

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 639 648**

51 Int. Cl.:

**A24B 15/30** (2006.01)

**A24B 15/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.01.2012 PCT/US2012/022895**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.08.2012 WO12103435**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.01.2012 E 12705530 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.07.2017 EP 2667735**

54 Título: **Composición de revestimiento obtenida del tabaco**

30 Prioridad:

**28.01.2011 US 201113015744**

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

**27.10.2017**

73 Titular/es:

**R. J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY (100.0%)  
401 North Main Street  
Winston-Salem, North Carolina, 27101-3804, US**

72 Inventor/es:

**DUBE, MICHAEL, FRANCIS y  
COLEMAN, III, WILLIAM, MONROE**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 639 648 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

Composición de revestimiento obtenida del tabaco

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere a productos hechos y obtenidos del tabaco, o que incluyen tabaco de otra manera, y destinados al consumo humano.

**Antecedentes de la invención**

El documento US 2002/162562 A1 se refiere a un producto de tabaco sin humo adecuado para el consumo humano, que comprende una pastilla sólida que tiene al menos un 50% en peso de tabaco en polvo, consistiendo dicho tabaco en polvo fundamentalmente en un extracto de tallos de tabaco.

10 Los artículos de fumar populares, tales como los cigarrillos, tienen una estructura sustancialmente en forma de barra cilíndrica e incluyen una carga, un rollo o una columna de material fumable tal como tabaco picado (por ejemplo en forma de relleno de corte normal) rodeado de una envoltura de papel, formando de este modo una, así llamada, "columna de tabaco". Normalmente, un cigarrillo tiene un elemento filtrante cilíndrico alineado en una relación de extremo a extremo con la columna de tabaco. Un elemento filtrante comprende típicamente estopa de acetato de celulosa plastificada circunscrita por un material de papel conocido como "papel de envolver el filtro". Algunos cigarrillos incluyen un elemento filtrante que tiene múltiples segmentos, y uno de estos segmentos puede comprender partículas de carbón activado. El elemento filtrante se une típicamente a un extremo de la columna de tabaco utilizando un material de envolver circunferente conocido como "papel boquilla". También se ha hecho deseable perforar el material de boquilla y el papel de envolver el filtro con el fin de facilitar una dilución con aire ambiente del humo de la corriente principal aspirada. Un fumador utiliza un cigarrillo encendiendo un extremo del mismo y quemando la columna de tabaco. El fumador recibe entonces el humo de la corriente principal en su boca aspirando por el extremo opuesto (por ejemplo el extremo del filtro) del cigarrillo.

25 El tabaco usado para la fabricación de cigarrillos se utiliza típicamente en formas mezcladas. Por ejemplo, algunas mezclas de tabaco populares, denominadas comúnmente "mezclas americanas", comprenden mezclas de tabaco curado en atmósfera artificial, tabaco burley y tabaco oriental y, en muchos casos, ciertos tabacos procesados, tales como tabaco reconstituido y tallos de tabaco procesados. La cantidad exacta de cada tipo de tabaco dentro de una mezcla de tabaco utilizada para la fabricación de una marca de cigarrillos en particular varía de una marca a otra. Sin embargo, para muchas mezclas de tabaco, el tabaco curado en atmósfera artificial constituye una proporción relativamente grande de la mezcla, mientras que el tabaco oriental constituye una proporción relativamente pequeña de la mezcla. Véase, por ejemplo, *Tobacco Encyclopedia*, Voges (ed.) p. 44-45 (1984), Browne, *The Design of Cigarettes*, 3ª ed., p. 43 (1990) y *Tobacco Production, Chemistry and Technology*, Davis et al. (eds.) p. 346 (1999).

35 El tabaco también puede disfrutarse en una forma, así llamada, "sin humo". Los productos de tabaco sin humo particularmente populares se emplean introduciendo alguna forma de tabaco procesado o formulación con contenido en tabaco en la boca del usuario. Véanse, por ejemplo, los tipos de formulaciones, ingredientes y metodologías de procesamiento de tabaco sin humo expuestos en las patentes de los EE. UU. n.ºs 1,376,586 a Schwartz; 3,696,917 a Levi; 4,513,756 a Pittman et al.; 4,528,993 a Sensabaugh, Jr. et al.; 4,624,269 a Story et al.; 4,991,599 a Tibbetts; 4,987,907 a Townsend; 5,092,352 a Sprinkle, III et al.; 5,387,416 a White et al.; 6,668,839 a Williams; 6,834,654 a Williams; 6,953,040 a Atchley et al.; 7,032,601 a Atchley et al.; y 7,694,686 a Atchley et al.; las patentes de los EE. UU. n.ºs pub. 2004/0020503 a Williams; 2005/0115580 a Quinter et al.; 2005/0244521 a Strickland et al.; 40 2006/0191548 a Strickland et al.; 2007/0062549 a Holton, Jr. et al.; 2007/0186941 a Holton, Jr. et al.; 2007/0186942 a Strickland et al.; 2008/0029110 a Dube et al.; 2008/0029116 a Robinson et al.; 2008/0029117 a Mua et al.; 2008/0173317 a Robinson et al.; 2008/0196730 a Engstrom et al.; 2008/0209586 a Neilsen et al.; 2008/0305216 a Crawford et al.; 2009/0065013 a Essen et al.; 2009/0293889 a Kumar et al.; y 2010/0291245 a Gao et al.; PCT WO 04/095959 a Arnarp et al. y WO 2010/132444 A2 a Atchley; y la solicitud de patente de EE. UU. n.º de serie 45 12/638,394, presentada el 15 de diciembre de 2009, a Mua et al.

A lo largo de los años se han propuesto diversos métodos de tratamiento y aditivos para modificar el carácter global o la naturaleza de los materiales de tabaco utilizados en los productos de tabaco. Por ejemplo, se han utilizado aditivos o procesos de tratamiento con el fin de modificar la química o las propiedades sensoriales del material de tabaco o, en el caso de los materiales de tabaco fumables, para modificar la química o las propiedades sensoriales del humo de la corriente principal generado por artículos de fumar que incluyen el material de tabaco. Los atributos sensoriales del humo de los cigarrillos pueden mejorarse incorporando materiales saboreantes a diversos componentes de un cigarrillo. Entre los aditivos saboreantes ejemplares se incluyen el mentol y productos de reacciones Maillard, tales como pirazinas, aminoazúcares, y compuestos de Amadori. Las mezclas de tabaco para cigarrillos americanas contienen típicamente una composición de revestimiento que incluye ingredientes saboreantes, tales como regaliz o cacao en polvo, y una fuente de azúcar tal como jarabe de maíz de alta fructosa. Véanse también Leffingwell et al., *Tobacco Flavoring for Smoking Products*, R.J. Reynolds Tobacco Company (1972). En las patentes de los EE. UU. n.ºs 3,424,171 a Rooker; 3,476,118 a Luttich; 4,150,677 a Osborne, Jr. et al.; 4,986,286 a Roberts et al.; 5,074,319 a White et al.; 5,099,862 a White et al.; 5,235,992 a Sensabaugh, Jr.;

5,301,694 a Raymond et al.; 6,298,858 a Coleman, III et al.; 6,325,860 a Coleman, III et al.; 6,428,624 a Coleman, III et al.; 6,440,223 a Dube et al.; 6,499,489 a Coleman, III; y 6,591,841 a White et al.; las solicitudes de patente de los EE. UU. n<sup>os</sup> pub. 2004/0173228 a Coleman, III y 2010/0037903 a Coleman, III et al., se exponen diversos procesos para preparar composiciones de sabor pleno y aromáticas para el uso en composiciones de tabaco.

5 Los atributos sensoriales del tabaco sin humo también pueden mejorarse mediante la incorporación de ciertos materiales saboreantes. Véanse, por ejemplo, las solicitudes de patente de los EE. UU. n<sup>os</sup> pub. 2002/0162562 a Williams; 2002/0162563 a Williams; 2003/0070687 a Atchley et al.; 2004/0020503 a Williams, 2005/0178398 a Breslin et al.; 2006/0191548 a Strickland et al.; 2007/0062549 a Holton, Jr. et al.; 2007/0186941 a Holton, Jr. et al.; 2007/0186942 a Strickland et al.; 2008/0029110 a Dube et al.; 2008/0029116 a Robinson et al.; 2008/0029117 a Mua et al.; 2008/0173317 a Robinson et al.; y 2008/0209586 a Neilsen et al.

10 Sería deseable proporcionar composiciones y métodos adicionales para modificar el carácter y la naturaleza del tabaco (y de las composiciones y formulaciones de tabaco) útiles en la fabricación de artículos de fumar y/o productos de tabaco sin humo. Específicamente, sería deseable desarrollar composiciones y métodos para modificar el carácter y la naturaleza de las composiciones y formulaciones de tabaco utilizando materiales de sabor pleno obtenidos del tabaco.

### 15 **Compendio de la invención**

La presente invención proporciona una composición de sabor pleno aislada de la especie *Nicotiana* (es decir una composición obtenida del tabaco) según la reivindicación 1, útil para la incorporación a composiciones de tabaco utilizadas en diversos productos de tabaco, tales como artículos de fumar y productos de tabaco sin humo. La invención también proporciona métodos para aislar componentes de la especie *Nicotiana* (es decir materiales de tabaco), métodos para procesar estos componentes, y materiales de tabaco que incluyen estos componentes según la reivindicación 8. En particular, la invención proporciona polvos obtenidos del tabaco que pueden utilizarse como composiciones de tabaco de sabor pleno y métodos para aislar y formar tales polvos. Los polvos obtenidos del tabaco pueden aislarse, por ejemplo, moliendo y secando al menos una parte de una planta de tabaco (por ejemplo hojas, peciolo, raíces o tallos) y depurando el polvo resultante con el fin de aislar los componentes de sabor pleno deseados del material de tabaco.

En un aspecto, la invención proporciona una composición de tabaco de sabor pleno para el uso en un producto de tabaco en forma de un extracto obtenido del peciolo o la raíz de una planta de la especie *Nicotiana* según la reivindicación 1. El extracto puede presentarse en diversas formas, tales como en forma líquida o en polvo. En algunas realizaciones, el extracto está contenido dentro de una formulación de revestimiento o una formulación de tratamiento superior adaptada para la aplicación a un material de tabaco.

La composición de tabaco comprende un extracto obtenido del peciolo de una planta de la especie *Nicotiana* o un extracto obtenido de la raíz de una planta de la especie *Nicotiana*. En algunas realizaciones, la composición puede contener tanto material obtenido del peciolo como material obtenido de la raíz de una planta de la especie *Nicotiana*.

35 Los componentes del extracto pueden variar. El extracto comprende uno o más compuestos seleccionados del grupo que consiste en vainillina y siringaldehído.

En otro aspecto de la presente invención se proporciona un producto de tabaco que comprende una composición de tabaco de sabor pleno en forma de un extracto obtenido del peciolo o la raíz de una planta de la especie *Nicotiana* según la reivindicación 5.

40 En ciertas realizaciones, el producto de tabaco comprende además un material de tabaco o un material vegetal distinto del tabaco como soporte para el extracto. El producto de tabaco puede presentarse, por ejemplo, en forma de una composición de tabaco sin humo. En algunas realizaciones, la composición de tabaco sin humo puede presentarse en forma de rapé húmedo, rapé seco, tabaco de mascar, chicles con contenido en tabaco, o productos de tabaco solubles o fusibles. El producto de tabaco puede presentarse, por ejemplo, en forma de un artículo de fumar. En algunas realizaciones, el artículo de fumar comprende una formulación de revestimiento o un tratamiento superior que comprende el extracto. El producto de tabaco puede presentarse, por ejemplo, en forma de un dispositivo atomizador configurado para una no combustión del material vegetal.

El producto de tabaco puede comprender un extracto obtenido del peciolo de una planta de la especie *Nicotiana* o un extracto obtenido de la raíz de una planta de la especie *Nicotiana*. En algunas realizaciones, la composición puede comprender tanto material obtenido del peciolo como material obtenido de la raíz de una planta de la especie *Nicotiana*.

En otro aspecto de la presente invención se proporciona un método según la reivindicación 8 para preparar una composición de sabor pleno a partir del peciolo o las raíces de una planta de la especie *Nicotiana*, que comprende:

55 i) recibir un material de tabaco particulado que comprende el material de peciolo y/o el material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana*;

ii) extraer componentes solubles en agua del material de tabaco particulado para formar un extracto acuoso; y

iii) concentrar el extracto acuoso para proporcionar una composición de tabaco de sabor pleno adecuada para el uso en un producto de tabaco.

5 En algunas realizaciones, el material de tabaco particulado empleado en el método comprende material de peciolo de tabaco o material de raíz de tabaco separados del resto de la planta de tabaco. En algunas realizaciones, el material de tabaco particulado recibido se forma moliendo material de peciolo y/o material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana* para formar un material particulado. La etapa de extracción comprende poner el peciolo o raíces en contacto con un disolvente acuoso para formar un material de tabaco húmedo, calentar el material de tabaco húmedo a una temperatura elevada y separar el extracto acuoso de una parte insoluble del material de tabaco húmedo.

10 La etapa de extracción puede llevarse a cabo a cualquier temperatura y presión. En ciertas realizaciones, la etapa de extracción se lleva a cabo a una presión mayor que la presión atmosférica. En ciertas realizaciones, la etapa de extracción comprende filtrar el extracto acuoso para eliminar componentes sólidos insolubles del material de tabaco particulado. Por ejemplo, la filtración puede comprender exponer el componente acuoso a una membrana de ultrafiltración. En ciertas realizaciones, la etapa de concentración comprende calentar el extracto acuoso.

15 En algunas realizaciones, el método comprende además añadir el extracto acuoso a un material de tabaco o a un material vegetal distinto del tabaco como soporte para el extracto acuoso. El material de tabaco o el material vegetal distinto del tabaco puede, en ciertas realizaciones, ser incorporado a un producto de tabaco. El producto de tabaco puede presentarse, por ejemplo, en forma de una composición de tabaco sin humo. La forma de la composición de tabaco sin humo puede variar; por ejemplo, la forma puede seleccionarse del grupo que consiste en rapé húmedo, rapé seco, tabaco de mascar, chicles con contenido en tabaco, y productos de tabaco solubles o fusibles. El producto de tabaco puede presentarse, por ejemplo, en forma de un artículo de fumar. En algunas realizaciones, el artículo de fumar comprende una formulación de revestimiento o un tratamiento superior que comprende el extracto.

20 Se describe además un método para preparar una composición de sabor pleno a partir del peciolo o de raíces de una planta de la especie *Nicotiana*, que comprende:

i) recibir un material de tabaco particulado que comprende al menos aproximadamente un 90 por ciento en peso en seco del material de peciolo y/o del material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana*;

ii) mezclar un disolvente acuoso con el material de tabaco particulado para formar un material de tabaco húmedo;

30 iii) calentar el material de tabaco húmedo hasta una temperatura elevada para extraer componentes de sabor pleno del mismo;

iv) separar una parte insoluble en agua del material de tabaco húmedo para formar un extracto acuoso aislado; y

v) concentrar el extracto acuoso para proporcionar una composición de tabaco de sabor pleno adecuada para el uso en un producto de tabaco.

35 Las condiciones utilizadas para las diversas etapas en este método pueden variar. En ciertas realizaciones, la etapa de concentración comprende evaporar suficiente disolvente acuoso para formar un material sólido adecuado para la incorporación a un producto de tabaco en forma de polvo. En algunas realizaciones, el material de tabaco particulado recibido se forma moliendo el material de peciolo y/o el material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana* para formar un material particulado. En algunas realizaciones, el material de tabaco húmedo se presenta en forma de una suspensión. En algunas realizaciones, la etapa de calentamiento se lleva a cabo a una temperatura de al menos aproximadamente 50 °C. En algunas realizaciones, la etapa de separación comprende filtración y/o centrifugación.

#### Breve descripción de los dibujos

45 Con el fin de facilitar la comprensión de algunas realizaciones de la invención, se hace referencia a los dibujos adjuntos, que no están necesariamente dibujados a escala y en los que los números de referencia se refieren a componentes de realizaciones ejemplares de la invención. Los dibujos se ofrecen sólo a modo de ejemplo y no debe interpretarse que limitan la invención.

La FIGURA 1 es un despiece en perspectiva de un artículo de fumar que tiene la forma de un cigarrillo, que muestra el material fumable, los componentes de material de envoltura, y el elemento de filtro del cigarrillo; y

50 la FIGURA 2 es una vista en sección transversal de una realización de producto de tabaco sin humo, efectuada a través de la anchura del producto, que muestra una bolsita exterior llena de una composición de tabaco sin humo de la invención.

### Descripción detallada de las realizaciones preferidas

- A continuación se describirá la presente invención más detalladamente. Sin embargo, esta invención puede realizarse de muchas maneras diferentes y no debería interpretarse como limitada a las realizaciones expuestas en la presente memoria; más bien, estas realizaciones se proporcionan para que esta descripción sea minuciosa y completa y transmitirán por completo el alcance de la invención a los expertos en la técnica. Tal y como se utilizan en esta especificación y las reivindicaciones, las formas singulares “un”, “una”, “el” y “la” incluyen referentes plurales a no ser que el contexto imponga claramente otra cosa. La referencia a “porcentaje en peso en seco” o “base de peso en seco” se refiere al peso tomando como base los ingredientes secos (es decir todos los ingredientes excepto el agua).
- 5 La presente invención proporciona un extracto de sabor pleno obtenido de una planta de la especie *Nicotiana* o de una parte o un componente de la misma, tal como los peciolos y/o las raíces de la planta. El extracto puede presentarse en diversas formas, incluyendo una forma en polvo. El polvo proporciona un material obtenido del tabaco que puede utilizarse como una composición de tabaco de sabor pleno en diversos productos de tabaco. En una realización, los materiales en polvo obtenidos del tabaco de la invención se utilizan como sustitutos de ciertos saboreantes distintos del tabaco utilizados comúnmente en los cigarrillos, tales como cacao en polvo y/o regaliz en polvo. Tal y como se utiliza en la presente memoria, un “polvo obtenido del tabaco” se refiere a un material en forma de polvo obtenido o derivado de una planta de la especie *Nicotiana*, en particular los peciolos y/o las raíces de la planta.
- 10 La preparación de un polvo según la presente invención comprende cosechar una planta de la especie *Nicotiana* y, en ciertas realizaciones, separar ciertos componentes de la planta tales como los peciolos y/o las raíces y procesar físicamente estos componentes.
- 15 Los peciolos y/o las raíces de tabaco pueden separarse en piezas individuales (por ejemplo raíces separadas de peciolos, y/o partes de la raíz separadas unas de otras, tales como partes de raíz de gran tamaño, de mediano tamaño y de pequeño tamaño) o los peciolos y las raíces pueden combinarse. Con “pecíolo” quiere decirse el pecíolo que queda después de haber eliminado la hoja (incluyendo el tallo y el limbo). “Raíz” y diversas partes específicas de la raíz útiles según la presente invención pueden definirse y clasificarse como se describe, por ejemplo, en Mauseth, Botany: An Introduction to Plant Biology: Fourth Edition, Jones and Bartlett Publishers (2009) y Glimn-Lacy et al., Botany Illustrated, Second Edition, Springer (2006), que se incorporan a la presente memoria por referencia. Típicamente, los peciolos cosechados y/o las raíces cosechadas se limpian, se muelen y se secan para producir un material que puede describirse como particulado (es decir triturado, pulverizado, molido, granulado o pulverizado).
- 20 Aunque el material particulado puede comprender material de cualquier parte de una planta de la especie *Nicotiana*, la mayoría del material comprende material obtenido de los peciolos y/o de las raíces de la planta. El material particulado comprende al menos un 90%, al menos aproximadamente un 92%, al menos aproximadamente un 95% o al menos aproximadamente un 97% en peso en seco del material de pecíolo y/o del material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana*.
- 25 La etapa de procesamiento físico comprende preferiblemente triturar, moler y/o pulverizar peciolos y/o raíces de una planta de *Nicotiana* para obtener una forma particulada utilizando equipo y técnicas para moler, desmenuzar u operaciones similares. En ciertas realizaciones preferidas, los peciolos y/o las raíces se secan antes de la etapa de procesamiento físico y así tienen una forma relativamente seca durante la molienda o el desmenuzamiento. Por ejemplo, los peciolos y/o las raíces pueden molerse o desmenuzarse cuando su contenido de humedad sea menor que aproximadamente un 15 por ciento en peso o menor que aproximadamente un 5 por ciento en peso. En tales realizaciones pueden utilizarse equipos tales como molinos de martillo, cabezas cortantes, molinos de control de aire o similares.
- 30 La manera en que los peciolos y/o las raíces se proporcionan en tal forma puede variar. Por ejemplo, el material obtenido de los peciolos de la planta de *Nicotiana* puede aislarse y tratarse por separado del material obtenido de las raíces de la planta de *Nicotiana*. El material procedente de diversas partes de los peciolos y/o de las raíces puede aislarse y tratarse por separado (por ejemplo el material obtenido de diferentes partes de la raíz puede mantenerse separado durante todo el procesamiento). En algunas realizaciones, el material procedente de diferentes partes de la planta de *Nicotiana* puede combinarse y procesarse junto, formando de este modo un único polvo homogéneo. En algunas realizaciones, el material procedente de diferentes partes de la planta de *Nicotiana* se aísla y se trata por separado y se combina en alguna fase del procesamiento para obtener un único producto en polvo.
- 35 El material particulado proporcionado a continuación de la trituración, la molienda y/o la pulverización de peciolos y/o raíces de *Nicotiana* puede tener cualquier tamaño de grano. El material particulado puede ser tal que las partes o los trozos del mismo tengan un tamaño medio de partícula entre aproximadamente 25 micrómetros y aproximadamente 5 mm. En algunas realizaciones, el tamaño medio de partícula del material particulado es menor o igual que aproximadamente 5 mm, menor o igual que aproximadamente 2 mm, menor o igual que aproximadamente 1 mm, menor o igual que aproximadamente 500 micrómetros o menor o igual que aproximadamente 100 micrómetros.

El material particulado o en polvo se trata con agua para extraer un componente soluble acuoso del polvo del mismo. El material particulado o en polvo se combina con agua para formar un material acuoso húmedo (por ejemplo en forma de una suspensión) y el material resultante típicamente se calienta para efectuar la extracción de diversos compuestos. El agua utilizada para formar el material húmedo puede ser agua pura (por ejemplo agua corriente o agua desionizada) o una mezcla de agua con cosolventes adecuados, tales como ciertos alcoholes. En ciertas realizaciones, la cantidad de agua añadida para formar el material húmedo puede ser de al menos aproximadamente un 50 por ciento en peso, o de al menos aproximadamente un 60 por ciento en peso, o de al menos aproximadamente un 70 por ciento en peso, referido al peso total del material húmedo. En algunos casos, la cantidad de agua puede describirse como de al menos aproximadamente un 80 por ciento en peso o de al menos aproximadamente un 90 por ciento en peso.

El calentamiento del material húmedo puede llevarse a cabo a diversas temperaturas y presiones. En ciertas realizaciones, el material húmedo se calienta hasta temperaturas elevadas (por ejemplo por encima de la temperatura ambiente) para efectuar la extracción de componentes en el material particulado. Por ejemplo, el material húmedo puede calentarse hasta una temperatura mayor que aproximadamente 50 °C, mayor que aproximadamente 60 °C, mayor que aproximadamente 70 °C, mayor que aproximadamente 80 °C, mayor que aproximadamente 90 °C, mayor que aproximadamente 100 °C, mayor que aproximadamente 125 °C, mayor que aproximadamente 150 °C, mayor que aproximadamente 175 °C o mayor que aproximadamente 200 °C. En ciertas realizaciones, la presión y la temperatura se ajustan de tal manera que la temperatura del material húmedo sea elevada en comparación con el punto de ebullición del agua a presión atmosférica. En otras palabras, en algunas realizaciones es ventajoso calentar el material húmedo bajo presión de manera que la temperatura del material durante el calentamiento sobrepase el punto de ebullición del agua a presión atmosférica (es decir que sobrepase aproximadamente los 100 °C). Un experto en la técnica sabrá que el punto de ebullición de un líquido está relacionado con su presión y, por lo tanto, podrá ajustar la presión y la temperatura en consecuencia para provocar la ebullición del material húmedo.

El calentamiento se lleva a cabo típicamente en un entorno presurizado y regulado por presión, aunque puede utilizarse presión atmosférica en un tanque ventilado sin apartarse de la invención.

Tal entorno presurizado se proporciona, por ejemplo, encerrando la mezcla de reacción acuosa en un recipiente hermético o en una cámara hermética. Entre los ejemplos de recipientes que proporcionan un entorno regulado por presión se incluyen un autoclave de alta presión de Berghof/america Inc. de Concord, Calif., y Parr Reactor Model Nos. 4522 y 4552 obtenibles de The Parr Instrument Co. y descritos en la patente de los EE. UU. n° 4,882,128 a Hukvari et al., así como los recipientes a presión CEM Corporation Model XP-1500 y HP-500. El funcionamiento de tales recipientes ejemplares será evidente para el trabajador cualificado. Véase, por ejemplo, la patente de EE. UU. n° 6,048,404 a White. Las presiones típicas experimentadas por la mezcla de reacción acuosa durante el proceso de calentamiento oscilan con frecuencia entre aproximadamente 68.947,57 Pa (10 psig) y aproximadamente 6.894.757,28 Pa (1.000 psig), normalmente entre aproximadamente 137.895,14 Pa (20 psig) y aproximadamente 3.447.378,64 Pa (500 psig). Los recipientes a presión preferidos están equipados con una fuente de calentamiento externa y pueden estar equipados también con medios para la agitación, tales como una rueda de paletas. En otras realizaciones, el proceso de tratamiento térmico se lleva a cabo utilizando un recipiente cerrado colocado en un horno de microondas, un horno de convección, o calentado mediante calentamiento por infrarrojos.

El aire atmosférico, o la atmósfera ambiental, es la atmósfera preferida para llevar a cabo la presente invención. Sin embargo, el tratamiento térmico de la composición acuosa puede tener lugar también en una atmósfera controlada, tal como una atmósfera en general inerte. Pueden utilizarse gases tales como el nitrógeno, el argón y el dióxido de carbono. Como alternativa, un gas de hidrocarburo (por ejemplo metano, etano o butano) o un gas de fluorocarburo puede proporcionar también al menos una parte de una atmósfera controlada en ciertas realizaciones, dependiendo de la elección de las condiciones de tratamiento y los productos de reacción deseados. La materia particulada puede ponerse en contacto con agua durante cualquier periodo de tiempo para efectuar la extracción de compuestos de la misma. La cantidad de tiempo necesaria para efectuar una extracción sustancial depende parcialmente de la temperatura y la presión a las que se lleva a cabo la extracción. Por ejemplo, en algunas realizaciones, el calentamiento del material húmedo hasta una temperatura elevada y/o la presurización del material húmedo aumentan la velocidad de extracción. El intervalo de tiempo para el proceso de extracción acuosa es típicamente de al menos aproximadamente 30 minutos (por ejemplo al menos aproximadamente 1 hora o al menos aproximadamente 2 horas) y típicamente menor que aproximadamente 24 horas (por ejemplo menor que aproximadamente 12 horas o menor que aproximadamente 8 horas), aunque podrían utilizarse otros periodos de tiempo sin apartarse de la invención.

El extracto así producido puede comprender cierto nivel de material sólido (insoluble) arrastrado en el líquido. Por consiguiente, "extracto" se utiliza con el significado del material obtenido al poner en contacto los peciolos y/o las raíces con agua y puede comprender tanto componentes solubles disueltos en la misma como componentes sólidos dispersados. A continuación del proceso de extracción, típicamente el componente líquido extraído se filtra para eliminar al menos algunos de los sólidos. En otras palabras, se elimina parte del material en polvo insoluble en el disolvente acuoso o todo el material en polvo insoluble en el disolvente acuoso. El proceso de filtración puede comprender hacer pasar el líquido a través de uno o más filtros de tela metálica para eliminar tamaños seleccionados de materia particulada. Los filtros de tela metálica pueden ser, por ejemplo, estacionarios, vibratorios,

rotatorios o cualquier combinación de los mismos. Los filtros pueden ser, por ejemplo, filtros prensa o filtros de presión. En algunas realizaciones, el método de filtración utilizado puede implicar microfiltración, ultrafiltración y/o nanofiltración. Para lograr una filtración eficaz puede emplearse un coadyuvante de filtración, que puede comprender cualquier material utilizado típicamente para este fin. Por ejemplo, entre algunos coadyuvantes de filtración comunes se incluyen fibras de celulosa, perlita, bentonita, tierra de diatomeas, y otros materiales silíceos. Para eliminar componentes sólidos pueden utilizarse también métodos alternativos, por ejemplo centrifugación o decantación/sedimentación de los componentes y sifonaje del líquido.

En una realización, el proceso de la invención implica procesar el líquido extraído utilizando una técnica de ultrafiltración. En el procesamiento por ultrafiltración, el líquido extraído se expone a una membrana que tiene un tamaño de poro capaz de excluir componentes de bajo peso molecular, típicamente en una disposición de flujo transversal. El tamaño de poro de las membranas utilizadas típicamente en la ultrafiltración puede variar, pero por lo general está dentro de un intervalo desde aproximadamente 0,1 hasta aproximadamente 0,001 micrómetros. Las membranas de ultrafiltración pueden caracterizarse también por su límite de peso molecular nominal (*nominal molecular weight limit* (NMWL)), que es una aproximación del límite superior del peso molecular de especies capaces de pasar a través de la membrana. Para los fines de la presente invención, el NMWL está típicamente entre aproximadamente 5.000 Da y aproximadamente 75.000 Da. En una realización, el proceso de ultrafiltración implica hacer pasar el líquido extraído a través de múltiples fases de ultrafiltración con diferentes valores nominales de NMWL. Por ejemplo, el proceso podría implicar procesar en primer lugar el líquido extraído utilizando una membrana de ultrafiltración de 50.000 Da y después procesar el líquido utilizando una membrana de ultrafiltración de 5.000 Da. Aunque pueden utilizarse diversos tipos de membranas de ultrafiltración, una membrana de fibra hueca basada en celulosa es una elección ventajosa. Tales membranas pueden obtenerse comercialmente de Koch Membrane Systems, Inc. El uso de técnicas de ultrafiltración se explica, por ejemplo, en la patente de los EE. UU. n° 4,941,484 a Clapp et al., que se incorpora a la presente memoria por referencia.

A continuación de la extracción y/o filtración, el líquido puede seguir procesándose, si se desea. Por ejemplo, el líquido puede procesarse en una manera adaptada para concentrar los componentes disueltos o dispersados del líquido eliminando al menos una parte del disolvente (por ejemplo agua). La etapa de concentración elimina agua del líquido acuoso extraído, lo que proporciona un polvo que tiene una concentración aumentada de diversos compuestos.

Pueden utilizarse diversos métodos para eliminar el disolvente, tales como un tratamiento térmico para evaporar el disolvente, una eliminación en vacío del disolvente, un tratamiento por membrana de osmosis inversa, un secado por pulverización o una liofilización. En ciertas realizaciones, el líquido puede calentarse a una presión distinta de la atmosférica, tal como bajo un vacío parcial (reduciendo de este modo la temperatura necesaria para llevar a ebullición el líquido acuoso) o a una presión aumentada por encima de la presión atmosférica (aumentando de este modo la temperatura necesaria para llevar a ebullición el líquido acuoso). En una realización la eliminación del disolvente se efectúa mediante una evaporación lenta a temperatura elevada, tal como una temperatura de al menos aproximadamente 60 °C o al menos aproximadamente 80 °C.

El sólido resultante se proporciona típicamente en forma de polvo. El polvo puede tener cualquier tamaño de grano o de partícula. Por ejemplo, el polvo puede ser tal que las partes o los fragmentos del mismo tengan un tamaño medio de partícula desde aproximadamente 25 micrómetros hasta aproximadamente 500 micrómetros. En una realización, el tamaño medio de las partículas va desde aproximadamente 50 micrómetros hasta aproximadamente 150 micrómetros. En ciertas realizaciones, el polvo puede caracterizarse por tener, por ejemplo, un tamaño medio de partícula de menos de aproximadamente 500 micrómetros, menos de aproximadamente 250 micrómetros, menos de aproximadamente 150 micrómetros o menos de aproximadamente 100 micrómetros. El polvo puede utilizarse directamente o puede seguir procesándose. Por ejemplo, si se desea, el sólido puede someterse a procesos de separación adaptados para separar en fracciones aisladas diversos compuestos de sabor volátiles contenidos en el mismo. Por ejemplo, podrían utilizarse técnicas cromatográficas para separar uno o más compuestos de la mezcla presente en el polvo.

El rendimiento de polvo obtenido de los componentes vegetales puede variar. Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el rendimiento de material en polvo extraído obtenido es mayor que aproximadamente un 10%, mayor que aproximadamente un 15%, mayor que aproximadamente un 20 o mayor que aproximadamente un 25%, referido al peso del peciolo cosechado y/o la raíz cosechada. El rendimiento depende de varios factores. Por ejemplo, el rendimiento puede depender de la calidad de las plantas de tabaco. Las plantas/los componentes vegetales de baja calidad o las cosechadas/los cosechados muy pronto o muy tarde pueden comprender diferentes cantidades de componentes extraíbles. El rendimiento puede depender también de la eficacia de la extracción. La eficacia de la extracción se controla algo mediante el método de extracción y el equipo específico utilizado. El rendimiento puede variar también como resultado de las condiciones específicas utilizadas durante todo el proceso de producción de polvo.

La composición exacta del polvo producido según la presente invención puede variar. La composición puede depender, en parte, de si el polvo se prepara a partir de peciolos de *Nicotiana*, raíces de *Nicotiana* o una combinación de éstos. Los polvos preparados según la invención comprenden los compuestos de sabor pleno vainillina y siringaldehído resultantes de las reacciones de degradación de lignina que se producen durante la

preparación de los extractos, y/o pirazinas (por ejemplo pirazinas C2 y/o pirazinas C3) resultantes de reacciones Maillard entre compuestos de azúcar y fuentes de nitrógeno en el líquido. Entre otros compuestos que pueden estar presentes en polvos de la presente invención se incluyen ácido acético, dihidro-2-metil-3-furanona, acetato de furanetanol, furanmetanol, maltol, 3-hidroxipiridina, 5-metilfurfural, hexanal, pentilfurano, nonanal, decanal, mentol, ácido 3-metilpentanoico, 2-hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona, 3-hidroxipiridina y 2,6-dimetoxifenol. Los componentes de un polvo preparado según la presente invención pueden estar presentes en distintas cantidades, pero los componentes de sabor están típicamente presentes en un intervalo de microgramos.

Los polvos preparados únicamente a partir de material obtenido de peciolos de *Nicotiana* pueden presentar características diferentes a las de los polvos preparados únicamente a partir de material obtenido de raíces de *Nicotiana*. Igualmente, los polvos preparados a partir de material obtenido de ciertas partes de uno de estos componentes pueden presentar características diferentes a las del material obtenido de otras partes de este componente (por ejemplo, el polvo preparado a partir de material de raíz de mediano tamaño puede ser diferente del polvo preparado a partir de material de raíz de gran tamaño). Por ejemplo, en ciertas realizaciones, el polvo obtenido del peciolo de *Nicotiana* tiene un mayor contenido de compuestos volátiles que el polvo obtenido de la raíz de *Nicotiana*.

La selección de la planta de la especie *Nicotiana* utilizada en el proceso de la invención puede variar; y en particular los tipos de tabaco o tabacos pueden variar. El tipo de tabaco utilizado como fuente de peciolos y/o raíces de tabaco a partir de la cual se obtiene el polvo y como soporte para el polvo de la invención puede variar. Los tabacos que pueden emplearse incluyen tabacos curados en atmósfera artificial o tabacos Virginia (por ejemplo K326), tabacos burley, tabacos curados al sol (por ejemplo tabacos indios Kurnool y tabacos orientales, incluyendo Katerini, Prilep, Komotini, Xanthi y Yambol), tabacos Maryland, tabacos negros, tabacos negros tostados al fuego, tabacos negros curados al aire (por ejemplo tabacos Passanda, Cubano, Jatin y Bezuki), tabacos rubios curados al aire (por ejemplo tabacos North Wisconsin y Galpao), tabacos indios curados al aire, tabacos Red Russian y *Rustica*, así como otros diversos tabacos raros o especialidades. En *Tobacco Production, Chemistry and Technology*, Davis et al. (Eds.) (1999), que se incorpora a la presente memoria por referencia, se exponen descripciones de diversos tipos de tabaco, prácticas de cultivo y prácticas de recolección. En Goodspeed, *The Genus Nicotiana*, (Chonica Botanica) (1954); las patentes de los EE. UU. n<sup>os</sup> 4,660,577 a Sensabaugh, Jr. et al.; 5,387,416 a White et al. y 7,025,066 a Lawson et al.; las solicitudes de patente de los EE. UU. n<sup>os</sup> pub. 2006/0037623 a Lawrence, Jr. y 2008/0245377 a Marshall et al., todos los cuales se incorporan a la presente memoria por referencia, se exponen diversos tipos representativos de plantas de la especie *Nicotiana*.

La especie *Nicotiana* concreta del material utilizado en la invención también podría variar. Resultan particularmente interesantes *N. alata*, *N. arentsii*, *N. excelsior*, *N. forgetiana*, *N. glauca*, *N. glutinosa*, *N. gossei*, *N. kawakamii*, *N. knightiana*, *N. langsdorffi*, *N. otophora*, *N. setchelli*, *N. sylvestris*, *N. tomentosa*, *N. tomentosiformis*, *N. undulata* y *N. x sanderae*. También resultan interesantes *N. africana*, *N. amplexicaulis*, *N. benavidesii*, *N. bonariensis*, *N. debneyi*, *N. longiflora*, *N. maritima*, *N. megalosiphon*, *N. occidentalis*, *N. paniculata*, *N. plumbaginifolia*, *N. raimondii*, *N. rosulata*, *N. rustica*, *N. simulans*, *N. stocktonii*, *N. suaveolens*, *N. tabacum*, *N. umbratica*, *N. velutina* y *N. wigandioides*. Entre otras plantas de la especie *Nicotiana* se incluyen *N. acaulis*, *N. acuminata*, *N. attenuata*, *N. benthamiana*, *N. cavicola*, *N. clevelandii*, *N. cordifolia*, *N. corymbosa*, *N. fragrans*, *N. goodspeedii*, *N. linearis*, *N. miersii*, *N. nudicaulis*, *N. obtusifolia*, *N. occidentalis* subesp. *Hersperis*, *N. pauciflora*, *N. petunioides*, *N. quadrivalvis*, *N. repanda*, *N. rotundifolia*, *N. solanifolia* y *N. spegazzinii*. La especie *Nicotiana* puede obtenerse utilizando técnicas de modificación genética o de cruce (por ejemplo, las plantas de tabaco pueden someterse a ingeniería genética o cruzarse para aumentar o disminuir la producción de ciertos componentes o para cambiar de otra manera ciertas características o atributos). Véanse, por ejemplo, los tipos de modificaciones genéticas de plantas expuestos en las patentes de los EE. UU. n<sup>os</sup> 5,539,093 a Fitzmaurice et al.; 5,668,295 a Wahab et al.; 5,705,624 a Fitzmaurice et al.; 5,844,119 a Weigl; 6,730,832 a Dominguez et al.; 7,173,170 a Liu et al.; 7,208,659 a Colliver et al.; y 7,230,160 a Benning et al.; la solicitud de patente de los EE. UU. n<sup>o</sup> pub. 2006/0236434 a Conkling et al.; y PCT WO 2008/103935 a Nielsen et al.

Para la preparación de productos de tabaco sin humo y fumables, es típico someter las plantas de la especie *Nicotiana* cosechadas a un proceso de curado. En *Tobacco Production, Chemistry and Technology*, Davis et al. (Eds.) (1999) se exponen descripciones de diversos tipos de procesos de curado para diversos tipos de tabaco. En Nestor et al., *Beitrag Tabakforsch. Int.*, 20, 467-475 (2003) y en la patente de los EE. UU. n<sup>o</sup> 6,895,974 a Peele, que se incorporan a la presente memoria por referencia, se exponen técnicas y condiciones ejemplares para curar tabaco curado en atmósfera artificial. En Roton et al., *Beitrag Tabakforsch. Int.*, 21, 305-320 (2005) y Staaf et al., *Beitrag Tabakforsch. Int.*, 21, 321-330 (2005), que se incorporan a la presente memoria por referencia, se exponen técnicas y condiciones representativas para el curado al aire de tabaco. Ciertos tipos de tabaco pueden someterse a tipos alternativos de procesos de curado, tales como curado al fuego o curado al sol. Preferiblemente, los tabacos cosechados se curan y a continuación se envejecen.

El componente o los componentes vegetales de la especie *Nicotiana* puede o pueden emplearse en una forma joven. Es decir que la planta puede cosecharse antes de que la planta alcance una fase normalmente considerada como madura. Como tal, por ejemplo, la planta puede cosecharse cuando la planta de tabaco está brotando, está comenzando a formar hojas, está comenzando a florecer o una fase similar.

Los componentes vegetales de la especie *Nicotiana* pueden emplearse en una forma madura. Es decir que la planta puede cosecharse cuando la planta alcanza un punto que se considera tradicionalmente como maduro o demasiado maduro. Como tal, por ejemplo, a través del uso de técnicas de recolección de tabaco empleadas de manera convencional por los agricultores, pueden cosecharse plantas de tabaco oriental, pueden cosecharse plantas de tabaco burley o pueden cosecharse o prepararse por la posición del peciolo plantas de tabaco Virginia.

Tras la cosecha, la planta de la especie *Nicotiana*, o partes de la misma, puede, o pueden, utilizarse en una forma verde (por ejemplo, el tabaco puede utilizarse sin someterlo a ningún proceso de curado). Por ejemplo, el tabaco en forma verde puede congelarse, liofilizarse, someterse a irradiación, amarillarse, secarse, cocinarse (por ejemplo tostarse, freírse o hervirse) o someterse de otra manera a almacenamiento o tratamiento para un uso posterior. Tal tabaco puede también someterse a condiciones de envejecimiento.

Los polvos generados según el proceso de la invención resultan útiles como materiales de sabor pleno para composiciones de tabaco, en particular composiciones de tabaco incorporadas a artículos de fumar o a productos de tabaco sin humo. De acuerdo con la presente invención, un producto de tabaco incluye tabaco combinado con un polvo obtenido del tabaco según la invención. Es decir que una parte del producto de tabaco puede consistir en alguna forma de polvo preparado según la invención. La adición del polvo a una composición de tabaco puede mejorar una composición de tabaco de diversas maneras, dependiendo de la naturaleza del polvo generado y del tipo de la composición de tabaco. Algunas composiciones de polvo ejemplares pueden servir para proporcionar sabor y/o aroma a un producto de tabaco (por ejemplo, la composición puede modificar las características sensoriales de las composiciones de tabaco o del humo de tabaco obtenido de las mismas). Dado el aroma agradable de los materiales en polvo de la invención y el contenido confirmado de ciertos compuestos de sabor volátiles conocidos, en una realización el polvo se utiliza en el revestimiento de un cigarrillo para añadir sabor típicamente obtenido de uno o más de los componentes tradicionales de un revestimiento de cigarrillo, en particular componentes de sabor pleno tales como regaliz en polvo y/o cacao en polvo.

El polvo puede emplearse en diversas formas. El polvo puede utilizarse directamente, es decir en forma sólida. El polvo puede disolverse y/o dispersarse dentro de un disolvente y emplearse en una forma líquida y, como tal, el contenido de solubles de tabaco dentro del disolvente líquido puede controlarse mediante una concentración de la solución por medio de una eliminación de disolvente, una adición de disolvente para diluir la solución o un método similar.

El producto de tabaco al que se añaden los polvos de la invención puede variar y puede incluir cualquier producto configurado o adaptado para suministrar tabaco o algún componente del mismo al usuario del producto. Entre los productos de tabaco ejemplares se incluyen artículos de fumar (por ejemplo cigarrillos), productos de tabaco sin humo y dispositivos atomizadores que contienen un material de tabaco u otro material vegetal que no se quema durante el uso. La incorporación de los polvos de la invención a un producto de tabaco puede implicar el uso de un material de tabaco o de un material vegetal distinto del tabaco como soporte para el polvo, por ejemplo disolviendo el polvo y absorbiendo la solución en el tabaco o en otro material vegetal o asociando de otra manera el polvo con el material de soporte. Los tipos de tabaco que pueden servir de soporte para los polvos de la invención pueden variar y pueden incluir cualquiera de los tipos de tabaco tratados en la presente memoria, incluyendo diversos materiales de tabaco curado (por ejemplo tabacos curados en atmósfera artificial o tabacos curados al aire) o partes del mismo (por ejemplo limbos de tabaco o tallos de tabaco). La configuración física del material de tabaco al que se añade el polvo también puede variar y puede incluir materiales de tabaco en forma triturada o particulada o en forma de una lámina (por ejemplo láminas de tabaco reconstituidas) o en forma de la hoja completa.

En una realización, los polvos de la invención se utilizan como composición de tabaco de sabor pleno en la fabricación de artículos de fumar. Existen diversos métodos mediante los cuales los polvos pueden incorporarse a revestimientos y aplicarse a tabaco. Por ejemplo, los extractos pueden aplicarse a una composición de revestimiento por medio de una formulación líquida, que puede comprender componentes tanto solubles como dispersables. En cuanto a medios ejemplares mediante los cuales los extractos de la presente invención pueden incorporarse a revestimientos y aplicarse a tabaco, véanse, por ejemplo, las patentes de los EE. UU. n.ºs 3,419,015 a Wochnowski; 4,054,145 a Berndt et al.; 4,449,541 a Mays et al.; 4,819,668 a Shelar et al.; 4,850,749 a Sweeney; 4,887,619 a Burcham et al.; 5,022,416 a Watson; 5,103,842 a Strang et al.; 5,383,479 a Winterson et al.; y 5,711,320 a Martin y la patente del Reino Unido n.º 2075373 a Hauni, que se incorporan a la presente memoria por referencia.

En otras realizaciones, los polvos de la invención pueden incorporarse a artículos de fumar como un ingrediente de tratamiento superior o incorporarse a materiales de tabaco reconstituidos (por ejemplo utilizando los tipos de procesos de reconstitución de tabaco expuestos en general en las patentes de los EE. UU. n.ºs 5,143,097 a Sohn; 5,159,942 a Brinkley et al.; 5,598,868 a Jakob; 5,715,844 a Young; 5,724,998 a Gellatly; y 6,216,706 a Kumar, que se incorporan a la presente memoria por referencia). Además, los polvos de la invención pueden incorporarse a un filtro de cigarrillo (por ejemplo en el tapón de filtro, el papel de envolver el filtro o el papel boquilla) o incorporarse a un papel de envolver el cigarrillo, preferiblemente sobre la superficie interior, durante el proceso de fabricación del cigarrillo.

Remitiéndonos a la FIGURA 1, se muestra en la misma un artículo de fumar 10 que presenta la forma de un cigarrillo y tiene ciertos componentes representativos de un artículo de fumar que pueden contener el polvo de la

presente invención. El cigarrillo 10 incluye una columna 12, generalmente cilíndrica, de una carga o rollo de material de relleno fumable (por ejemplo, desde aproximadamente 0,3 hasta aproximadamente 1,0 g de material de relleno fumable tal como material de tabaco), contenida en un material de envolver circunferente 16. La columna 12 se denomina de manera convencional "columna de tabaco". Los extremos de la columna 12 de tabaco están abiertos para exponer el material de relleno fumable. El cigarrillo 10 mostrado tiene una faja 22 opcional (por ejemplo un recubrimiento impreso que incluye un agente filmógeno, tal como almidón, etilcelulosa o alginato de sodio) aplicada al material de envolver 16, y esta faja circunscribe la columna del cigarrillo en una dirección transversal al eje longitudinal del cigarrillo. La faja 22 puede imprimirse sobre la superficie interior del material de envolver (es decir que mira hacia el material de relleno fumable) o, menos preferiblemente, sobre la superficie exterior del material de envolver.

En un extremo de la columna 12 de tabaco se halla el extremo 18 de encendido, y en el extremo 20 de la boquilla está situado un elemento filtrante 26. El elemento filtrante 26, está colocado adyacente a un extremo de la columna 12 de tabaco, de tal manera que el elemento filtrante y la columna de tabaco están alineados axialmente en una relación de extremo a extremo, preferiblemente contiguos entre sí. El elemento filtrante 26 puede tener una forma en general cilíndrica y el diámetro del mismo puede ser básicamente igual al diámetro de la columna de tabaco. Los extremos del elemento filtrante 26 permiten el paso de aire y humo a través de los mismos. Un papel 28 de envolver el filtro envuelve el elemento filtrante, y un material de boquilla (no mostrado) envuelve el papel de envolver el filtro y una parte del material de envolver exterior 16 de la columna 12, sujetando de este modo la columna al elemento filtrante 26.

Puede preverse un artículo de fumar ventilado o con dilución de aire con un medio de dilución de aire opcional, tal como una serie de perforaciones 30, cada una de las cuales se extiende a través del material de boquilla y el papel de envolver el filtro. Las perforaciones 30 opcionales pueden practicarse mediante diversas técnicas conocidas por el experto medio en la técnica, tales como técnicas de perforación por láser. Como alternativa pueden utilizarse, así llamadas, técnicas de dilución de aire fuera de línea (por ejemplo, a través del uso de un papel poroso para envolver el filtro y un papel boquilla previamente perforado).

El polvo de la invención puede también incorporarse a dispositivos atomizadores que contengan material de tabaco (o alguna parte o componente del mismo) que no esté destinado a quemarse durante el uso. Entre las referencias ejemplares que describen artículos de fumar de un tipo que genera vapor con sabor, aerosol visible o una mezcla de vapor con sabor y aerosol visible se incluyen las patentes de los EE. UU. n<sup>os</sup> 3,258,015 a Ellis et al.; 3,356,094 a Ellis et al.; 3,516,417 a Moses; 4,347,855 a Lanzellotti et al.; 4,340,072 a Bolt et al.; 4,391,285 a Burnett et al.; 4,917,121 a Riehl et al.; 4,924,886 a Litzinger; y 5,060,676 a Hearn et al., todas las cuales se incorporan a la presente memoria por referencia. Muchos de estos tipos de artículos de fumar emplean una fuente de sustancia combustible que se quema para proporcionar un aerosol y/o para calentar un material formador de aerosol. Véanse, por ejemplo, las patentes de los EE. UU. n<sup>os</sup> 4,756,318 a Clearman et al.; 4,714,082 a Banerjee et al.; 4,771,795 a White et al.; 4,793,365 a Sensabaugh et al.; 4,917,128 a Clearman et al.; 4,961,438 a Korte; 4,966,171 a Serrano et al.; 4,969,476 a Bale et al.; 4,991,606 a Serrano et al.; 5,020,548 a Farrier et al.; 5,033,483 a Clearman et al.; 5,040,551 a Schlatter et al.; 5,050,621 a Creighton et al.; 5,065,776 a Lawson; 5,076,296 a Nystrom et al.; 5,076,297 a Farrier et al.; 5,099,861 a Clearman et al.; 5,105,835 a Drewett et al.; 5,105,837 a Barnes et al.; 5,115,820 a Hauser et al.; 5,148,821 a Best et al.; 5,159,940 a Hayward et al.; 5,178,167 a Riggs et al.; 5,183,062 a Clearman et al.; 5,211,684 a Shannon et al.; 5,240,014 a Deevi et al.; 5,240,016 a Nichols et al.; 5,345,955 a Clearman et al.; 5,551,451 a Riggs et al.; 5,595,577 a Bensalem et al.; 5,819,751 a Barnes et al.; 6,089,857 a Matsuura et al.; 6,095,152 a Beven et al.; 6,578,584 a Beven; y 6,730,832 a Dominguez; que se incorporan a la presente memoria por referencia. Además, ciertos tipos de cigarrillos que emplean elementos combustibles carbonosos han sido puestos a la venta comercialmente con los nombres de marca "Premier" y "Eclipse" por R. J. Reynolds Tobacco Company. Véanse, por ejemplo, los tipos de cigarrillos descritos en *Chemical and Biological Studies on New Cigarette Prototypes that Heat Instead of Burn Tobacco*, R. J. Reynolds Tobacco Company Monograph (1988) e *Inhalation Toxicology*, 12:5, p. 1-58 (2000). En la patente de los EE. UU. n<sup>o</sup> 7,726,320 a Robinson et al. y en las solicitudes de patente de los EE. UU. n<sup>os</sup> pub. 2006/0196518 y 2007/0267031, ambas a Hon, todas las cuales se incorporan a la presente memoria por referencia, se describen tipos de adición de dispositivos atomizadores.

El polvo de la invención puede incorporarse a productos de tabaco sin humo, tales como rapé húmedo suelto (por ejemplo *snus*), rapé seco suelto, tabaco de mascar, piezas de tabaco pelletizadas (por ejemplo con forma de píldoras, comprimidos, esferas, monedas, perlas, obloides o habas), tiras, piezas, barras, cilindros o palos de tabaco extrudidos o moldeados, polvos molidos finamente divididos, aglomerados finamente divididos o molidos de piezas y componentes pulverizados, piezas a modo de copos, piezas de tabaco procesadas moldeadas, piezas de chicle con contenido en tabaco, rollos de películas a modo de cinta, películas o tiras que pueden disolverse en agua o dispersarse en agua fácilmente (por ejemplo la solicitud de patente de los EE. UU. n<sup>o</sup> pub. 2006/0198873 a Chan et al.), o materiales a modo de cápsulas con una envuelta exterior (por ejemplo una envuelta exterior flexible o dura que puede ser de naturaleza transparente, incolora, traslúcida o de color intenso) y con una zona interior que tiene tabaco o sabor a tabaco (por ejemplo, un fluido newtoniano o un fluido tixotrópico que incluya alguna forma de tabaco). En las patentes de los EE. UU. n<sup>os</sup> 1,376,586 a Schwartz; 3,696,917 a Levi; 4,513,756 a Pittman et al.; 4,528,993 a Sensabaugh, Jr. et al.; 4,624,269 a Story et al.; 4,987,907 a Townsend; 5,092,352 a Sprinkle, III et al.; y 5,387,416 a White et al.; las solicitudes de patente de los EE. UU. n<sup>os</sup> pub. 2005/0244521 a Strickland et al. y 2008/0196730 a Engstrom et al.; PCT WO 04/095959 a Arnarp et al.; PCT WO 05/063060 a Atchley et al.; PCT WO

05/016036 a Bjorkholm; y PCT WO 05/041699 a Quinter et al., todas las cuales se incorporan a la presente memoria por referencia, se exponen diversos tipos de productos de tabaco sin humo. Véanse también los tipos de formulaciones, ingredientes y metodologías de procesamiento de tabaco sin humo expuestos en las patentes de los EE. UU. n<sup>os</sup> 6,953,040 a Atchley et al. y 7,032,601 a Atchley et al.; las solicitudes de patente de los EE. UU. n<sup>os</sup> pub. 2002/0162562 a Williams; 2002/0162563 a Williams; 2003/0070687 a Atchley et al.; 2004/0020503 a Williams; 2005/0178398 a Breslin et al.; 2006/0191548 a Strickland et al.; 2007/0062549 a Holton, Jr. et al.; 2007/0186941 a Holton, Jr. et al.; 2007/0186942 a Strickland et al.; 2008/0029110 a Dube et al.; 2008/0029116 a Robinson et al.; 2008/0029117 a Mua et al.; 2008/0173317 a Robinson et al.; 2008/0209586 a Neilsen et al.; 2010/0018541 a Gerardi et al.; 2010/0018540 a Doolittle et al.; y 2010/0116281 a Marshall et al., todas las cuales se incorporan a la presente memoria por referencia.

Remitiéndonos a la FIGURA 2, se muestra un tipo *snus* representativo de un producto de tabaco que comprende el polvo de la presente invención. En particular, la FIGURA 2 ilustra un producto 40 de tabaco sin humo que tiene una bolsita exterior 42 permeable al agua que contiene una composición 44 de tabaco sin humo, incluyendo la composición de tabaco un material de tabaco triturado o particulado que sirve de soporte para el polvo de la invención.

Muchas composiciones de tabaco sin humo ejemplares que pueden beneficiarse del uso del polvo de la invención comprenden material de tabaco triturado o particulado que puede servir de soporte para el polvo de sabor pleno de la invención. Las composiciones de tabaco sin humo de la invención pueden incluir también un material ligante polimérico soluble en agua y opcionalmente otros ingredientes que proporcionan una composición soluble que se desintegrará lentamente en la cavidad oral durante el uso. En ciertas realizaciones, la composición de tabaco sin humo puede incluir componentes lipídicos que proporcionan una composición fusible que se funde (en vez de simplemente disolverse) en la cavidad oral, tal como las composiciones expuestas en la solicitud de EE. UU. n<sup>o</sup> 12/854,342 a Cantrell et al., presentada el 11 de agosto de 2010 y que se incorpora a la presente memoria por referencia.

En una realización de producto de tabaco sin humo concreta, el polvo de la invención se añade a un material vegetal distinto del tabaco, tal como un material vegetal seleccionado entre patata, remolacha (por ejemplo remolacha azucarera), cereales, guisante, manzana y similares. El material vegetal distinto del tabaco puede utilizarse en una forma procesada. En ciertas realizaciones preferidas, el material vegetal distinto del tabaco puede utilizarse en una forma extraída y, como tal, se elimina de este material al menos una parte de ciertos componentes solubles en disolvente. El material vegetal extraído distinto del tabaco ha sido sometido típicamente a una alta extracción, lo que significa que se ha eliminado una cantidad considerable de la parte soluble acuosa del material vegetal. Por ejemplo, puede obtenerse una pulpa extraída con agua extrayendo cantidades significativas de componentes solubles en agua del material vegetal. Por ejemplo, ciertos materiales vegetales extraídos con agua pueden comprender menos de aproximadamente un 20 por ciento en peso, y con frecuencia menos de aproximadamente un 10 por ciento en peso, de componentes solubles en agua; y, dependiendo de las condiciones de procesamiento, ciertos materiales vegetales extraídos con agua pueden estar prácticamente libres de componentes solubles en agua (por ejemplo menos de aproximadamente un 1 por ciento en peso de componentes solubles en agua). Un material vegetal extraído con agua preferido es pulpa de remolacha azucarera extraída con agua (por ejemplo pulpa de hoja de remolacha azucarera extraída con agua). El material vegetal extraído distinto del tabaco se utiliza típicamente en una forma que puede describirse como triturada, molida, granulada, finamente particulada, o pulverizada.

Es posible mezclar con las composiciones de tabaco sin humo según la invención, o incorporar de otra manera a las mismas, otros aditivos. Los aditivos pueden ser artificiales o pueden obtenerse o derivarse de fuentes herbarias o biológicas. Entre los tipos ejemplares de aditivos se incluyen sales (por ejemplo cloruro de sodio, cloruro de potasio, citrato de sodio, citrato de potasio, acetato de sodio, acetato de potasio y similares), edulcorantes naturales (por ejemplo fructosa, sacarosa, glucosa, maltosa, vainillina, etilvainillina glucósido, manosa, galactosa, lactosa y similares), edulcorantes artificiales (por ejemplo sucralosa, sacarina, aspartamo, acesulfamo K, neotamo y similares), cargas orgánicas e inorgánicas (por ejemplo cereales, cereales procesados, cereales inflados, maltodextrina, dextrosa, carbonato de calcio, fosfato de calcio, almidón de maíz, lactosa, manitol, xilitol, sorbitol, celulosa finamente dividida y similares), ligantes (por ejemplo povidona, carboximetilcelulosa de sodio y otros tipos celulósicos de ligantes modificados, alginato de sodio, goma xantana, ligantes a base de almidón, goma arábica, lecitina, y similares), ajustadores de pH o agentes de tamponación (por ejemplo hidróxidos de metales, preferiblemente hidróxidos de metales alcalinos, tales como hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, y otros tampones de metales alcalinos, tales como carbonatos de metales, preferiblemente carbonato de potasio o carbonato de sodio, o bicarbonatos de metales, tales como bicarbonato de sodio, y similares), colorantes (por ejemplo tintes y pigmentos, incluyendo caramelo colorante y dióxido de titanio, y similares), humectantes (por ejemplo glicerina, propilenglicol y similares), aditivos de cuidado bucal (por ejemplo aceite de tomillo, aceite de eucalipto, y cinc), conservantes (por ejemplo sorbato de potasio, y similares), jarabes (por ejemplo miel, jarabe de maíz de alta fructosa, y similares), coadyuvantes de desintegración (por ejemplo celulosa microcristalina, sodio de croscarmelosa, crospovidona, glicolato de almidón sódico, almidón de maíz pregelatinizado, y similares), mezclas saborizantes y saboreantes, antioxidantes, y mezclas de los mismos. Si se desea, el aditivo puede microencapsularse como se expone en la solicitud de patente de los EE. UU. n<sup>o</sup> pub. 2008/0029110 a Dube et al., que se incorpora a la presente memoria por referencia. Además, se describen aditivos encapsulados ejemplares en, por ejemplo, WO 2010/132444 A2 a Atchley, que ya se ha incorporado previamente a la presente memoria por referencia.

La cantidad de polvo incorporado dentro de una composición de tabaco o un producto de tabaco puede depender de la función deseada del polvo, de la composición química del polvo y del tipo de composición de tabaco al que se añade el polvo. La cantidad de polvo añadido a una composición de tabaco puede variar, pero típicamente no sobrepasará aproximadamente un 5 por ciento en peso, referido al peso total en seco de la composición de tabaco a la que se añade el polvo. Por ejemplo, la cantidad de polvo añadido a una composición de tabaco puede estar dentro de un intervalo desde aproximadamente un 0,25 hasta aproximadamente un 5 por ciento en peso, referido al peso total en seco de la composición de tabaco.

### Experimental

Algunos aspectos de la presente invención se ilustran más completamente mediante los ejemplos siguientes, que se exponen para ilustrar ciertos aspectos de la presente invención y que no deben interpretarse como destinados a limitar la misma.

Se recolectan, se lavan, se fumigan y se secan peciolo de tabaco de Georgia (~453,59 kg (~1.000 libras)) y raíces de tabaco de Georgia (~453,59 kg (~1.000 libras)) curado en atmósfera artificial. Los materiales secados se muelen para obtener un polvo relativamente fino. Con fines de análisis, los polvos preparados a partir de peciolo, raíz de gran tamaño, raíz de mediano tamaño y raíz de pequeño tamaño de tabaco se mantienen separados.

Se introduce en un recipiente permeable a las microondas una muestra (~2 g) de cada polvo (es decir polvo preparado a partir de peciolo de tabaco, polvo preparado a partir de raíz de gran tamaño, polvo preparado a partir de raíz de mediano tamaño, y polvo preparado a partir de raíz de pequeño tamaño). Se añade agua (~50 ml) a cada muestra de polvo. Para calentar las muestras se emplea un microondas CEM ajustado a 200 °C durante 2 h. Sin embargo, la máxima temperatura alcanzada es de 150 °C a los 50 minutos aproximadamente de empezar el proceso de calentamiento.

Después de 2 h, las muestras se enfrían, se filtran utilizando papel de filtro y un aspirador de agua y después de purifican mediante centrifugación a 1.700 rpm durante 15 minutos para eliminar material insoluble en agua adicional. El sobrenadante se concentra dejando que el agua se evapore lentamente en un horno ajustado a 80 °C. Los sólidos en forma de polvo así obtenidos tienen un color entre negro y marrón oscuro y tienen un aroma agradable que recuerda a química de azúcar-amoníaco o de caramelización. El porcentaje de extracto recogido del material de peciolo o de raíz sometido a extracción es de aproximadamente un 20 por ciento por término medio, referido al peso total del material sometido a extracción.

Las muestras se disuelven en acetona someténdolas a ultrasonidos, se filtran y se analizan utilizando CG-EM (por ejemplo utilizando un CG Agilent 6890). Los cromatogramas de iones totales revelan que los extractos de acetona contienen nicotina y cantidades relativamente pequeñas de componentes volátiles adicionales tales como 3-hidroxipiridina, furfural y vitamina E. La sorprendente presencia de vainillina y siringaldehído en los cromatogramas de iones totales indica la presencia de una ruta de reacción de degradación de lignina durante la preparación de los extractos.

Para analizar las muestras se utiliza también control de iones específicos (*selected ion monitoring* (SIM)). Se construye una tabla SIM de los iones atribuibles a pirazina y pirazinas sustituidas con alquilo y se aplica la misma al análisis de las muestras. Los cromatogramas SIM muestran la presencia de trazas de metilpirazina y pirazina C2. Estos resultados indican que se producen reacciones Maillard y/o reacciones de azúcar/nitrógeno durante el proceso de extracción.

Para evaluar la naturaleza de los componentes volátiles que contribuyen al aroma positivo del material en polvo que resulta del proceso de extracción, se llevan a cabo experimentos de espacio de cabeza (*headspace*)/microextracción/cromatografía de gases/espectrometría de masas utilizando fibras de microextracción en fase sólida (*solid phase microextraction* (SPME)) (fibras de carboxen PDMS de 75 µm o fibras de PDMS DVB de 65 µm), con un tiempo de adsorción de fibras de 30 minutos y un tiempo de desorción de 3 minutos. Los cromatogramas de iones totales del espacio de cabeza encima de cada material sometido a tratamiento térmico revelan la presencia de múltiples compuestos volátiles. El espacio de cabeza encima del material obtenido de peciolo es más rico en material volátil que el espacio de cabeza encima del material obtenido de raíces. En el espacio de cabeza encima del material obtenido de peciolo dominan los aldehídos, con una pequeña contribución de nicotina y vainillina. Entre los componentes ejemplares adicionales confirmados en el experimento de espacio de cabeza en el material obtenido de peciolo se incluyen pirazinas C2 y C3, ácido acético, dihidro-2-metil-3-furanona, acetato de furanetanol, furanmetanol, maltol, 3-hidroxipiridina y 5-metilfurfural. El espacio de cabeza encima del material obtenido de raíces es principalmente nicotina con contribuciones significativas de compuestos de degradación térmica de azúcares volátiles y contribuciones menores de pirazinas y vainillina. Entre los componentes ejemplares adicionales confirmados en el experimento de espacio de cabeza en el material obtenido de raíces se incluyen hexanal, pentilfuranol, nonanal, decanal, mentol, ácido 3-metilpentanoico, 2-hidroxi-3-metil-2-ciclopenten-1-ona, 3-hidroxipiridina y 2,6-dimetoxifenol.

Al experto en la técnica con la que está relacionada esta invención le vendrán a la mente muchas modificaciones y otras realizaciones de la invención aprovechando las enseñanzas presentadas en la descripción anterior. Por lo

tanto, debe entenderse que la invención no ha de limitarse a las realizaciones específicas descritas y que la intención es que las modificaciones y otras realizaciones estén incluidas en el alcance de las reivindicaciones adjuntas. Aunque en la presente memoria se emplean términos específicos, éstos se utilizan sólo en un sentido genérico y descriptivo y no con fines de limitación.

5

**REIVINDICACIONES**

1. Una composición de tabaco de sabor pleno para el uso en un producto de tabaco en forma de un extracto de la raíz de una planta de la especie *Nicotiana* y/o del peciolo de una planta de la especie *Nicotiana*, comprendiendo la composición de tabaco de sabor pleno al menos un compuesto seleccionado entre vainillina y siringaldehído.
2. La composición de tabaco según la reivindicación 1, en donde el extracto se presenta en forma de polvo.
3. La composición de tabaco según la reivindicación 1, en donde el extracto está contenido dentro de una formulación de revestimiento o una formulación de tratamiento superior adaptada para la aplicación a un material de tabaco.
4. La composición de tabaco según la reivindicación 1, en donde el extracto comprende tanto material de la raíz de una planta de la especie *Nicotiana* como material del peciolo de una planta de la especie *Nicotiana*.
5. Un producto de tabaco que comprende la composición de tabaco de sabor pleno según cualquiera de las reivindicaciones 1-4.
6. El producto de tabaco según la reivindicación 5, que además comprende un material de tabaco o un material vegetal distinto del tabaco como soporte para el extracto.
7. El producto de tabaco según la reivindicación 5, presentándose el producto de tabaco en forma de una composición de tabaco sin humo, un artículo de fumar o un dispositivo atomizador configurado para la no combustión del material vegetal y, en particular, seleccionándose la forma de la composición de tabaco sin humo del grupo que consiste en rapé húmedo, rapé seco, tabaco de mascar, chicles con contenido en tabaco, y productos de tabaco solubles o fusibles.
8. Un método para preparar una composición de sabor pleno a partir del peciolo o las raíces de una planta de la especie *Nicotiana*, que comprende:
  - i) recibir un material de tabaco particulado que comprende al menos un 90 por ciento en peso en seco de material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana* y/o de material de peciolo de una planta cosechada de la especie *Nicotiana*;
  - ii) extraer componentes solubles en agua del material de tabaco particulado para formar un extracto acuoso, comprendiendo la extracción poner el material de tabaco particulado en contacto con un disolvente acuoso para formar un material de tabaco húmedo, calentar el material de tabaco húmedo a una temperatura elevada y separar el extracto acuoso de una parte insoluble del material de tabaco húmedo; y
  - iii) concentrar el extracto acuoso para proporcionar una composición de tabaco de sabor pleno adecuada para el uso en un producto de tabaco, comprendiendo la composición de tabaco de sabor pleno al menos un compuesto seleccionado entre vainillina y siringaldehído.
9. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde el material de tabaco particulado recibido es formado moliendo el material de peciolo y/o el material de raíz de una planta cosechada de la especie *Nicotiana* para formar un material particulado.
10. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde la etapa de extracción se lleva a cabo a una presión mayor que la presión atmosférica.
11. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde la etapa de concentración comprende calentar el extracto acuoso.
12. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde la etapa de extracción comprende filtrar el extracto acuoso para eliminar componentes sólidos insolubles del material de tabaco particulado y, en particular, en donde la filtración comprende exponer el extracto acuoso a una membrana de ultrafiltración.
13. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde la etapa de concentración comprende evaporar suficiente disolvente acuoso para formar un material sólido adecuado para la incorporación a un producto de tabaco en forma de polvo.
14. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde la etapa de calentamiento se lleva a cabo a una temperatura de al menos aproximadamente 50 °C.
15. El procedimiento según la reivindicación 8, en donde la etapa de separación comprende filtración y/o centrifugación.

16. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 8-15, que además comprende añadir el extracto acuoso concentrado a un material de tabaco o a un material vegetal distinto del tabaco como soporte para el extracto acuoso.

5 17. El procedimiento según la reivindicación 16, que además comprende incorporar el material de tabaco o el material vegetal distinto del tabaco a un producto de tabaco y, en particular, en donde el producto de tabaco se presenta en forma de una composición de tabaco sin humo, un artículo de fumar o un dispositivo atomizador configurado para la no combustión del material vegetal y, en particular, en donde la forma de la composición de tabaco sin humo se selecciona del grupo que consiste en rapé húmedo, rapé seco, tabaco de mascar, chicles con contenido en tabaco, y productos de tabaco solubles o fusibles y/o, en particular, en donde el artículo de fumar  
10 comprende una formulación de revestimiento o un tratamiento superior que comprende el extracto.

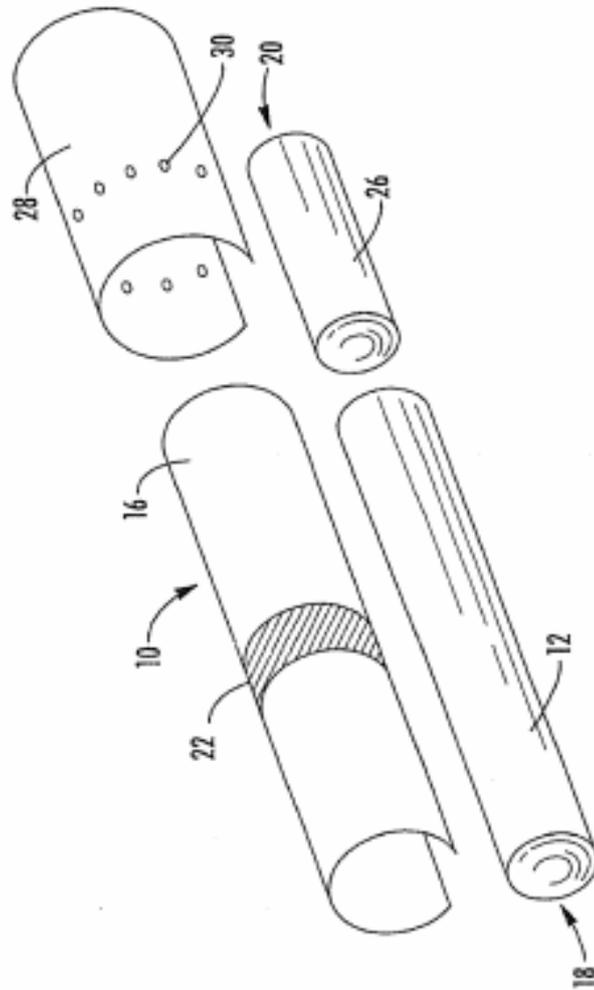
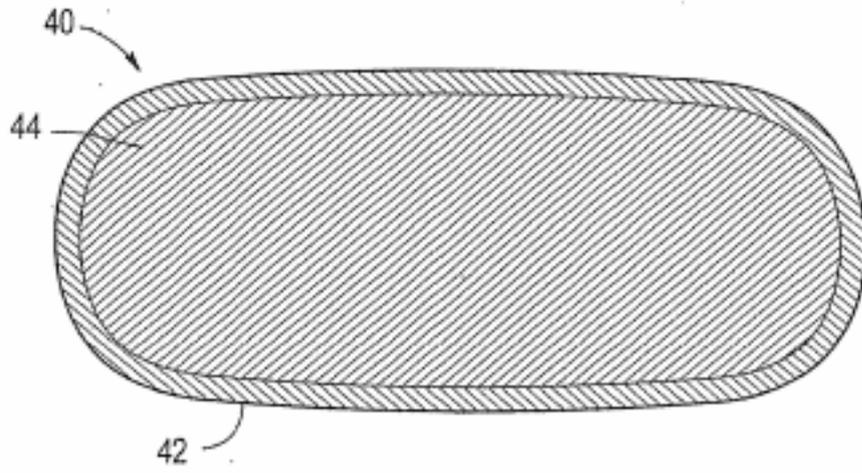


FIG. 1



**FIG. 2**