal, ovoide, cuadrada, rectangular o similares. El producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral puede tener, por ejemplo, la forma de una pastilla, una piruleta o una cinta. La forma de la composición se puede parecer a una gran variedad de tipos de productos de píldoras, tabletas, pastillas, cápsulas y comprimidos. Véanse, por ejemplo, los tipos de pastillas, formulaciones de pastillas, formatos y configuraciones de pastillas, características de pastillas y técnicas para formular o fabricar pastillas explicados en las Patentes de los EE.UU. nº 4,967,773 de Shaw; 5,110,605 de Acharya; 5,733,574 de Dam; 6,280,761 de Santus; 6,676,959 de Andersson et al.; 6,248,760 de Wilhelmsen; y 7,374,779; las Publicaciones de Patente de los EE.UU nº 2001/0016593 de Wilhelmsen; 2004/0101543 de Liu et al.; 2006/0120974 de Mcneight; 2008/0020050 de Chau et al.; 2009/0081291 de Gin et al.; y 2010/0004294 de Axelsson et al.; que se incorporan en la presente memoria por referencia.

Aunque los productos se describen en la presente memoria generalmente como productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral, se ha de señalar que, en algunas realizaciones, el material cocido duro que puede ser ingerido por vía oral puede constituir únicamente una parte de un producto. Por ejemplo, el material cocido duro que puede ser ingerido por vía oral proporcionado por la presente invención se puede combinar con otra u otras formulaciones que pueden ser ingeridas por vía oral, que pueden ser o no otra formulación cocida dura, por ejemplo para obtener un producto relleno, un producto rayado, un producto estratificado, un producto revestido u otro producto que puede ser ingerido de tipo material compuesto. Aunque por regla general al menos una de las formulaciones en dichos productos de material compuesto se prepara de acuerdo con el proceso de refundición

descrito en la presente memoria, es posible que una o más formulaciones adicionales en una formulación de material compuesto sea preparada de otros modos (por ejemplo, mediante métodos de preparación de productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral convencionales o mediante otros métodos para preparar diversos productos de confitería que pueden ser ingeridos). En cuanto a los modos en los que el producto cocido duro de la invención se podría combinar con otros formatos de producto, véase la Solicitud de los EE.UU. n° 13/370,600 de Duggins et al., presentada el 10 de febrero de 2010, que se incorpora en la presente memoria por referencia.

Esta formulaciones se pueden combinar en un producto de material compuesto utilizando métodos conocidos en la técnica. Por ejemplo, en determinadas realizaciones se preparan dos hemisferios (que pueden ser formulaciones iguales o diferentes), se calientan (por ejemplo a aproximadamente 100 °C, o hasta que justo empiezan a fundirse), y las caras planas se aprietan una contra otra para soldar los hemisferios entre sí. En algunas realizaciones se pueden preparar múltiples láminas o capas, que pueden tener en cada caso propiedades diferentes, poniendo en capas láminas enfriadas y calentándolas, o calentando por separado láminas enfriadas y apretándolas una contra otra para soldar las capas entre sí. Otras variaciones para proporcionar composiciones de material compuesto formarían parte del conocimiento de un experto medio y está previsto que estén abarcadas por la presente memoria.

En determinadas realizaciones, dentro de un producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral se combinan composiciones tamponadas (es decir, que contienen un agente tampón) y no tamponadas (es decir, sustancial o completamente libres de agente tampón). En determinadas realizaciones puede ser deseable proporcionar un producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral sustancialmente transparente. Sin embargo, la presencia de determinados ingredientes dentro de los productos de la invención, en particular determinados agentes tampón tales como agentes tampón de carbonato, pueden reducir la transparencia de tal modo que la composición tamponada se puede calificar como translúcida u opaca. Por lo tanto, cuando se desea que un producto tamponado tenga un aspecto general sustancialmente transparente, la parte tamponada del producto se puede segregar de modo que constituya solo una parte de la unidad de producto para reducir el efecto negativo producido en la transparencia por dicha parte tamponada de la composición. Por ejemplo, en una composición no tamponada se pueden incorporar gránulos de una composición tamponada (preparados a través del proceso de refundición descrito en la presente memoria) mezclando los gránulos de la composición tamponada con una masa fundida de la composición no tamponada a una temperatura inferior a la fase de rotura dura (por ejemplo durante el proceso de enfriamiento). El producto resultante tendrá un aspecto "moteado" debido a los gránulos de la composición tamponada translúcida u opaca dispersados dentro de la composición no tamponada. La Figura 1 muestra un producto 10 que puede ser ingerido por vía oral ejemplar que tiene esta configuración, en la que los gránulos de la parte tamponada 20 están dispersados dentro de la parte no tamponada 30. En esta configuración del producto, el agente tampón en la parte tamponada será liberado a intervalos regulares a medida que el producto se disuelva en la boca del consumidor.

Como otro ejemplo, una unidad formada por una composición tamponada (por ejemplo tal como se proporciona de acuerdo con el proceso de refundición descrito en la presente memoria) se puede disponer dentro de un molde y a continuación se puede añadir una formulación no tamponada, por ejemplo en forma de una masa fundida (bien directamente después de calentar la formulación hasta la fase de rotura dura, bien después de un proceso de recalentamiento tal como se describe en la presente memoria) para crear un producto multiestratificado. La composición espacial relativa de las dos composiciones puede variar del modo deseado variando el tamaño, la forma y la configuración del molde. En determinadas realizaciones, el material compuesto puede tener una parte central tamponada rodeada por una parte no tamponada. En algunas realizaciones, la parte tamponada y la parte no tamponada tienen composiciones similares, consistiendo la única diferencia en la presencia/ausencia del tampón. En una configuración de producto ventajosa, las dos composiciones están dispuestas de tal modo que ambas composiciones están expuestas sobre al menos una superficie exterior del producto que puede ser ingerido por vía oral. Por ejemplo, la parte tamponada se puede proporcionar en diversas formas de tal modo que se extiende a todo lo ancho o largo de la unidad, o las dos partes pueden estar dispuestas una junto a otra como en una disposición semiesférica. En la Figura 2 se muestra una vista lateral en sección transversal de otro ejemplo de un producto 10 que puede ser ingerido por vía oral de la invención, en donde una parte tamponada 50 cilíndrica está presente en el interior del producto sustancialmente encerrada en la parte no tamponada 60, excepto en los extremos del cilindro, que llegan a la superficie exterior del producto. En estas realizaciones, las dos formulaciones se disuelven ventajosamente a la misma velocidad en la cavidad oral del consumidor, permitiendo que el tampón sea liberado sustancialmente durante todo el proceso de disolución.

Ventajosamente, la parte tamponada es un componente mínimo del producto que puede ser ingerido por vía oral. Por ejemplo, puede constituir menos de aproximadamente un 2% en volumen, menos de aproximadamente un 5% en volumen, menos de aproximadamente un 10% en volumen, menos de aproximadamente un 20% en volumen, menos de aproximadamente un 30% en volumen, menos de aproximadamente un 40% en volumen, o menos de aproximadamente un 50% en volumen del producto que puede ser ingerido por vía oral. Por regla general, la parte tamponada es translúcida u opaca. Ventajosamente, la parte no tamponada puede presentar un alto grado de translucidez y/o transparencia. Normalmente, la parte tamponada presenta un aspecto más oscuro. Por consiguiente, la realización proporciona un aspecto estéticamente agradable así como atributos funcionales asociados con el agente tampón.

Esta realización puede ser particularmente aplicable en relación con productos que comprenden uno o más componentes que están ventajosamente tamponados, tales como, por ejemplo, compuestos de nicotina (por ejemplo, sales nicotínicas). Tal como se describe más detalladamente en la presente memoria, los componentes de nicotina se pueden incorporar ventajosamente en forma de sal y convertir en una forma desprotonada durante el uso (es decir, dentro de la boca del consumidor). Algunos productos que comprenden una parte no tamponada y una parte tamponada también pueden comprender adicionalmente un compuesto de este tipo.

La cantidad de material contenido en cada pieza (por ejemplo, cada unidad de tipo pastilla de producto) puede variar. Por ejemplo, una unidad representativa de productos en forma de pastillas pesa por lo general al menos aproximadamente 100 mg, a menudo al menos aproximadamente 200 mg, y con frecuencia al menos aproximadamente 300 mg; mientras que el peso de una unidad representativa de dichos productos por lo general no es mayor de aproximadamente 1,5 g, a menudo no es mayor de aproximadamente 1 g, y con frecuencia no es mayor de aproximadamente 0,75 g.

En algunas realizaciones, los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral proporcionados de acuerdo con los métodos de la presente invención son productos alimenticios. Por ejemplo, los productos que pueden ser ingeridos pueden ser composiciones de confitería (por ejemplo caramelos duros, piruletas y similares).

En algunas realizaciones, los productos que pueden ser ingeridos proporcionados de acuerdo con los métodos de la presente invención pueden contener uno o más ingredientes farmacéuticamente activos. En algunas realizaciones, dichos productos pueden ser composiciones farmacéuticas que pueden ser utilizadas para tratar diversos estados. En estas realizaciones, por regla general se incluyen vehículos y/o excipientes que son farmacéuticamente aceptables, es decir, utilizados convencionalmente en la técnica para facilitar el almacenamiento, la administración y/o el efecto sanador del agente activo.

Por ejemplo, en determinadas realizaciones, la invención puede proporcionar pastillas para la garganta que pueden comprender mentol, benzocaína, pectina, dextrometorfano, clorhidrato de diclonina, otros antisépticos (por ejemplo amilmetacresol, alcohol 2,4-diclorobencílico, o hexilresorcinol) y/o diversos aceites (por ejemplo aceite de menta o de eucalipto). En algunas realizaciones, dentro de los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral de acuerdo con la presente invención se pueden incluir ingredientes farmacéuticamente activos para el mal aliento (halitosis), compuestos antiinflamatorios, compuestos antibióticos, antihistaminas, descongestivos, anti-nauseosos y sedantes. En determinadas realizaciones, la invención puede proporcionar pastillas que contienen una o más vitaminas, minerales, complementos nutricionales y/o materiales vegetales (por ejemplo, vitamina A, vitamina C, vitamina D, vitamina E, vitamina B12, vitamina K, hierro, zinc, cobre, selenio, cromo, yodo, calcio, selenio, jengibre, regaliz, menta, canela, marrubio, hisopo, ginseng, ginkgo biloba, hierba de San Juan, valeriana y/o Echinacea).

En determinadas realizaciones, el ingrediente activo opcional comprende un compuesto nicotínico. Tal como se utiliza en la presente memoria, "compuesto nicotínico" se refiere a nicotina natural o sintética no unida a un material vegetal, lo que significa que el compuesto está al menos parcialmente purificado y no está contenido dentro de una estructura vegetal tal como una hoja de tabaco. De forma especialmente preferible, la nicotina es natural y se obtiene como un extracto de una especie *Nicotiana* (por ejemplo tabaco). En la Patente de los EE.UU. 7,946,295 de Brinkley et al. y en la Solicitud de Patente nº de Serie 13/095,277 de Byrd et al., que se incorporan en la presente memoria por referencia, se describen tipos ejemplares de tabaco y modos de procesar el tabaco.

Los compuestos nicotínicos de la invención pueden incluir nicotina en forma de base libre, en forma de sal, como un complejo o como un solvato. Véase, por ejemplo, la descripción de nicotina en forma de base libre en la Publicación de Patente de los EE.UU. nº 2004/0191322 de Hansson, que se incorpora en la presente memoria por referencia. Al menos una parte del compuesto nicotínico puede ser empleada en forma de un complejo de resina de nicotina en el que la nicotina está unida en una resina de intercambio iónico tal como Nicotine Polacrilex. Véase, por ejemplo, la Patente de los EE.UU. nº 3,901,248 de Lichneckert et al., que se incorpora en la presente memoria por referencia. Al menos una parte de la nicotina puede ser empleada en forma de una sal. Las sales de nicotina pueden ser proporcionadas utilizando los tipos de ingredientes y técnicas descritos en la Patente de los EE.UU. nº 2,033,909 de Cox et al. y Perfetti, *Beitrag Tabakforschung Int.*, 12, 43-54 (1983). Adicionalmente, algunas sales de nicotina han estado disponibles de fuentes tales como Pfaltz and Bauer, Inc. y K&K Laboratories, Division of ICN Biochemicals, Inc. Las sales de nicotina farmacéuticamente aceptables ejemplares incluyen sales nicotínicas de tartrato (por ejemplo tartrato de nicotina y bitartrato de nicotina), cloruro (por ejemplo clorhidrato de nicotina y diclorhidrato de nicotina), sulfato, perclorato, ascorbato, fumarato, citrato, malato, lactato, aspartato, salicilato, tosilato, succinato, piruvato, y similares; hidratos de sales de nicotina (por ejemplo cloruro monohidrato de nicotina y zinc), y similares. En determinadas realizaciones, al menos una parte del compuesto nicotínico está en forma de una sal con un resto de ácido orgánico, incluyendo, pero sin limitarse a, ácido levulínico tal como se expone en la Solicitud de Patente de los EE.UU. nº 12/769,335 y en la Solicitud Internacional nº PCT/US2011/033928, ambas de Brinkley et al., que se incorporan en la presente memoria por referencia.

En una realización, el compuesto nicotínico es absorbido sobre un material de vehículo en forma de partículas porosas, tal como celulosa microcristalina (CMC), antes de la incorporación dentro de las composiciones de la invención. En una realización, los materiales de CMC utilizados en la invención tienen un intervalo de tamaño de partícula medio de aproximadamente 15 a aproximadamente 250 micras. Los materiales de CMC ejemplares

incluyen diversas clases de materiales AVICEL® y VIVACEL®. Véase, por ejemplo, la Publicación de Patente de los EE.UU. n° 2004/0191322 de Hansson, que se incorpora en la presente memoria por referencia. En determinadas realizaciones, múltiples formas de compuestos nicotínicos podrían ser absorbidas sobre el vehículo en forma de partículas, incluyendo cualquiera de las diversas combinaciones de compuestos nicotínicos expuestas en la presente memoria. En algunas realizaciones, el compuesto nicotínico y opcionalmente un resto de ácido orgánico pueden ser absorbidos sobre el vehículo en forma de partículas, por ejemplo disolviendo el compuesto nicotínico (y opcionalmente un resto de ácido orgánico) en un disolvente hidrófilo (tal como agua, alcohol o mezclas de los mismos) y combinando la solución con el vehículo en forma de partículas, seguido por un secado para retirar el disolvente. El material de vehículo en forma de partículas con la nicotina absorbida y opcionalmente un resto de ácido orgánico se puede combinar con otros vehículos o excipientes para proporcionar una composición adaptada para la administración oral del ingrediente activo.

Ventajosamente, en algunas realizaciones, los productos que contienen nicotina son tamponados. En estas realizaciones, puede ser deseable mantener el compuesto nicotínico en forma de una sal para la estabilidad durante la fabricación y el almacenamiento, pero tamponar el mismo durante el uso. Antes del uso de un producto que contiene nicotina es deseable mantener la nicotina en forma de una sal. Por regla general, las sales tienen una menor presión de vapor que la nicotina desprotonada, por lo que la nicotina desprotonada se pierde más fácilmente debido al calentamiento durante la fabricación. De modo similar, a bajas temperaturas, la nicotina desprotonada se evapora más fácilmente y puede volver amarillo un envase transparente del producto, dando el aspecto de un producto viejo o caducado. La nicotina desprotonada también se puede trasladar de un producto a un material de envase más fácilmente que las sales nicotínicas. Además, las sales nicotínicas son químicamente más estables a la oxidación que la forma desprotonada.

Sin embargo, es deseable proporcionar la nicotina en una forma desprotonada durante el uso, ya que la forma de sal no atravesará la membrana bucal. La provisión de una sal de nicotina (por ejemplo sobre un soporte) dentro de un producto y la provisión de tampones adecuados con la misma permiten obtener un producto que es estable durante el almacenamiento (ya que la nicotina está en forma de sal), pero que forma nicotina desprotonada durante el uso (por ejemplo al entrar en contacto con la saliva en la boca del consumidor).

Normalmente, la cantidad de nicotina dentro de cada pieza o unidad de dosificación es de al menos aproximadamente 0,5 mg, por lo general es de al menos aproximadamente 1,5 mg, y con frecuencia es de al menos aproximadamente 2 mg; mientras que la cantidad de nicotina dentro de cada pieza normalmente no es mayor de aproximadamente 10 mg, por lo general no es mayor de aproximadamente 8 mg, a menudo no es mayor de aproximadamente 6 mg, y con frecuencia no es mayor de aproximadamente 5 mg, calculada como base de nicotina. Los tipos ejemplares de estos productos pueden incorporar aproximadamente 2 mg, aproximadamente 2,5 mg, aproximadamente 3 mg, aproximadamente 3,5 mg y aproximadamente 4 mg de nicotina por pieza o unidad, calculado como base de nicotina. Otros detalles de productos que contienen nicotina ejemplares se proporcionan, por ejemplo, en la Solicitud de Patente de los EE.UU. n° 13/240,500 de Holton Jr. et al., presentada el 22 de septiembre de 2011, que se incorpora en su totalidad en la presente memoria por referencia.

En algunas realizaciones, los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral proporcionados de acuerdo con los métodos de la presente invención son productos de tabaco sin humo. Por consiguiente, en algunas realizaciones, los productos cocidos duros comprenden un material de tabaco, por ejemplo en forma de tabaco en forma de partículas y/o extracto de tabaco. El material de tabaco puede variar. Por ejemplo, de acuerdo con la invención se pueden utilizar diversos tipos de tabaco; se pueden utilizar diversas partes de la planta de tabaco; y se pueden utilizar diversos métodos de cosecha, secado, curado y/o procesamiento, tal como se describen, por ejemplo, en la Solicitud de Patente de los EE.UU. n° 13/370,600 de Duggins et al., presentada el 10 de febrero de 2012, que se incorpora en su totalidad en la presente memoria por referencia.

En determinadas realizaciones, los productos cocidos duros que pueden ser ingeridos por vía oral comprenden un extracto de tabaco que está tratado (por ejemplo por ultrafiltración, microfiltración, nanofiltración, cromatografía de exclusión por tamaños, ósmosis inversa, o combinaciones de las mismas) tal como se describe, por ejemplo, en la Solicitud de Patente de los EE.UU. n° 13/240,525 de Holton Jr. et al., que se incorpora en la presente memoria por referencia. Los extractos tratados, tal como se proporcionan en dicho documento, presentan generalmente una mayor claridad en comparación con extractos no tratados, debido a la retirada de determinados polímeros marrones de Maillard de alto peso molecular, proteínas, polisacáridos, determinados pigmentos, y bacterias.

El tratamiento (por ejemplo filtrado) puede consistir, por ejemplo, en pasar un extracto de tabaco acuoso a través de una membrana o una serie de membranas semipermeables. La membrana puede ser de cualquier tipo, tal como de placa y marco (que tiene una pila de membranas y placas de soporte), en espiral (que tiene capas consecutivas de membrana y material de soporte enrolladas alrededor de un tubo), tubular (que tiene un núcleo definido de membrana a través del cual fluye la alimentación y un alojamiento tubular exterior donde se recoge el permeado), o de fibra hueca (que tiene varios tubos de pequeño diámetro o fibras, recogiendo el permeado en el área del cartucho que rodea las fibras). La membrana puede estar hecha de diversos materiales. Por ejemplo, comúnmente se utilizan membranas de polisulfona, polietersulfona, polipropileno, fluoruro de polivinilideno y acetato de celulosa, aunque se pueden utilizar otros materiales sin abandonar la invención descrita en la presente memoria.

Existen membranas de ultrafiltración disponibles en una amplia gama de tamaños de poro (normalmente dentro del intervalo de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 0,001 micras). Las membranas se describen más comúnmente por sus límites de peso molecular. Las membranas de ultrafiltración se clasifican comúnmente como membranas con límites de peso molecular medio numérico de aproximadamente 10^3 Da a aproximadamente 10^5 Da.

En la práctica, los compuestos con pesos moleculares por encima del límite de peso molecular se quedan en el retenido, y los compuestos con pesos moleculares por debajo del límite pasan a través del filtro hasta el permeado. Los métodos de ultrafiltración normalmente no son capaces de retirar compuestos orgánicos de bajo peso molecular e iones. La nanofiltración es un método de filtración en el que, por regla general, el límite de peso molecular de los filtros está generalmente dentro del intervalo de aproximadamente 100 Da a aproximadamente 1000 Da. En otras palabras, los nanofiltros que solo permiten el paso de componentes del extracto de tabaco que tienen pesos moleculares por debajo de aproximadamente 100 Da, por debajo de aproximadamente 250 Da, por debajo de aproximadamente 500 Da, por debajo de aproximadamente 750 Da, o por debajo de aproximadamente 1000 Da, pueden ser utilizados, en determinadas realizaciones, para clarificar el extracto de tabaco de acuerdo con la invención.

La ultrafiltración y la nanofiltración pueden comprender un proceso de separación por flujo cruzado. La corriente de líquido que va a ser tratada (alimentación) fluye tangencialmente a lo largo de la superficie de la membrana, separándose en una corriente que pasa a través de la membrana (permeado) y otra que no (retenido o concentrado). Los parámetros de funcionamiento del sistema de filtración se pueden variar para llegar al resultado deseado. Por ejemplo la mezcla de alimentación que se ha de filtrar se puede poner en contacto con la membrana por medio de una aplicación de presión. La tasa de permeación a través de la membrana es directamente proporcional a la presión aplicada; no obstante, la presión máxima puede estar limitada. La velocidad de flujo de la mezcla a través de la superficie de la membrana se puede ajustar. También es posible variar la temperatura. Normalmente, cuanto mayor es la temperatura, mayores son las tasas de permeación.

Existen sistemas de nanofiltración y ultrafiltración comerciales fácilmente disponibles que pueden ser utilizados para los métodos de filtración de la presente invención. Por ejemplo, proveedores comerciales tales como Millipore, Spectrum® Labs, Pall Corporation, Whatman®, Porex Corporation, y Snyder Filtration fabrican diversas membranas y cartuchos de filtro, y/o sistemas de filtración (por ejemplo, sistemas de filtración de flujo tangencial). Las membranas ejemplares incluyen, pero no se limitan a, membranas Biomax® y Ultracel® y casetes Pellicon® XL (de Millipore), Módulos de Fibras Huecas Microkros®, Minikros®, y KrosFlo® (de Spectrum® Labs), y filtros Microza y Casetes de Membrana de Filtración de Flujo Tangencial Centramate™, Centrasette™, Maximate™, y Maxisette™. Los sistemas de filtración disponibles comercialmente incluyen, pero no se limitan a, el sistema de Filtración de Flujo Tangencial (FFT) Labscale™ de Millipore y los Sistemas de Filtración de Flujo Tangencial KrosFlo® y MiniKros® de Spectrum® Labs.

Aunque es posible utilizar la ultrafiltración para clarificar un extracto de tabaco de acuerdo con la presente invención, se ha de señalar que en determinadas realizaciones se puede utilizar un proceso más o menos riguroso. En determinadas realizaciones se utiliza la nanofiltración, que puede retirar una mayor cantidad de compuestos (es decir, compuestos con pesos moleculares menores) de un extracto de tabaco que la ultrafiltración. En determinadas realizaciones, un extracto de tabaco tratado puede estar caracterizado por un bajo contenido de nitrosamina específica del tabaco (por ejemplo aproximadamente 150 ng/g o menos) y/o un bajo contenido de benzo[a]pireno (por ejemplo, aproximadamente 1 ng/g o menos), basado en el peso del extracto tratado.

Ventajosamente, en algunas realizaciones, el extracto de tabaco tratado generalmente comprende menos componentes de alto peso molecular que el extracto de tabaco que no ha sido tratado de este modo. En determinadas realizaciones, el extracto de tabaco tratado se puede calificar como translúcido y/o transparente. Tal como se utilizan aquí, los términos "translúcido" o "translucidez" se refieren a la capacidad de permitir el paso de un cierto nivel de luz de forma difusa. En determinadas realizaciones, el extracto tratado puede tener un grado de claridad tan alto que puede ser clasificado como "transparente" o que presenta "transparencia", que se define como un material que permite que la luz pase libremente a través del mismo sin ninguna difusión significativa. La claridad del extracto tratado es generalmente tal que existe un cierto nivel de translucidez en vez de opacidad (que se refiere a materiales que son impenetrables por la luz).

El aumento de la claridad del extracto tratado con respecto al extracto no tratado se puede cuantificar mediante cualquier método conocido. Por ejemplo, se pueden utilizar métodos ópticos tales como la turbidimetría (o nefelometría) y la colorimetría para cuantificar la turbidez (dispersión de la luz) y el color (absorción de la luz), respectivamente, del extracto de tabaco clarificado. La translucidez también se puede confirmar mediante inspección visual simplemente manteniendo el extracto tratado ante una fuente de luz y determinando si la luz pasa a través del material o producto de una manera difusa. Esto también es aplicable a la evaluación de la translucidez o transparencia de las partes tamponadas y no tamponadas de un producto tal como se describen más arriba. El extracto tratado se puede almacenar y/o utilizar en forma sólida (por ejemplo en forma secada por pulverización o liofilizada), en forma líquida, en forma semisólida, o similares.

Aunque en algunas realizaciones se utiliza un extracto de tabaco directamente, puede ser deseable tratar un extracto con calor. En algunas realizaciones, este tratamiento térmico se puede llevar a cabo en combinación con un tratamiento (por ejemplo ultrafiltración) tal como se ha descrito más arriba. Por ejemplo, un extracto se puede tratar

con calor antes de la ultrafiltración, después de la ultrafiltración, o tanto antes como después de la ultrafiltración. Por ejemplo, un material de tabaco se puede tratar térmicamente mezclando el material de tabaco, agua y un aditivo seleccionado entre el grupo consistente en lisina, glicina, histidina, alanina, metionina, ácido glutámico, ácido aspártico, prolina, fenilalanina, valina, arginina, cationes divalentes y trivalentes, asparaginasa, sacáridos, compuestos fenólicos, agentes reductores, compuestos que tienen un grupo tiol libre, agentes oxidantes (por ejemplo peróxido de hidrógeno), catalizadores de oxidación, extractos vegetales, y combinaciones de los mismos, para formar una mezcla de tabaco húmeda; y calentando la mezcla de tabaco húmeda a una temperatura de al menos aproximadamente 60 °C para formar una mezcla de tabaco tratada con calor. En una realización, el extracto de tabaco se trata con calor en presencia de agua, NaOH y un aditivo (por ejemplo lisina) a aproximadamente 88 °C durante aproximadamente 60 minutos. Este tratamiento térmico puede ayudar a prevenir la producción de acrilamida resultante de la reacción de asparagina con azúcares reductores en materiales de tabaco y puede proporcionar un cierto grado de pasteurización. Véase, por ejemplo, la Publicación de Patente de los EE.UU. n.º 2010/0300463 de Chen et al., que se incorpora en la presente memoria por referencia. En determinadas realizaciones en las que se utiliza un extracto de tabaco tratado con calor en un producto de tabaco sin humo de la presente invención, el producto se puede caracterizar por un contenido muy bajo de acrilamida. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el producto de tabaco sin humo se caracteriza por un contenido de acrilamida de menos de aproximadamente 500 ppb (ng/g), menos de aproximadamente 400 ppb, menos de aproximadamente 300 ppb, menos de aproximadamente 200 ppb, o menos de aproximadamente 100 ppb.

De acuerdo con determinadas realizaciones de la invención, la cantidad de material de tabaco dentro del producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral puede variar. Por ejemplo se puede proporcionar un extracto de tabaco en concentraciones variables, que pueden influir en la cantidad de extracto incluido en la mezcla. La cantidad de extracto es de al menos aproximadamente un 0,5%, por lo general de al menos aproximadamente un 1%, a menudo de al menos aproximadamente un 1,5%, a menudo de al menos aproximadamente un 2%, a menudo de al menos aproximadamente un 2,5%, y con frecuencia de al menos aproximadamente un 3% en peso de la mezcla de producto. En determinadas realizaciones, la cantidad de extracto es de al menos aproximadamente un 4%, de al menos aproximadamente un 5%, de al menos aproximadamente un 6%, o de al menos aproximadamente un 7% en peso de la mezcla de producto. Normalmente, la cantidad de extracto de tabaco tratado añadido a la mezcla de producto no es mayor de aproximadamente un 20%. Algunos tipos ejemplares de estos productos pueden incorporar aproximadamente un 3% en peso, aproximadamente un 4% en peso, aproximadamente un 4,5% en peso de la mezcla, o aproximadamente un 7,5% en peso de la mezcla.

Otros ingredientes adicionales se pueden mezclar con las composiciones de tabaco sin humo de acuerdo con la invención o se pueden incorporar de otro modo dentro de éstas, tales como los otros ingredientes descritos en la presente memoria. Los ingredientes adicionales pueden ser artificiales o se pueden obtener o derivar de hierbas o de fuentes biológicas. Si así se desea, los ingredientes se pueden microencapsular tal como se expone en la Publicación de Solicitud de Patente de los EE.UU. n.º 2008/0029110 de Dube et al., que se incorpora en la presente memoria por referencia. Además, por ejemplo en el documento WO 2010/132444 A2 de Atchely, que también se incorpora en la presente memoria por referencia, se describen ingredientes encapsulados ejemplares.

Los siguientes ejemplos se proporcionan para ilustrar adicionalmente la presente invención, pero no han de ser interpretados como limitativos del alcance de la misma. A no ser que se indique otra cosa, todas las partes y porcentajes son en peso.

Experimentación

La presente invención se ilustra más detalladamente mediante los siguientes ejemplos, que se exponen para ilustrar la presente invención y no han de ser interpretados como limitativos de la misma. En los siguientes ejemplos, g significa gramo, l significa litro, ml significa mililitro, y Da significa daltons. Todos los porcentajes en peso están expresados sobre una base seca, es decir, excluyendo el contenido de agua, a no ser que se indique otra cosa.

Ejemplo 1

Preparación de un producto cocido duro que contiene extracto de tabaco con tampón

Se prepara vidrio de isomaltitol calentando isomaltitol (92,41 g) en un exceso de 166 °C (330 °F), enfriando el isomaltitol fundido por debajo de 149 °C (300 °F), mezclando un extracto de tabaco acuoso que comprende un 50% de sólidos (7,55 g de extracto) con el isomaltitol, vertiendo la mezcla sobre una lámina de papel cristal y enfriando la mezcla a temperatura ambiente, con lo que se obtiene un sólido con un aspecto vítreo (marrón claro y transparente). El sólido vítreo enfriado se muele para obtener un vidrio en polvo.

Una parte del vidrio en polvo (40 g) se mezcla a temperatura ambiente con una mezcla de tampón de carbonato (0,599 g, 2% del peso del polvo) que comprende un 97% de bicarbonato de sodio y un 3% de carbonato de sodio. El material en polvo mezclado se transfiere a un molde y el molde se introduce en un horno a 102 °C durante 3 minutos, y después se saca. El material resultante está en una forma sólida (fundida) y es de color amarillo claro y opaco. No hay indicios de descomposición del bicarbonato con producción de dióxido de carbono. El pH de una

ES 2 638 543 T3

solución al 5% de este material en polvo mezclado es de 7,02, y el pH de una solución al 5% del vidrio en polvo es de 4,18.

Ejemplo 2

Evaluación de un contenido mayor de carbonato de sodio y un tiempo de calentamiento más largo

- 5 A 30 g del material en polvo mezclado del Ejemplo 1 se le añaden 0,620 g adicionales de la mezcla de tampón de carbonato descrita en el Ejemplo 1 y 0,084 g adicionales de carbonato de sodio. El pH de una solución al 5% en agua es de 7,70. Después se añaden 0,080 g adicionales de carbonato de sodio y el pH de una solución al 5% en agua es de 8,23. Una parte de esta mezcla en polvo se transfiere a un molde y el molde se introduce en un horno a 102 °C durante 3 minutos, y después se saca. El material resultante está en una forma sólida (fundida) y es de color amarillo claro y opaco. Otra parte de la mezcla en polvo se transfiere a un molde y el molde se introduce en un horno a 102 °C durante 6 minutos, y después se saca. El material resultante está en una forma sólida (fundida) y es de color amarillo claro y opaco, y de nuevo no hay indicios de descomposición del bicarbonato.

Ejemplo 3

Producto cocido duro que contiene extracto de tabaco sin tampón

- 15 Una parte del vidrio en polvo preparado de acuerdo con el Ejemplo 1 se transfiere a un molde y el molde se introduce en un horno a 102 °C durante 3 minutos, y después se saca. El material resultante está en una forma sólida (fundida) y presenta las mismas características visuales que el isomaltitol que contiene extracto de tabaco fundido y enfriado, es decir, un aspecto vítreo (marrón claro y transparente).

REIVINDICACIONES

1. Un método para preparar un producto que puede ser ingerido por vía oral, que consiste en:
 - i) calentar un material de azúcar a una primera temperatura suficiente para licuar el material de azúcar y formar un primer material de azúcar licuado;
 - 5 ii) enfriar el primer material de azúcar licuado para proporcionar un material de azúcar enfriado con una forma sólida o semisólida;
 - iii) calentar el material de azúcar enfriado a una segunda temperatura, que es menor que la primera temperatura, para proporcionar un segundo material de azúcar licuado;
 - 10 iv) combinar el material de azúcar con uno o más ingredientes sensibles a la temperatura antes, durante o después de dicha etapa de calentamiento iii), pero después de dicha etapa de enfriamiento ii), para proporcionar una mezcla íntima del segundo material de azúcar licuado y el o los ingredientes sensibles a la temperatura;
 - v) enfriar la mezcla íntima para formar un producto que puede ser ingerido por vía oral.
2. El método de la reivindicación 1, que adicionalmente comprende subdividir el material de azúcar enfriado en múltiples piezas, y en donde dicha etapa de combinación iv) comprende combinar el material de azúcar subdividido con uno o más agentes tampón sensibles a la temperatura para formar la mezcla íntima, y dicha etapa de calentamiento iii) comprende calentar la mezcla íntima a la segunda temperatura para proporcionar una mezcla íntima licuada del material de azúcar y el o los agentes tampón sensibles a la temperatura.
3. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde el material de azúcar comprende un alcohol de azúcar, y en particular en donde el material de azúcar comprende isomaltitol.
4. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la primera temperatura es una temperatura igual o mayor que la fase de rotura dura del material de azúcar, y en particular en donde la primera temperatura es de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 170 °C.
5. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la segunda temperatura es de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 150 °C, y en particular en donde la segunda temperatura es de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 120 °C.
6. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la diferencia entre la primera temperatura y la segunda temperatura es de al menos aproximadamente 10 °C, y en particular en donde la diferencia entre la primera temperatura y la segunda temperatura es de al menos aproximadamente 30 °C, y en particular en donde la diferencia entre la primera temperatura y la segunda temperatura es de al menos aproximadamente 50 °C.
7. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la primera temperatura es de aproximadamente 150 °C a aproximadamente 170 °C, la segunda temperatura es de aproximadamente 60 °C a aproximadamente 150 °C, y la diferencia entre la primera temperatura y la segunda temperatura es de al menos aproximadamente 10 °C, y en particular en donde la diferencia entre la primera temperatura y la segunda temperatura es de al menos aproximadamente 30 °C.
8. El método de la reivindicación 1, en donde el o los ingredientes sensibles a la temperatura se seleccionan entre el grupo consistente en agentes tampón, aromatizantes, ingredientes farmacéuticamente activos, y combinaciones de los mismos, y en particular en donde el ingrediente sensible a la temperatura es un agente tampón de carbonato o un compuesto nicotínico, o en donde el ingrediente sensible a la temperatura es carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, o una combinación de los mismos, y en particular en donde el compuesto nicotínico está en forma de una sal de nicotina, o en donde el compuesto nicotínico está absorbido sobre un vehículo en forma de partículas porosas.
9. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde la mezcla íntima comprende además un material de tabaco, y en particular en donde el material de tabaco comprende un extracto de tabaco o un tabaco en forma de partículas.
10. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde el producto que puede ser ingerido por vía oral está en forma de un producto de tabaco sin humo.
11. El método de la reivindicación 1, que adicionalmente comprende la etapa consistente en subdividir el material de azúcar enfriado de la etapa ii) en múltiples piezas, y en donde la etapa de combinación comprende mezclar el material de azúcar enfriado subdividido con uno o más ingredientes sensibles a la temperatura, y en particular en donde la etapa de subdivisión del material de azúcar enfriado comprende moler el material de azúcar enfriado para proporcionar un material en forma de partículas.

- 5 12. El método de la reivindicación 2, en donde el producto que puede ser ingerido por vía oral se forma combinando la mezcla íntima licuada que comprende el agente tampón sensible a la temperatura con una segunda composición no tamponada que comprende un material de azúcar para formar un producto multiestratificado, y en particular en donde la mezcla íntima y la segunda composición no tamponada se combinan en forma licuada y después se enfrían para formar el producto multiestratificado, y en particular en donde tanto la mezcla íntima que comprende el agente tampón sensible a la temperatura como la segunda composición no tamponada del producto multiestratificado están expuestas sobre la superficie del producto.
- 10 13. El método de la reivindicación 12, en donde la mezcla íntima que comprende el agente tampón sensible a la temperatura o la segunda composición no tamponada, o ambas, comprenden adicionalmente un ingrediente farmacéuticamente activo, o en donde la mezcla íntima que comprende el agente tampón sensible a la temperatura o la segunda composición no tamponada, o ambas, comprenden adicionalmente un material de tabaco.
- 15 14. Un producto que puede ser ingerido por vía oral, preparado de acuerdo con el método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2.
- 15 15. Un producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral de acuerdo con la reivindicación 14, que comprende a) una parte tamponada que comprende un primer material de azúcar y un agente tampón; y b) una parte no tamponada que comprende un segundo material de azúcar, que puede ser igual o diferente al primer material de azúcar.
- 20 16. El producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral de la reivindicación 15, en donde la parte tamponada está completamente encapsulada por la parte no tamponada, o en donde tanto la parte tamponada como la parte no tamponada están expuestas sobre la superficie del producto, y/o en donde la parte no tamponada es transparente y la parte tamponada no es transparente, y/o en donde la parte tamponada está en forma de partículas dispersadas dentro de la parte no tamponada.
- 25 17. El producto cocido duro que puede ser ingerido por vía oral de la reivindicación 15, en donde la parte tamponada o la parte no tamponada, o ambas, comprenden un ingrediente farmacéuticamente activo o un material de tabaco, y en particular en donde el ingrediente farmacéuticamente activo es un compuesto nicotínico.

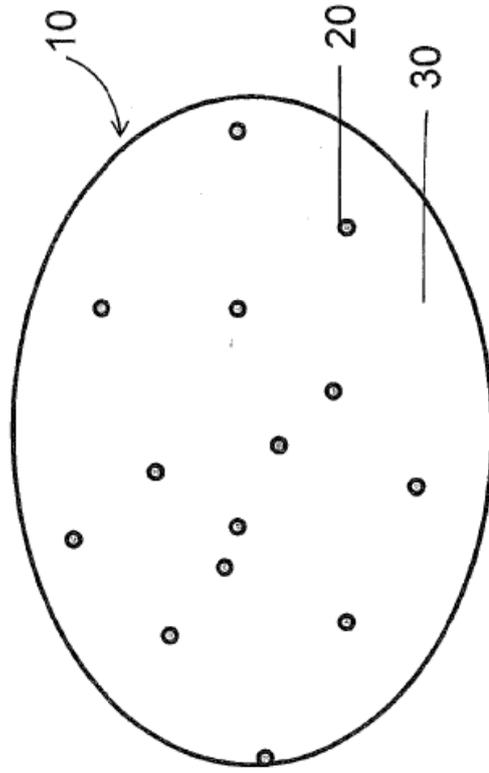


FIG. 1

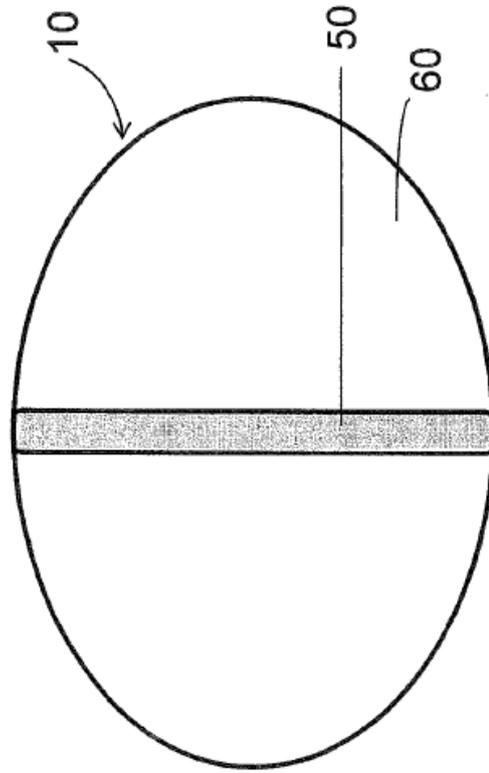


FIG. 2