

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 657 636**

51 Int. Cl.:

**B01J 13/20** (2006.01)  
**A24D 3/06** (2006.01)  
**A24D 3/04** (2006.01)  
**A24D 3/14** (2006.01)  
**A24D 3/16** (2006.01)  
**B01J 13/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.01.2008 PCT/CN2008/070182**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.08.2009 WO09094859**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.01.2008 E 08706559 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.11.2017 EP 2234711**

54 Título: **Proceso para fabricar cápsulas rompibles útiles para productos de tabaco**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**06.03.2018**

73 Titular/es:

**RJ REYNOLDS TOBACCO COMPANY (100.0%)  
401 NORTH MAIN STREET  
WINSTON-SALEM, NC, US**

72 Inventor/es:

**ZHANG, WENHUI**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 657 636 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

Proceso para fabricar cápsulas rompibles útiles para productos de tabaco

## 5 CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un proceso para fabricar cápsulas rompibles útiles en productos de tabaco tales como artículos de fumar y productos de tabaco no fumables que incorporan los mismos.

## 10 ANTECEDENTES DE LA INVENCION

El documento GB 1.236.885 divulga un método para hacer cápsulas multipared las cuales comprenden dispersar en una solución acuosa de un material de formación de película de alto peso molecular soluble en agua que tiene grupos hidroxilo, ácidos o básicos, cápsulas de una pared, cada una de las cuales contiene un núcleo o núcleos en ella, y después añadir porciones de la dispersión resultante a una solución acuosa de un endurecedor para dicho material de alto peso molecular soluble en agua.

15 Los atributos sensoriales de fumar con cigarrillo pueden ser mejorados aplicando aditivos al tabaco y/o de otro modo incorporando materiales aromatizantes en los diversos componentes de un producto de tabaco, tal como un artículo fumable o un producto de tabaco no fumable tal como una bolsa de snus. Varios métodos para modificar los atributos sensoriales de los cigarrillos sugieren que los elementos de filtro pueden ser usados como vehículos para añadir aromas al humo de la corriente principal de esos artículos de fumar. Por ejemplo, el documento U.S. Pat. Appl. Pub. N° 2002/0166563 de Jupe y otros propone la colocación de unos materiales adsorbentes y que liberan sabores en un filtro de cigarrillo. El documento U.S. Pat. Appl. Pub. N° 2002/0020420 de Xue y otros propone la colocación de fibras que contienen partículas de pequeño tamaño adsorbentes/absorbentes en el filtro. El documento U.S. Pat. N° 4.941.486 de Dubbe y otros, y el documento U.S. Pat. N° 4.862.905 de Green, Jr. Y otros propone la colocación de una bolita que contiene sabor en un filtro de cigarrillo. Otros tipos representativos de filtros de cigarrillo que incorporan agentes aromatizantes están expuestos en los documentos U.S. Pat. N° 3.972.335 de Tiggelbeck y otros; U.S. Pat. N° 4.082.098 de Owens Jr.; U.S. Pat. N° 4.281.671 de Byrne; U.S. Pat. N° 4.729.391 de Woods y otros; y U.S. Pat. N° 5.012.829 de Thesing y otros. Los materiales aromatizantes pueden variar. Véanse Borschke Rec. Adv. Tob. Sci, 19, p. 47-70, 1993; Leffingwell y otros, Aromatización de tabaco para productos de fumar, R.J. Reynolds Tobacco Company (1972). Por ejemplo, un tipo de material aromatizante es el mentol.

20 En otro ejemplo algunos artículos de fumar tienen unas cápsulas situadas en sus elementos de filtro, y el contenido de esas cápsulas son liberados en los elementos de filtro tras la rotura de esas cápsulas con el fin de desodorizar los elementos de filtro después de que el artículo de fumar se ha extinguido. Véanse por ejemplo los documentos U.S. Pat. N° 3.339.558 de Waterbury; U.S. Pat. N° 3.366.121 de Carly; U.S. Pat. N° 3.390.686 de Irby y otros; U.S. Pat. N° 3.428.049 de Leake; U.S. Pat. N° 3.547.130 de Harlow y otros; U.S. Pat. N° 3.575.1809 de Carty; U.S. Pat. N° 3.602.231 de Dock; U.S. Pat. N° 3.635.228 de Dock; U.S. Pat. N° 3.635.226 de Horwell y otros; U.S. Pat. N° 3.685.521 de Dock; U.S. Pat. N° 3.916.914 de Brooks y otros; U.S. Pat. N° 3.991.773 de Walker; U.S. Pat. N° 4.889.144 de Tateno y otros, y 7.115.085 de Deal; U.S. Pat. Application Pub N° 2003/0098033 de MacAdam y otros; 2004/0261807 de Dube y otros; y 2007/0068540 de Thomas y otros; y PCT WO 03/009711 de Kim; y U.S. Pat. Appl'n Ser. N° 11/760.983, presentado el 11 de Junio de 2007 de Stokes y otros. Los materiales que liberan aromas pueden ser liberados en los elementos de filtro tras la rotura de esas cápsulas con la intención de alterar la naturaleza o carácter del humo de la corriente principal que pasa a través de esos elementos de filtro. Por ejemplo, algunos fumadores podrían desear un artículo de fumar que fuera capaz de proporcionar selectivamente una variedad de aromas diferentes, dependiendo del deseo inmediato del fumador. El aroma de tal artículo de fumar podría ser seleccionado basándose en el deseo del fumador para un particular aroma en ese momento, o un deseo de cambiar aromas durante la experiencia de fumar. Por ejemplo, el cambio de aromas durante la experiencia de fumar puede permitir a un fumador terminar el artículo de fumar con un sabor que refresque el aliento, tal como el mentol o la menta verde. Por lo tanto, sería deseable proporcionar un artículo de fumar que fuera capaz de proporcionar experiencias sensoriales agradables diferentes a la discreción de un fumador, por ejemplo, triturando la cápsula incorporada en el filtro y que contiene los materiales aromatizantes.

45 Adicionalmente, algunos fumadores podrían también desear un artículo de fumar que fuera capaz de liberar selectivamente un agente desodorizante tras la terminación de la experiencia de fumar. Tales agentes pueden ser usados para asegurar que la porción restante de un artículo fumado genera un aroma agradable después de que el fumador haya terminado de fumar ese artículo de fumar. Por consiguiente, es deseable proporcionar un artículo de fumar que sea capaz de liberar un agente desodorizante, particularmente a la discreción del fumador, por ejemplo, triturando la cápsula incorporada en el filtro y que contiene el agente desodorizante.

50 En otro ejemplo más, algunos fumadores podrían desear un artículo de fumar que fuera capaz de mojado, enfriamiento, o de otro modo modificar la naturaleza o carácter del humo de la corriente principal generado por ese artículo de fumar. Véanse, por ejemplo, los documentos U.S. Pat. N° 7.240.678 de Crooks y otros, 7.237.558 de Clark y otros, 7.115.085 de Deal, 5.240.015 de Rosen y otros, 5.041.422 de Narula y otros, 5.021.184 de Gillaspey y otros, y 4.956.481 de Gillaspey y otros. No obstante debido a ciertos agentes que pueden ser usados para interactuar con humo son volátiles y tienen la propensión de evaporarse con el paso del tiempo, los efectos de estos agentes sobre el comportamiento de esos artículos pueden requerir la introducción de esos agentes próximos al

comienzo de la experiencia de fumar. Por consiguiente, es deseable proporcionar un artículo de fumar que sea capaz de mojado, suavizado o enfriamiento del humo liberado por un fumador, a la discreción de tal fumador, por ejemplo, triturando la cápsula incorporada en el filtro y que contiene los agentes.

5 También es deseable proporcionar productos de tabaco sin humo con la capacidad de modificar selectivamente el aroma entregado al usuario. Ejemplos de diversos productos de tabaco sin humo están descritos en el documento U.S. Pat. Appl'n. Ser. N<sup>os</sup> 11/461.633, 1 Agosto, 2006 de Mua y otros; y 11/781.666, presentado el 23 Julio, 2007 de Mua y otros; y U.S. Pat. Appl'n. Pub. N<sup>o</sup> 2007/0186941 de Holton Jr. y otros. Por ejemplo, Holton Jr y otros divulga el uso de una cápsula rompible que contiene aroma en una bolsa de snus.

10 Las cápsulas incorporadas en los productos de tabaco pueden ser fabricadas usando diversos materiales y por diversos métodos. Por ejemplo, los alginatos pueden ser usados para fabricar cápsulas para ser incorporadas en artículos de fumar. Véanse, por ejemplo, los documentos U.S. Pat. N<sup>os</sup> 7.249.605 de MacAdam y otros, 7.240.678 de Crooks y otros, 7.237.558 de Clark y otros, 6.631.722 de MacAdam y otros, 6.470.894 de Hersh y otros, 5.727.571 de Meiring y otros, y 5.303.720 de Banerjee y otros. Los alginatos, que son derivados de algas marrones, son ampliamente usados en las industrias de la alimentación y farmacéutica. Las sales monovalentes, especialmente los alginatos de sodio, son producidos en masa por muchos fabricantes en el mundo, y son relativamente baratos. Las cápsulas de alginatos son comúnmente preparadas introduciendo y manteniendo gotas de alginato en un único baño que contiene iones multivalentes durante un período de tiempo. Una película de gel está formada alrededor de las gotas para proporcionar las cápsulas de alginato. Unos métodos representativos para fabricar cápsulas de alginato usando el enfoque de baño iónico único se exponen en los documentos U.S. Pat. N<sup>os</sup> 6.627.236 de Barbeau y otros, 4.701.326 de Nelsen y otros, 5.139.783 de Handjani y otros, 5.093.130 de Fuji y otros, 4.780.987 de Nelsen y otros, y 2.800.457 de Green y otros. No obstante, es a menudo difícil obtener que tengan unas características físicas deseables, por ejemplo, cuando se desea que las cápsulas sean usadas en una forma rompible en los filtros de los cigarrillos. Por consiguiente, existe la necesidad de un proceso mejorado de fabricar cápsulas que tengan unas características físicas deseables.

#### BREVE COMPENDIO DE LA INVENCION

30 En una realización de la invención se proporciona un método para fabricar cápsulas rompibles que son útiles para incorporar en un producto de tabaco. El método comprende la formación de una pluralidad de gotitas que comprenden una composición nuclear y una composición de recubrimiento. La composición de recubrimiento comprende un material que se gelata en contacto con un ion multivalente. El método también comprende la introducción de una pluralidad de gotitas en una primera solución acuosa que tiene una primera concentración de un primer ion multivalente de modo que la composición de recubrimiento de la pluralidad de gotitas se gelata para formar una pluralidad de cápsulas en bruto, siendo dicha primera concentración menor del 10% en peso y manteniendo las gotitas en la primera solución durante menos de 1 hora. El método comprende además introducir la pluralidad de cápsulas en bruto en una segunda solución acuosa que tiene una segunda concentración de un segundo ion multivalente, en donde la segunda concentración es mayor que la primera concentración, de modo que la composición de recubrimiento de la pluralidad de cápsulas en bruto se endurece para formar una pluralidad de cápsulas rompibles, siendo dicha segunda concentración mayor del 5% en peso y manteniendo las cápsulas en bruto en la segunda solución durante más de 1 hora.

45 En una segunda realización, que no está cubierta por las reivindicaciones, se proporciona otro método para fabricar cápsulas rompibles que son útiles para incorporar en un producto de tabaco. El método comprende la formación de una pluralidad de gotitas que comprenden una composición nuclear y una composición de recubrimiento. La composición nuclear está rodeada por la composición de recubrimiento. El método también comprende la introducción de la pluralidad de gotitas en una primera solución acuosa que comprende un primer ion multivalente, en donde la composición de recubrimiento se gelata en contacto con el primer ion multivalente en la primera solución acuosa para formar una pluralidad de cápsulas en bruto, y en donde el primer ion multivalente continúa difundiéndose en la composición de recubrimiento de la pluralidad de cápsulas en bruto. El método comprende además la introducción de la pluralidad de cápsulas en bruto en una segunda solución acuosa que comprende un segundo ion multivalente, en donde la pluralidad de cápsulas en bruto se endurece para formar una pluralidad de cápsulas rompibles.

55 En otra realización, se proporciona un método para hacer una cápsula hueca que contenga cargas útiles líquidas que sean útiles para incorporar en un producto de tabaco. El método comprende formar una gotita que comprende un núcleo de carga útil líquida rodeado por una composición de concha que comprende un material viscoso de formación de una película de base no animal, e introducir la gotita en una primera solución acuosa que comprende un primer ion multivalente seleccionado del grupo que consta de hierro y calcio, en una concentración de menos de aproximadamente el 1% en peso, y permitir que la gotita permanezca en la primera solución acuosa durante menos que aproximadamente 30 minutos. El método comprende además mantener la gotita en una segunda solución acuosa que comprende un segundo ion multivalente seleccionado del grupo que consta de hierro y calcio, en una concentración de más de aproximadamente el 5% en peso, y permitir que la gotita permanezca en la segunda solución acuosa durante más de aproximadamente 6 horas para formar la cápsula hueca.

65 BREVE DESCRIPCION DE VARIAS VISTAS DE LOS DIBUJOS

La Figura 1 es una vista de la sección recta de una realización de una cápsula rompible.

La Figura 2 es una vista de la sección recta de un artículo de fumar que tiene la forma de un cigarrillo, que muestra el material fumable, los componentes del material de empaquetado y del elemento de filtro que contiene la cápsula de ese artículo de fumar.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

Las varias realizaciones que siguen están descritas en el contexto de una cápsula esférica. Aunque una cápsula esférica es un objeto preferido para ser insertado, una persona de una especialización ordinaria en la técnica puede apreciar que otros objetos que tienen la misma o diferente forma pueden ser insertados en los filtros de cigarrillo de acuerdo con las enseñanzas aquí expuestas. Por lo tanto, la referencia a la cápsula ha de ser tomada de forma ilustrativa y no limitativa de la invención. Iguales números en las diferentes figuras se refieren a partes iguales.

Se ha descubierto que una desventaja de usar un único baño iónico para fabricar cápsulas de gel rompibles es la dificultad de controlar el tiempo de gelificación, la dureza, y el espesor de la capa exterior de las cápsulas. Por ejemplo, cuando se usa un baño iónico de alta concentración, el tiempo de gelificación es más corto pero las cápsulas tienden a tener unas conchas exteriores delgadas debido a que la concha exterior formada inicialmente durante la gelificación de las gotas en la solución de alta concentración es tan gruesa que impide que los iones en el baño iónico se difundan en el interior de la capa exterior de las gotas. Por el contrario, cuando se usa un baño de baja concentración, los iones en el baño iónico son capaces de difundirse en el interior de la capa exterior de las gotas más rápidamente pero el tiempo de gelificación es mayor y las cápsulas formadas no son tan duras como las cápsulas formadas en una solución de alta concentración.

Una realización preferida de la presente divulgación proporciona un método para controlar el tiempo de gelificación, el espesor y la dureza de las cápsulas que usan un nuevo proceso de dos etapas. En una realización se proporciona un método para fabricar cápsulas rompibles que son útiles para incorporarlas en un producto de tabaco. El método comprende la formación de una pluralidad de gotitas que comprenden una composición de núcleo y una composición de recubrimiento. La composición de recubrimiento comprende un material que se gelata en contacto con un ion multivalente. El método comprende a continuación introducir la pluralidad de gotitas en una primera solución acuosa que tiene una primera concentración de un primer ion multivalente de modo que la composición de recubrimiento de la pluralidad de gotitas se gelata para formar una pluralidad de cápsulas en bruto. El método comprende además introducir la pluralidad de cápsulas en bruto en una segunda solución acuosa que tiene una segunda concentración de un segundo ion multivalente, en donde la segunda concentración es mayor que la primera concentración, de modo que la composición de recubrimiento de la pluralidad de cápsulas en bruto se endurece para formar una pluralidad de cápsulas rompibles.

Como se ha usado aquí, el término "gelatan" o "gelata" significa la formación de un producto como un gel, tal como un gel suave, a partir de un líquido o un material de partida viscoso o la formación de un producto endurecido a partir del producto similar a un gel. Tanto el producto similar a un gel como el producto endurecido pueden tener cualquier forma. La gelatación puede ocurrir, por ejemplo, tras un cambio de temperatura o en el entorno iónico. La gelatación puede ser debida al enlace covalente (tal como un enlace cruzado) entre los materiales de partida. Alternativamente, la fuerza de enlace en el producto de gelatación puede ser no covalente, tal como los enlaces de hidrógeno, las interacciones iónicas, las interacciones de Van del Waals, y otras.

En el método antes discutido, la pluralidad de gotitas puede ser formada usando cualesquiera métodos de formación de gotitas disponibles. En un ejemplo, la pluralidad de gotitas está formada por un método de coextrusión. Preferiblemente, la composición del núcleo es coextruida través de un orificio central y la composición de recubrimiento a través de un orificio anular concéntrico que rodea el orificio central para formar la pluralidad de gotitas que comprende la composición del núcleo rodeado por la composición del recubrimiento.

Cualesquiera iones multivalentes pueden ser usados en el método. Los iones multivalentes apropiados incluyen, pero no están limitados a, iones Fe, Ca, Zn, Ba, Pb, Sr, Al, Cu, Mn, y Cd. Alternativamente, los iones multivalentes inorgánicos pueden ser usados en el método. Por ejemplo, cuando un alginato se usa como la composición de recubrimiento, diversos iones pueden ser usados para formar las cápsulas en bruto y las cápsulas rompibles endurecidas. Preferiblemente, los iones usados en el método son iones multivalentes. Las sales monovalentes de los alginatos, tales como los alginatos de sodio y potasio, son solubles en agua, pero son insolubles en muchos disolventes orgánicos. Los geles de alginato multivalentes, tales como los alginatos de calcio y alginatos férricos, no se disuelven en la mayoría de disolventes. Por ejemplo, las cápsulas de alginato multivalentes no son solubles en triacetato de glicerol o en agua. No obstante, pueden disolverse en agua en unas fuertes condiciones básicas o en la presencia de  $\text{Ca}^{2+}$  o  $\text{Fe}^{3+}$  quelantes, iones de hierro o calcio. El primer ion multivalente y el segundo ion multivalente pueden ser idénticos o diferentes en un ejemplo, la segunda solución acuosa comprende el primer ion multivalente y el segundo ion multivalente. La primera concentración del primer ion multivalente es menos que aproximadamente el 10% en peso. Preferiblemente, la primera concentración es menor que aproximadamente el 5% en peso de los iones. Más preferiblemente, la primera concentración es menor que aproximadamente el 3% en peso. Incluso más preferiblemente, la primera concentración es menor que aproximadamente el 1% en peso. En un ejemplo, la primera concentración es aproximadamente el 0,5% en peso de los iones. La pluralidad de gotitas es mantenida en la

primera solución durante menos de aproximadamente 1 hora. Más preferiblemente, las gotitas son mantenidas en la primera solución durante menos de aproximadamente 30 minutos, incluso más preferiblemente durante menos de aproximadamente 20 minutos. En un ejemplo, las gotitas son mantenidas en la primera solución durante menos de aproximadamente 10 minutos.

La segunda concentración del segundo ion multivalente en el método es más de aproximadamente el 5% en peso de los iones. Más preferiblemente, la segunda concentración es más de aproximadamente el 15% en peso. En otro ejemplo la segunda concentración es más de aproximadamente el 30% en peso de los iones. La pluralidad de las cápsulas en bruto se mantiene en la segunda solución durante más de aproximadamente 1 hora. Más preferiblemente, las cápsulas en bruto son mantenidas en la segunda solución durante más de aproximadamente 2 horas, incluso más preferiblemente durante más de 3 horas. En un ejemplo las cápsulas en bruto son mantenidas en la segunda solución durante más de aproximadamente 6 horas.

Preferiblemente, cuando la pluralidad de gotitas está en la primera solución acuosa, el primer ion multivalente continúa difundiéndose en la composición de recubrimiento de la pluralidad de cápsulas en bruto. Preferiblemente, la gelatación de la pluralidad de gotitas es suficientemente rápida de modo que las cápsulas en bruto formadas no se pegan unas con otras.

Preferiblemente, la composición de recubrimiento comprende un material no basado en un animal que forma la película. En un ejemplo el material no basado en un animal que forma la película contiene grupos carboxilo para reaccionar con los iones multivalentes. Más preferiblemente, el material no basado en un animal que forma la película es alginato, almidón, almidón tratado químicamente, o pectina. Se puede usar cualquier método de tratamiento químico que incremente el número de grupos carboxilo el material no basado en un animal que forma la película. Más preferiblemente, el material no basado en un animal que forma la película es un alginato. Los alginatos son térmicamente unos agentes de gelificación térmicamente estables de endurecimiento en frío. En la presencia de iones de calcio u otros alginatos de iones divalentes, los alginatos se gelatan en concentraciones mucho más bajas que la gelatina. Tales geles de alginato pueden ser tratados térmicamente sin derretirse aunque pueden eventualmente degradarse. Los alginatos también reaccionan con iones multivalentes, tales como  $\text{Fe}^{3+}$  y  $\text{Al}^{3+}$ , para formar unos geles duros y frágiles, en comparación con los geles de alginato de calcio. Cualquier tipo de alginatos puede ser usado. En un ejemplo, el alginato es un copolímero lineal que comprende dos unidades monoméricas, D-ácido manurómico y L-ácido gulurónico. El copolímero de alginato consta de bloques que comprenden sustancialmente de manera exclusiva de una unidad monomérica o de la otra, comúnmente referidos como bloques M o bloques G. Los bloques M o bloques G alternan en el copolímero de alginato. Los alginatos con contenidos altos de bloque G producen geles frágiles fuertes con una buena estabilidad al calor. Los alginatos con contenidos altos de bloque M producen geles débiles pero más elásticos.

Preferiblemente, la composición del recubrimiento endurecido de las cápsulas rompibles es sustancialmente insoluble en agua y triacetato de glicerol. En un ejemplo la composición del recubrimiento de las cápsulas rompibles está suficientemente endurecida de modo que se rompe con un sonido audible cuando es triturado. En un ejemplo, la resistencia a la trituración de las cápsulas rompibles fabricadas por el método discutido antes es de aproximadamente 100 g a 2.000 g, preferiblemente de aproximadamente 150 g a 1.500 g, y más preferiblemente de aproximadamente 250 g hasta aproximadamente 1.000 g. Preferiblemente, las cápsulas rompibles retienen una fuerza de trituración de al menos 250 g después de estar expuestas durante un período de al menos cinco minutos en una atmósfera que tiene una humedad relativa de aproximadamente el 90%.

El tamaño de las cápsulas puede variar, por ejemplo, controlando la velocidad de coextrusión de la composición de recubrimiento y la composición del núcleo, o ajustando la viscosidad de las dos composiciones. En un ejemplo las cápsulas rompibles tienen una forma sustancialmente esférica y tienen un diámetro de aproximadamente 6,0 mm a aproximadamente 7,0 mm.

En otra realización, que no está cubierta por las reivindicaciones, se ha dispuesto un método para fabricar cápsulas rompibles que son útiles para incorporar en un producto de tabaco. El método comprende la formación de una pluralidad de gotitas que comprenden una composición del núcleo y una composición del recubrimiento. La composición del núcleo está encerrada por la composición del recubrimiento. El método comprende también la introducción de la pluralidad de gotitas en una primera solución acuosa que comprende un primer ion multivalente. La composición del recubrimiento se gelata en contacto con el primer ion multivalente en la primera solución acuosa para formar una pluralidad de composición de la pluralidad de cápsulas en bruto. El método comprende además introducir la pluralidad de cápsulas en bruto en una segunda solución acuosa que comprende un segundo ion multivalente. La pluralidad de cápsulas en bruto se endurece para formar una pluralidad de cápsulas rompibles.

Como se ha discutido antes, cualquier método apropiado puede ser usado para formar la pluralidad de gotitas. En un ejemplo la pluralidad de gotitas está formada coextrusionando la composición del núcleo y la composición del recubrimiento. El tamaño de las gotitas puede ser controlado por la relación de las velocidades de coextrusión de la composición del núcleo y la composición del recubrimiento. La viscosidad de la composición del recubrimiento durante la coextrusión es entre aproximadamente 100 cP y aproximadamente 10.000 cP, preferiblemente entre aproximadamente 200 y aproximadamente 5.000 cP.

En otra realización más se ha proporcionado un método para hacer una cápsula hueca que contiene unas cargas útiles de líquido que son útiles para incorporar en un producto de tabaco. El método comprende formar una gotita que comprende un núcleo de carga útil líquida rodeada por una composición de concha que comprende un material viscoso de formación de una película de base no animal. El método comprende también introducir la gotita en una primera solución acuosa que comprende un primer ion multivalente seleccionado del grupo que consta de hierro y calcio en una concentración de menos de aproximadamente el 1% en peso, y que permite que la gotita permanezca en la primera solución acuosa durante menos de aproximadamente 30 minutos. El método comprende además mantener la gotita en una segunda solución acuosa que comprende un segundo ion multivalente seleccionado del grupo que consta de hierro y calcio, en una concentración de más de aproximadamente el 5% en peso, y permitir que la gotita permanezca en la segunda solución acuosa durante más de aproximadamente 6 horas para formar la cápsula hueca.

En un ejemplo se añade un ion multivalente adicional a la primera solución acuosa en una cantidad suficiente para aumentar la concentración de la primera solución acuosa para formar la segunda solución acuosa. En un ejemplo el ion multivalente adicional comprende el primer ion multivalente, y el primer ion multivalente es idéntico al segundo ion multivalente. En otro ejemplo el ion multivalente adicional comprende el segundo ion multivalente, y el primer ion multivalente es diferente del segundo ion multivalente. La segunda solución acuosa comprende el primer ion multivalente y el segundo ion multivalente. Al menos alguno de los primeros iones multivalentes gelatado en la gotita es sustituido por el segundo ion multivalente de mayor concentración en todavía otro ejemplo, la gotita es retirada de la primera solución acuosa y a continuación introducida en la segunda solución acuosa. El primer ion multivalente y el segundo ion multivalente pueden ser idénticos o diferentes.

Preferiblemente, la gotita es mantenida en la solución acuosa a una alta concentración suficientemente alta durante un tiempo suficientemente largo de modo que la concha de la cápsula hueca tenga una resistencia de trituración de entre aproximadamente 100g a 2.000g, preferiblemente de aproximadamente 150g a 1.500g, y más preferiblemente de aproximadamente 250g hasta aproximadamente 1.000g.

En los métodos antes discutidos las cápsulas pueden además ser secadas usando cualesquiera métodos apropiados, tales como secado por aire, secado por vacío, y calentamiento. No obstante, se debería evitar un secado excesivo para impedir la deshidratación y la deformación de las cápsulas. Durante el almacenamiento, las cápsulas están selladas herméticamente en un contenedor o almacenadas en un entorno con una humedad adecuada para evitar una posible contracción de las cápsulas. Preferiblemente, la composición de recubrimiento forma una capa barrera de la humedad.

El nuevo proceso de realización de la cápsula en dos etapas puede ser usado para producir cápsulas, tales como cápsulas de alginato, que son sustancialmente esféricas, suaves y uniformes. En un ejemplo, las cápsulas son sustancialmente libres de hoyuelos, resaltos, o similares. En otro ejemplo las cápsulas tienen una superficie exterior limpia sin sustancialmente agentes de flujo, polvos o materiales sueltos después del secado. Las cápsulas hechas a partir de la concha y la composición del núcleo encapsulado, tales como los materiales aromatizantes son duras y frágiles con un sonido audible cuando se Trituran. Las cápsulas mantienen su naturaleza dura y frágil en un entorno de aproximadamente el 90% de humedad relativa. En un ejemplo las cápsulas rompibles conservan una fuerza de trituración de al menos 250g después de estar expuestas durante un período de al menos cinco minutos en una atmósfera que tiene una humedad relativa de aproximadamente el 90%. Opcionalmente, los agentes humectantes, tales como el glicerol y el propileno glicol, pueden ser añadidos a la composición de recubrimiento de las cápsulas de alginato, tales como las cápsulas de alginato férrico para impedir la pérdida del agua de las cápsulas.

Las cápsulas basadas en alginato son marrones oscuras o azules oscuras en apariencia. Por ejemplo, aunque los geles de alginato puros no tienen color, las cápsulas de alginatos de calcio gelificadas a partir de alginato de sodio disponible comercialmente son ligeramente marrones debido a que el alginato de sodio se extrae de algas marrones. Las cápsulas de alginato férrico son marrones o marrones oscuras del color de los iones  $Fe^{3+}$ . El color de las cápsulas puede también ser cambiado añadiendo un pigmento no tóxico a las cápsulas de alginato. La propiedad física de las cápsulas de alginato puede ser controlada ajustando la relación del M-bloque con el G-bloque, el contenido de agua, las concentraciones de  $Ca^{2+}$  y  $Fe^{3+}$ , y el contenido de alginato en las cápsulas.

Los nuevos métodos antes discutidos pueden ser usados para fabricar diversas cápsulas rompibles. Los tipos representativos de cápsulas son las del tipo usado en productos de alimentación comercialmente disponibles como "Momints" de Yoshal Enterprises, Inc. y "Ice Breakers Liquid Ice" de De Hershey Company, USA. Los tipos representativos de cápsulas también han sido incorporados en la goma de mascar, tal como el tipo de goma comercializado con el nombre comercial de "Cinnaburst" por Cadbury Adams USA. Tipos representativos de cápsulas y sus componentes están también expuestos en los documentos U.S. Pat. N<sup>os</sup> 3.339.558 de Waterbury; 3.390.686 de Irby Jr y otros; 3.685.521 de Dock; 3.916.914 de Brooks y otros; 4.889.144 de Tateno y otros; 6.631.722 de MacAdam y otros; y 7.115.085 de Deal; U.S. Pat. Appl'n. Pub. N<sup>os</sup> 2004/0261807 de Dube y otros, 2006/0272663 de Dube y otros; 2006/01330961 de Luan y otros, 2006/144412 de Mishra y otros; 2007/0012327 de Karles y otros, y 2007/0068540 de Thomas y otros; U.S. Pat. Appl'n Ser. N<sup>o</sup> 11/760.983 presentado el 11, Junio, 2007 de Stokes y otros; PCT WO 03/009711 de Kim; PCT WO 2006/136197 de Hartmann y otros; PCT WO

2006/136199 de Mane y otros, PCT WO 2007/010407; y PCT WO 2007/060543, así como dentro de cigarrillos con filtro que han sido comercializados con el nombre comercial de "Camel Lights with Menthol Boost" por R. J. Reynolds Tobacco Company. Véanse también los tipos de cápsulas y componentes de ellos expuestos en los documentos U.S. Pat. N<sup>os</sup> 5.223.185 de Takei y otros; 5.387.093 de Takei; 5.882.680 de Suzuki y otros; 6.719.933 de Nakamura y otros y 6.949.256 de Fonkwe y otros; y U.S. Pat Appl'n Pub. N<sup>os</sup> 2004/0224020 de Schoenhard; 2005/0123601 de Mane y otros; 2005/0196437 de Bednarz y otros; y 2005/0249676 de Scott y otros. Las cápsulas puede ser coloreadas, provistas de superficies suaves o rugosas, tener conchas rígidas o plegables, tener conchas frágiles o durables, u otras propiedades o caracteres deseados.

En un ejemplo, las cápsulas rompibles que contienen diversos componentes aromatizantes (aromatizadores) como carga útil o composición del núcleo pueden ser fabricadas por el nuevo método de dos etapas e incorporadas a los productos de tabaco. Como se usan aquí, los términos "aromatizador" e "ingrediente aromatizante" se refieren a sustancias, tales como líquidos o sólidos, que proporcionan una liberación concentrada de un efecto sensorial tal como, por ejemplo, sabor, sensación en la boca, humedad, frío/calor, y/o fragancia. Los materiales de aroma, tal como el mentol mezclado con un solvente no soluble en agua, serán encapsulados dentro de la concha para formar cápsulas. Los materiales aromáticos pueden clasificarse desde materiales orgánicos limpios, hasta aceites esenciales, hasta mezclas de productos químicos aromáticos. Los aromatizadores pueden ser naturales o sintéticos, y el carácter de estos aromas impartidos pueden por lo tanto ser descritos, sin limitación, como frescos, dulces, herbales, de confitería, florales, sabrosos o con especias. Los tipos específicos de aromas incluyen pero no están limitados a, vainilla, café, chocolate/coco, crema, menta, menta verde, mentol, peppermint, gaulteria, eucalipto, lavanda, cardamomo, nuez moscada, cinamomo, clavo, cascarilla, sándalo, miel, jazmín, jengibre, anís, sage, regaliz, limón, naranja, manzana, pera, lima, cereza, fresa, y cualquier combinación de ellos. Véase también Leffingwell y otros, Tobacco Flavoring Smoking Products, R.J. Reynolds Tobacco Company (1972), incorporado en su totalidad aquí como referencia. Los aromatizantes también pueden incluir componentes que están considerados como agentes humidificadores, enfriadores o suavizantes, tal como el eucalipto. Estos aromas pueden ser proporcionados limpios (es decir, solos) o en un compuesto (por ejemplo, menta verde y mentol, o naranja y cinamomo). Los tipos representativos de componentes también se muestran en los documentos U.S. Pat. N<sup>o</sup> 5.387.416 de White y otros; U.S. Pat. App. Pub. N<sup>os</sup> 2005/0244521 de Strickland y otros y 2007/0186941 de Holton Jr. Y otros; y PCT Application Pub N<sup>o</sup> WO 05/041699 de Quinter y otros.

Opcionalmente, los aromatizadores contenidos en las cápsulas pueden incluir otras composiciones. Por ejemplo, alguna composición del núcleo y carga útil de las cápsulas incluyen un material de soporte (es decir, un material matriz) y un aromatizante dispersado en él, y permite la entrega controlada del aromatizante. Por ejemplo, los tipos representativos de materiales e ingredientes útiles para la fabricación de talones, cordones o bolitas esenciales aromatizados insolubles en agua pueden ser encontrados dentro de los filtros de cigarrillos disponibles en Camel Dark Mint, Camel Mandarin Mint, Camel Spice Crema, Camel Izmir Stinger, Camel Spice Twist, Camel Mandalay Lime y Camel Aegean Spice de R.J. Reynolds Tobacco Company.

Las cápsulas preferiblemente tienen una forma, tamaño y textura que proporcionan un uso conveniente y confortable. Más preferiblemente, la carga útil de las cápsulas no incluye granos, semillas, palos, nueces, u otros sólidos similares tales como sólidos relacionados con la comida tomados directamente de las plantas que no proporcionarían la liberación concentrada y controlada de un aromatizante. Otras configuraciones del objeto pueden ser usadas en combinación con una cápsula hueca. Opcionalmente, las combinaciones de formas diferentes de agentes aromatizantes pueden ser usadas para liberar combinaciones de aromas diferentes o de los mismos aromas. Cada forma de los agentes de aroma puede ser adaptada para proporcionar características de liberación diferentes del o de los ingredientes aromatizantes tales como, por ejemplo, liberación rápida, liberación retardada, liberación sostenida, o una combinación de ellas.

El tamaño y peso de cada cápsula puede variar dependiendo de las propiedades deseadas es para impartir al producto de tabaco. Las cápsulas preferidas generalmente tienen una forma esférica. No obstante, unas cápsulas apropiadas pueden tener otros tipos de formas, tal como formas generalmente rectilíneas, oblongas, elípticas, u ovals. Unas cápsulas esféricas más pequeñas a modo de ejemplo tienen unos diámetros de al menos aproximadamente 1,5 mm, generalmente al menos aproximadamente 2 mm, a menudo al menos aproximadamente 2,5 mm, y frecuentemente al menos aproximadamente 3 mm. Cápsulas esféricas más grandes ejemplares tienen unos diámetros de menos de aproximadamente 7 mm, generalmente menos que aproximadamente 6 mm, y a menudo menos de aproximadamente 5 mm. Preferiblemente las cápsulas tienen aproximadamente un diámetro de 3,5 mm. Las cápsulas individuales ejemplares menores pesan al menos aproximadamente 5 mg, aproximadamente al menos 15 mg, y frecuentemente al menos aproximadamente 25 mg. Las cápsulas individuales mayores ejemplares pesan menos de aproximadamente 75 mg, generalmente menos de aproximadamente 65 mg, y a menudo menos de aproximadamente 55 mg.

La cápsula puede ser a propósito triturada por la aplicación de una presión para liberar los ingredientes aromatizantes. Tal liberación de ingredientes aromatizantes puede alterar o mejorar el aroma del producto, así como ampliar el período de tiempo que un usuario puede disfrutar del producto.

El método para incorporar las cápsulas en los artículos de fumar puede variar. Por ejemplo, las cápsulas pueden ser incorporadas en artículos para fumar usando métodos como los divulgados en los documentos de propiedad conjunta U.S. Pat. Pub. N<sup>os</sup> 2007/0068540 de Thomas y otros, publicado el 29, Marzo, 2007, y 2007/0186941 de Holton y otros, publicado el 16, Agosto, 2007, y U.S. Pat. Appl'n. Ser. N<sup>o</sup> 11/760.983 presentado el 11, Junio, 2007 de Stokes y otros.

Preferiblemente, al menos una cápsula está incorporada dentro de cada artículo de fumar. Por ejemplo, una única cápsula puede estar incorporada dentro de cada artículo de fumar. Alternativamente, una pluralidad de cápsulas pueden estar incluidas dentro de cada artículo de fumar, y el número de cápsulas en cada artículo de fumar es preferiblemente seleccionado basándose en factores que incluyen el tamaño del artículo de fumar, el tamaño de la cápsula, la deseada sensación en la boca, el efecto sensorial deseado (por ejemplo, sabor, frío/calor) y similares. Si se desea, las cápsulas de tamaños diferentes y/o tipos diferentes (por ejemplo, materiales de la concha diferentes, propiedades de la concha diferentes tales como la forma o dureza y/o componentes contenidos en la cápsula diferentes) pueden ser incorporados dentro del producto. De esta manera, diferentes cápsulas pueden ser incorporadas en el producto para proporcionar las propiedades deseadas (por ejemplo, sensación en la boca, aroma, otro efecto sensorial), y/o para proporcionar la liberación de los componentes encapsulados en diferentes momentos durante el uso del producto. Por ejemplo, un primer ingrediente aromatizante puede ser liberado triturando una primera cápsula, y un segundo ingrediente aromatizante contenido en una segunda cápsula puede no ser liberado hasta un momento posterior cuando la segunda cápsula es triturada.

Con referencia a la Figura 1, una cápsula representativa 50 tiene generalmente una forma esférica. Tal cápsula posee una concha exterior 60 que rodea una carga útil interna 64. La concha exterior 60 tiene preferiblemente que encerrar la carga útil 64 de tal manera que la carga útil esté sellada herméticamente. La forma de la cápsula puede variar, pero la cápsula preferiblemente debe ser esférica. Más preferiblemente, las cápsulas tienen unos altos grados de redondez, y poseen unas especificaciones físicas coherentes (por ejemplo, dimensiones coherentes, pesos coherentes y formulaciones coherentes) con el fin de mejorar la capacidad de fabricar cigarrillos que incorporen esas cápsulas usando una maquinaria automática, y con el fin de producir cigarrillos de una calidad coherente. Las cápsulas apropiadas que pueden ser hechas por el método nuevo aquí discutido incluyen, pero no están limitadas a, cápsulas con mezclas encapsuladas de triglicéridos de cadena media y agentes aromatizantes.

La concha exterior o superficie 60 de la cápsula está preferiblemente construida de un material sólido algo rígido que tiene una tendencia a no gotear, tener fugas, romperse, o de otro modo perder su integridad entre el momento en que es fabricado y el momento en que es roto selectivamente por un fumador. Preferiblemente, la superficie exterior o pared 60 de la cápsula es un miembro de una pieza continuo sellado con el fin de reducir la posibilidad de fugas de la carga útil de la cápsula. La superficie 60 exterior preferida de la cápsula es lo suficiente frágil para la rotura rápida cuando es apretada por un fumador, pero no tan frágil que se rompa prematuramente durante la fabricación, empaquetado, envío y uso del cigarrillo que contiene tal cápsula. Esto es, la presión requerida para la rotura de la cápsula dentro del elemento de filtro es preferiblemente pequeña para ser fácilmente realizada usando los dedos del fumador, pero no tan baja para dar lugar a una rotura accidental del cigarrillo durante la fabricación, empaquetado, envío, y fumado. Además, la superficie exterior de la cápsula preferiblemente está realizada de un material que no reaccione adversamente con, o que de otro modo no afecte no deseablemente a, los componentes de la carga útil, el tabaco del cigarrillo, los componentes del elemento de filtro, o el humo de la corriente principal producida por el cigarrillo.

La carga útil 64 de la cápsula puede tener una forma que puede variar; y típicamente, la carga útil tiene la forma de un líquido, un gel, o un sólido (por ejemplo, un material cristalino o un polvo seco). La carga útil 64 puede incorporar componentes que ayudan a aromatizar o perfumar el humo de la corriente principal del cigarrillo. Alternativamente, la carga principal puede ser un agente refrescante del aliento del fumador, un agente desodorizante de la colilla del cigarrillo, un agente humidificante o enfriador del humo del cigarrillo, o una composición capaz de otro modo alterar la naturaleza o el carácter del cigarrillo.

La carga útil 64 más preferiblemente tiene una forma líquida. Tal carga útil puede incorporar un material aromático destinado a ser arrastrado al fumador independientemente de la presencia del humo de la corriente principal, o el material puede llegar a ser llevado dentro del humo de la corriente principal durante el arrastre por el fumador. Las cargas útiles preferidas tienen la capacidad de filtrarse o rezumar a lo largo del material de filtro del elemento de filtro (y en ciertas circunstancias, en la barra de tabaco), y por lo tanto de ser disponible para mezclarse con el humo arrastrado al fumador.

En una realización preferida la cápsula 50 posee una superficie exterior 60 compuesta por un material de formación de una película de base no animal y de una carga útil que incorpora un agente capaz de alterar la naturaleza o el carácter del humo de la corriente principal que pasa a través del elemento de filtro. Típicamente, la concha exterior 60 consta principalmente del material de formación de una película de base no animal, frecuentemente está comprendida por al menos aproximadamente el 80 por ciento en peso del material de formación de una película de base no animal, y preferiblemente consta esencialmente del material de formación de una película de base no animal. El material de formación de una película de base no animal es preferiblemente de un grado de alimentación. Se puede usar una amplia variedad del material de formación de una película de base no animal. En un ejemplo, el



5 material de formación de una película de base no animal contiene grupos carboxilo para reaccionar con los iones multivalentes. Más preferiblemente, el material de formación de una película de base no animal es alginato, almidón, almidón tratado químicamente, o pectina. Se puede usar cualquier método de tratamiento químico que aumente el número de grupos carboxilo en el material de formación de una película de base no animal. Más preferiblemente el material es un alginato. El tipo de el material de formación de una película de base no animal usado para construir la concha exterior de la cápsula facilita que la cápsula con la capacidad de ser expuesta a la triacetina (un plastificante común usado en la fabricación de filtros de cigarrillos) o al 1,2 propileno glicol (un componente de la cubierta del tabaco) durante períodos relativamente largos de tiempo sin experimentar una interacción desagradable (por ejemplo, la disolución de la gelatina en él). Las cápsulas pueden tener un color marrón, o algún otro color oscuro, para ayudar a fines de detección durante los procesos de fabricación automatizados.

15 En la realización preferida la carga útil es una mezcla de un agente o soporte aromatizante y diluyente. El agente diluyente preferido es un triglicérido, tal como triglicérido de cadena mediana, y más particularmente, una mezcla de grado de alimentación de triglicéridos de cadena media. Véanse, por ejemplo, Radzuan y otros, Porim Bulletin, 39, 33-38 (1999). Los aromatizantes de la carga útil pueden ser naturales o sintéticos, y el carácter de estos aromas puede ser descrito, sin limitación, como fresco, suave, herbal, de confitería, floral, sabroso o con especias. Los tipos específicos de aromas incluyen, pero no están limitados a, vainilla, café, chocolate, crema, menta, menta verde, mentol, peppermint, gaulteria, lavanda, cardamomo, nuez moscada, cinamomo, clavo, cascarilla, sándalo, miel, jazmín, jengibre, anís, sage, regaliz, limón, naranja, manzana, pera, lima, cereza, fresa. Véase también Leffingwill y otros, Tobacco Flavoring for Smoking Products, R.J. Reynolds Tobacco Company 1972). Los aromatizantes pueden también incluir componentes que son considerados como humectantes, enfriadores, o suavizantes tales como el eucalipto. Estos aromas pueden ser provistos limpios (es decir, solos) o en una composición (por ejemplo, menta verde y mentol o naranja y cinamomo). Los aromas compuestos pueden estar combinados en una única cápsula como una mezcla, o como componentes de múltiples cápsulas colocadas dentro del elemento de filtro.

25 La cantidad de agente aromatizante y diluyente dentro de la cápsula puede variar. Las cantidades relativas de agente aromatizante y diluyente seleccionadas, así como la cantidad total de la mezcla de los dos pueden ser variadas, por ejemplo, para proporcionar diferentes experiencias sensoriales al fumador. En algunos casos el agente diluyente puede ser eliminado totalmente, y toda la carga útil puede estar compuesta de un agente aromatizante. Alternativamente, la carga útil puede ser casi totalmente compuesta por un agente diluyente, y solamente contener una muy pequeña cantidad de un agente aromatizante relativamente potente. En una realización que usa una cápsula de aproximadamente 3,5 mm de diámetro, el peso de la carga útil líquida (por ejemplo, el agente aromatizante y el agente diluyente) está preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 15 mg a aproximadamente 25 mg, y más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 20 mg a aproximadamente 22 mg. La composición preferida de la muestra del agente aromatizante y diluyente está en el intervalo de aproximadamente el 5 por ciento a aproximadamente el 25 por ciento del aromatizante, y más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente el 10 al 15 por ciento de aromatizante, en peso basado en el peso total de la carga útil, con el equilibrio siendo el agente diluyente.

40 El peso de la pared de la cápsula en comparación con el peso de la carga útil puede variar. Preferiblemente, la pared de la cápsula está en el intervalo de aproximadamente del 5 por ciento a aproximadamente el 50 por ciento, y más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente el 10 a aproximadamente el 30 por ciento del peso total de la cápsula. Para una cápsula representativa de aproximadamente 3,5 mm de diámetro, la pared de la cápsula pesa aproximadamente de 2 mg a aproximadamente 4 mg, y la carga útil pesa aproximadamente de 16 a aproximadamente 21 mg. El volumen de la carga útil típicamente puede ser aproximadamente del 50 por ciento a aproximadamente el 90 por ciento del volumen total de la cápsula (es decir, incluyendo la pared y la carga útil), preferiblemente aproximadamente del 70 por ciento a aproximadamente el 90 por ciento del volumen total de la cápsula, y más preferiblemente de aproximadamente el 80 por ciento a aproximadamente el 90 por ciento del volumen total de la cápsula.

50 La fuerza requerida para romper las cápsulas antes de ser insertadas en el elemento de filtro puede ser determinada usando un dispositivo determinante de la fuerza apropiado, el Shimpo Model N° FGV10X fabricado por Shimpo Instruments, una división del Nidel Group. Cuando se miden usando un dispositivo apropiado, tal como el dispositivo Shimpo, las cápsulas preferiblemente tienen unas resistencias a la trituración individuales en el intervalo de aproximadamente 100 a 2.000, más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 150 a 1.500, y todavía más preferiblemente en el intervalo de aproximadamente 250 a 1.000 (las unidades proporcionadas por el dispositivo Shimpo están en gramos).

60 Otras cápsulas y componentes de cápsulas que pueden ser fabricados por el método nuevo de la presente invención son del tipo expuesto en los documentos U.S. Pat. N°s 3.685.521 de Dock; 3.916.914 de Brooks y otros, y 4.889.144 de Tateno y otros; U.S. Pat. Appl. N° 2003/0098033 de MacAdam y otros; y PCT WO 03/009711 de Kim.

65 Con referencia a la Figura 2, se ha mostrado un artículo 10 de fumador, tal como un cigarrillo, que posee ciertos componentes representativos de un artículo para fumar. El cigarrillo 10 incluye una barra 15 generalmente cilíndrica de una carga o rollo de un material de relleno fumable 16 contenido en un material 20 de envoltura circunscrito. La barra 15 es convencionalmente referida como una "barra de tabaco". Los extremos de la barra de tabaco están

abiertos para exponer el material de relleno fumable. El cigarrillo 10 se muestra como teniendo una banda opcional 25 (por ejemplo un recubrimiento impreso que incluye un agente que forma una película, tal como almidón, etilcelulosa, o alginato de sodio) aplicada al material 20 de embalaje, y esa banda se circunscribe a la barra del cigarrillo en una dirección transversal al eje longitudinal del cigarrillo. Esto es, la banda proporciona una zona en la dirección transversal relativa al eje longitudinal del cigarrillo. La banda puede ser imprimida en la superficie interior del material de empaquetado (esto es, frente al material de filtro fumable) como se muestra, o menos preferiblemente, en la superficie exterior del material de empaquetado. Aunque el cigarrillo puede poseer un material de empaquetado que tiene una banda opcional, el cigarrillo puede también poseer un material de empaquetado que tiene además unas bandas separadas opcionales numeradas dos, tres o más.

En un extremo de la barra 15 de tabaco está el extremo de encendido 28, y en el otro extremo está situado un elemento de filtro 30. El elemento de filtro 30 situado contiguo a un extremo de la barra 15 de tabaco de modo que el elemento de filtro y la barra de tabaco estén alineados axialmente en una relación extremo con extremo, preferiblemente haciendo tope uno con otro. El elemento de filtro 30 puede tener una forma generalmente cilíndrica, y su diámetro puede ser esencialmente igual al diámetro de la barra de tabaco. Los extremos del elemento de filtro permiten el paso de aire y fumar a través de ellos. El elemento de filtro 30 incluye un material de filtro 40 (por ejemplo estopa de acetato de celulosa impregnada con un plastificador de triacetina) que está envuelto por encima a lo largo de la superficie de él que se extiende longitudinalmente con un material de envoltura obturadora 45. Esto es, el elemento 30 de filtro está circunscrito a lo largo de su periferia circunferencial o longitudinal exterior por una capa de envoltura obturadora 45, y cada extremo está abierto para exponer el material de filtro 40.

Dentro del elemento de filtro 30 está situada al menos una cápsula 50. El número de cápsulas dentro de cada elemento de filtro más preferiblemente es un número predeterminado, y ese número puede ser 1, 2, 3, o más. Más preferiblemente, cada elemento de filtro contiene una única cápsula. Preferiblemente, la cápsula está dispuesta dentro del material de filtro 40 del elemento de filtro, particularmente hacia la zona central del elemento de filtro. Más preferiblemente, la naturaleza del material de filtro 40 es tal que la cápsula 50 está asegurada o alojada en su sitio dentro del elemento de filtro 30. Cada cápsula 50 puede llevar una carga útil que incorpora un compuesto con el que se pretende introducir algún cambio en la naturaleza o carácter del humo de la corriente principal arrastrado a través de ese elemento de filtro (por ejemplo, un agente aromatizante). Esto es, la concha de la cápsula hueca 50 puede ser rota a la discreción del fumador para liberar la carga útil de la cápsula. Las cápsulas altamente preferidas son capaces de liberar el agente a la orden del usuario. Por ejemplo, una cápsula hueca rompible preferida que contiene una carga útil líquida es resistente a la liberación de la carga útil hasta el momento en que el fumador aplica una aplicación útil de fuerza física suficiente para romper la cápsula hueca. Típicamente, un material de filtro, tal como estopa de acetato de celulosa, es generalmente absorbente de materiales líquidos del tipo que comprenden la carga útil, y por lo tanto los componentes de la carga útil liberada son capaces de experimentar efecto de rezumado (o de otro modo experimentar movimiento o transferencia) en todo el elemento de filtro.

El elemento de filtro 30 está unido a la barra 15 de tabaco usando un material flexible 58 (por ejemplo, papel flexible impermeable al aire), que circunscribe toda la longitud del elemento de filtro 30 y una zona contigua de la barra 15 de tabaco. La superficie interior del material flexible 58 está asegurado fijamente a la superficie exterior de la envoltura obturadora 45 y la superficie exterior del material 20 de empaquetado de la barra de tabaco, usando un adhesivo adecuado; y por lo tanto, el elemento de filtro y la barra de tabaco están conectados uno a otro. El material flexible 58 que conecta el elemento 30 de filtro a la barra 15 de tabaco puede tener indicios (no mostrados) impresos en él. Un artículo de fumar ventilado o con aire diluido puede ser provisto de un medio de dilución de aire opcional, tal como una serie de perforaciones 62, cada una de las cuales se extiende a través del material flexible y la envoltura obturadora.

Las cápsulas pueden también ser usadas en productos de tabaco sin humo no mostrados aquí. Por ejemplo, las cápsulas pueden estar incorporadas dentro de una bolsa de tabaco snus de una manera similar a la descrita en el documento U.S. Pat. Pub. N° 2007/0186941 de Holton Jr. Y otros. Dependiendo del tamaño de la cápsula, uno o más de una cápsula rompible pueden estar dentro de una única bolsa de tabaco snus. La dureza de la cápsula puede ser modificada, por ejemplo, para proporcionar una propiedad rompible adecuada que sea aceptable a los dientes de un usuario que tritura la cápsula, o tal vez entre la mejilla y las encías.

#### EJEMPLO:

600 mg de alginato de sodio fueron añadidos lentamente a 20 mL de agua desionizada mientras era agitada. Después de disuelto en agua el alginato de sodio sólido, se añadieron 0,2 mL de glicerol a la solución mientras se agitaba para conseguir una solución beige. La solución de alginato de sodio y el aceite de soja (agua insoluble análoga del mentol) fueron añadidos gota a gota desde un dispositivo especialmente diseñado similar a una jeringa (con dos bombas para extruir dos soluciones diferentes) en una solución de aproximadamente el 5% de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  mientras se agitaba suavemente. Después de aproximadamente 30 minutos las cápsulas en bruto formadas en la solución de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  fueron transferidas a una solución de aproximadamente el 15% de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  para endurecer las cápsulas en bruto durante aproximadamente 12 horas. La mayoría de las cápsulas en bruto se situaron en el fondo de la solución. A continuación, las cápsulas endurecidas fueron secadas por remojo en un pañuelo de papel y aire secando a una temperatura ambiente durante aproximadamente 1 hora. Las cápsulas fueron selladas herméticamente para impedir una posible retracción.

- 5 Las dos bombas extruyen el alginato de sodio en glicerol y aceite de soja a velocidades diferentes  $V_1$  y  $V_2$ , respectivamente. Cuanto más rápido fue extruida la solución de alginato de sodio en glicerol (valor de  $V_1$  mayor), menos aceite fue encapsulado en las cápsulas. Similarmente, cuanto más rápido fue extruido el aceite de soja (valor de  $V_2$  mayor), más aceite fue encapsulado en las cápsulas. Una relación adecuada de  $V_1$  y  $V_2$  podría ser elegida para conseguir una relación concha/aroma deseable. Además, la distancia para que una gota caiga del dispositivo de extrusión en la solución de nitrato férrico tiene que ser suficientemente grande para que la gota tenga tiempo suficiente para formar una gotita sustancialmente esférica. Por ejemplo, una distancia de más de aproximadamente 10 30 cm en el actual ejemplo.
- 15 Cuando la gotita esférica encuentra los iones  $Fe^{3+}$  en la solución, los geles de alginato férrico se formarían casi inmediatamente. No obstante, si la gotita encuentra los iones  $Fe^{3+}$  en una alta concentración, por ejemplo, una solución férrica con más del 10% en peso, la gelatación en la superficie de la gotita sustancialmente bloquearía la difusión del  $Fe^{3+}$  en la parte interior de la gotita. Por lo tanto, es necesario usar una solución con una concentración de  $Fe^{3+}$  inferior primero para formar unos geles en bruto relativamente suaves. Los geles en bruto pueden a continuación ser endurecidos para formar las cápsulas en una solución con una concentración de  $Fe^{3+}$  superior.
- 20 El diámetro de la abertura del dispositivo y la viscosidad de la solución de alginato de sodio afectan al diámetro de las cápsulas formadas. Cuanto mayor sea la abertura del dispositivo y más viscosa sea la solución de alginato de sodio usada, se producen unas cápsulas mayores, y viceversa. Además, las cápsulas formadas tienen una mayor resistencia a la trituración si se usa más alginato férrico y menos agua en la composición del recubrimiento, y viceversa. La función del glicerol es mantener el agua dentro de las cápsulas. De este modo, cuanto más glicerol se use, las cápsulas formadas tienden a tener una resistencia menor a la trituración.
- 25 Las cápsulas preparadas fueron esféricas, suaves, uniformes y marrones en apariencia. El diámetro de las cápsulas fue aproximadamente de 3,4 mm y la resistencia a la trituración fue aproximadamente de 900 g. El aceite de soja fue difundido en el papel colocado debajo de las cápsulas cuando las cápsulas fueron trituradas. De acuerdo con el peso de las cápsulas antes y después de la trituración, el aceite de soja comprendía más del 80% en peso de las cápsulas.
- 30 Muchas modificaciones y otras realizaciones de la invención vendrán a la mente de un experto en la técnica a la que pertenece esta invención que tengan las ventajas de las enseñanzas expuestas en la anterior descripción; y será evidente a los expertos en la técnica que se pueden realizar variaciones y modificaciones de la presente invención. Por lo tanto, se ha de entender que la invención no está limitada a las realizaciones específicas divulgadas y que se pretende que modificaciones y otras realizaciones sean incluidas dentro del alcance de las reivindicaciones anejas.
- 35

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para fabricar cápsulas rompibles que son útiles para incorporar en un producto de tabaco, comprendiendo el método:
- 5 formar una pluralidad de gotitas que comprenden una composición del núcleo y una composición del recubrimiento, comprendiendo la composición del recubrimiento un material que se gelata en contacto con un ion multivalente;
- 10 introducir la pluralidad de gotitas en una primera solución acuosa que tiene una primera concentración de un primer ion multivalente de modo que la composición del recubrimiento de la pluralidad de gotitas se gelate para formar una pluralidad de cápsulas en bruto, siendo dicha primera concentración menor del 10% en peso y manteniendo las gotitas en la primera solución durante menos de 1 hora; e
- 15 introducir la pluralidad de cápsulas en bruto en una segunda solución acuosa que tiene una segunda concentración de un segundo ion multivalente, en donde la segunda concentración es mayor que la primera concentración, de modo que la composición del recubrimiento de la pluralidad de cápsulas en bruto se endurece para formar una pluralidad de cápsulas rompibles, siendo dicha segunda concentración mayor del 5% en peso y manteniendo las cápsulas en bruto en la segunda solución durante más de 1 hora.
- 20 2. El método para fabricar cápsulas rompibles de la reivindicación 1, en donde la formación de una pluralidad de gotitas comprende coextrusionar la composición del núcleo a través de un orificio central y la composición del recubrimiento a través de un orificio anular concéntrico que rodea el orificio central para formar una pluralidad de gotitas que comprende la composición del núcleo rodeada por la composición del recubrimiento.
- 25 3. El método para fabricar cápsulas rompibles de la reivindicación 1 o 2, en donde el primer ion multivalente y el segundo ion multivalente son cada uno seleccionado independientemente del grupo que consta de los iones hierro y calcio.
- 30 4. El método para fabricar cápsulas rompibles de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el material comprende un material de formación de una película de base no animal seleccionado de un grupo que consta de alginato, almidón, almidón tratado químicamente y pectina.
- 35 5. El método para fabricar cápsulas rompibles de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde las cápsulas fabricadas tienen una resistencia a la trituración de 250 g a 1.000 g medida por el dispositivo determinante de la fuerza Shimpo Model N° FGV10X de Shimpo Instruments.

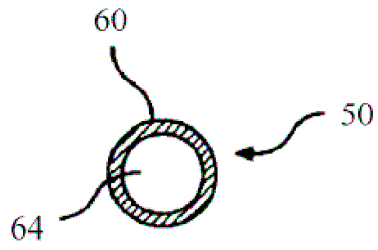


FIG. 1

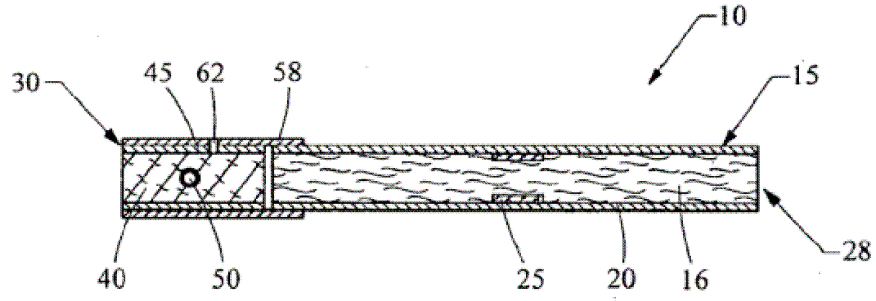


FIG. 2