

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 663 350**

51 Int. Cl.:

A24B 15/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.03.2011 PCT/EP2011/001501**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2011 WO11116975**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.03.2011 E 11715399 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 2552247**

54 Título: **Perlas de tabaco mentoladas con liberación controlada**

30 Prioridad:

26.03.2010 US 748259

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

12.04.2018

73 Titular/es:

**PHILIP MORRIS PRODUCTS S.A. (100.0%)
Quai Jeanrenaud 3
2000 Neuchâtel, CH**

72 Inventor/es:

**KARLES, GEORGIOS D.;
ZHUANG, SHUZHONG y
ZENG, YI**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 663 350 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

Perlas de tabaco mentoladas con liberación controlada

5 Antecedentes

Se describen perlas de tabaco encapsuladas que tienen estabilidad de almacenamiento mejorada con liberación controlada de saborizantes.

10 El documento WO 2006/090290 A1 describe artículos para fumar que comprenden perlas de tabaco. Las perlas de tabaco comprenden partículas de tabaco y pueden comprender además un aglutinante seco, un aglutinante líquido, saborizantes, revestimientos de liberación controlada y sus combinaciones.

15 Resumen

De conformidad con una modalidad, un artículo para fumar comprende una o más perlas de tabaco encapsuladas, la una o más perlas de tabaco encapsuladas comprenden un núcleo que comprende partículas de tabaco y mentol y una capa de revestimiento externa que comprende un gel iónicamente reticulado. La capa de revestimiento externa tiene un grosor de 2 µm a 40 µm. El revestimiento de gel comprende alginato con una relación de unidades de gularónico con manurónico de aproximadamente 0,4:1 a 0,6:1.

20 Preferentemente, la una o más perlas de tabaco encapsuladas comprenden además una capa de revestimiento interna que comprende hidroxipropil metilcelulosa o pectina. Preferentemente, el núcleo comprende mentol encapsulado.

25 De conformidad con otra modalidad, un proceso para fabricar perlas de tabaco encapsuladas para su uso en un artículo para fumar comprende mezclar partículas de tabaco y mentol en una solución acuosa para formar una masa húmeda; extrudir la masa húmeda para formar extruidos; esferonizar los extruidos para formar perlas de tabaco; secar las perlas de tabaco; poner en contacto las perlas con una solución que comprende un catión; e introducir las perlas de tabaco puestas en contacto en una solución de material de revestimiento en una concentración efectiva para inducir la gelificación iónica del material de revestimiento alrededor de las perlas, para formar perlas de tabaco encapsuladas que tienen revestimientos de gel que tienen un grosor de 2 µm a 40 µm, en donde los revestimientos de gel comprenden alginato con una relación de unidades de gularónico con manurónico de aproximadamente 0,4:1 a 0,6:1.

35 En una modalidad adicional, la puesta en contacto con la solución que comprende el catión ocurre en un lecho fluidizado de manera simultánea con el secado de las perlas de tabaco.

40 Breve descripción de los dibujos

Las diversas modalidades se describirán a continuación en mayor detalle con referencia a las modalidades preferidas ilustradas en los dibujos acompañantes.

45 las Figuras 1A y 1B son imágenes de microscopía electrónica de barrido ambiental (ESEM) de perlas de tabaco mentoladas cubiertas en pectina;

la Figura 2 es un gráfico que muestra las pérdidas de peso de perlas de tabaco mentoladas cubiertas en hidroxipropil metilcelulosa ("HPMC") y cubiertas en pectina como una función del tiempo en un horno de vacío;

las Figuras 3A y 3B son imágenes de ESEM de perlas de tabaco recubiertas de alginato reticulado (revestimiento seco); y

50 la Figura 4 es una imagen de ESEM de una perla de tabaco mentolada cubierta en HPMC/alginato reticulado.

Descripción detallada

55 Generalmente

Como se usa en la presente descripción, el término "aproximadamente" cuando se usa en conjunto con un valor numérico o intervalo indicado, denota algo más o algo menos que el valor o intervalo indicado, dentro de un intervalo de ±10 % del indicado.

60 Como se usa en la presente descripción, se pretende que los términos "material de tabaco" o "tabaco" incluyan tabaco (por ejemplo, picadura, polvo de tabaco, etc.) y materiales sustitutos de tabaco (por ejemplo, productos vegetales o de plantas tales como lechuga triturada). Por lo tanto, el tabaco y los materiales sustitutos de tabaco se proporcionan en la presente descripción.

65 El material de tabaco, como se mencionó anteriormente, puede ser un material de tabaco o un material sustituto de tabaco. Los materiales de tabaco ilustrativos pueden fabricarse de tabaco cortado o molido y pueden incluir aditivos

saborizantes y/o humectantes. Ejemplos de tipos adecuados de materiales de tabaco que pueden usarse incluyen, pero no se limitan a, tabaco curado al humo, tabaco Burley, tabaco Maryland, tabaco oriental, tabaco raro, tabaco de especialidad, tabaco reconstituido, tabaco cultivado, sus mezclas y similares.

5 El material de tabaco puede proporcionarse en cualquier forma adecuada, que incluye, pero no se limita a, lámina de tabaco, materiales de tabaco procesado, tales como tabaco de volumen expandido o hinchado, o tabaco molido, venas de tabaco procesado, tales como venas laminadas y cortadas o hinchadas y cortadas, materiales de tabaco reconstituido, sus mezclas, y similares. También pueden usarse sustitutos de tabaco o tabaco genéticamente modificado.

10 Adicionalmente, como se mencionó anteriormente, el material de tabaco puede comprender un material sustituto de tabaco. Los materiales sustitutos de tabaco ilustrativos pueden fabricarse de fibras vegetales o plantas, o similares, y pueden incluir aditivos saborizantes, humectantes o una combinación de estos. Ejemplos de tipos adecuados de materiales sustitutos de tabaco que pueden usarse incluyen, pero no se limitan a, lechuga, algodón, lino, fibras celulósicas, sus mezclas y similares.

15 De conformidad con una modalidad, se proporcionan los artículos para fumar que comprenden una o más perlas de tabaco con una estructura de carcasa del núcleo. Estas perlas de tabaco pueden proporcionar una o más de: (1) vida útil extendida de la carcasa y estabilidad del producto; (2) suministro controlado de saborizante; (3) exposición potencialmente reducida a compuestos específicos de tabaco; y (4) atributos sensoriales mejorados.

20 Dichas perlas de tabaco pueden proporcionar los atributos mencionados anteriormente ya que, la capa de revestimiento de gel externa puede proporcionar una liberación controlada de saborizante y puede proporcionar la reducción de compuestos específicos de tabaco al funcionar como una barrera a los compuestos en sí o a los compuestos unidos a un agente secuestrante.

25 Las perlas de tabaco pueden usarse en artículos para fumar, como se describe en la Solicitud de Patente de Estados Unidos núm. 2007/0000505 de titularidad compartida.

30 Núcleo

El núcleo de la perla de tabaco encapsulada es una perla esferonizada que comprende partículas de tabaco y mentol. Las partículas de tabaco son preferentemente tabaco molido fino. El mentol puede ser mentol convencional o mentol encapsulado. Por ejemplo, el polvo de goma de mentol encapsulado CR200 comercialmente disponible, que contiene 80 % en peso de mentol y 20 % en peso de goma arábiga (TasteTech, Reino Unido), es una forma preferida de mentol.

35 Opcionalmente, se incluyen otros saborizantes. Los saborizantes pueden ser solubles o insolubles en agua o solventes orgánicos, tales como etanol o propilenglicol. Los saborizantes pueden encapsularse además para el suministro controlado. Los saborizantes y aromas adecuados incluyen, pero no se limitan a, cualquier saborizante o aroma natural o sintético, tal como tabaco, humo, menta, tal como menta verde y hierbabuena, chocolate, regaliz, saborizantes cítricos y otras frutas, gamma octalactona, vainillina, etil vainillina, saborizantes para refrescar el aliento, saborizantes de especias tales como canela, salicilato de metilo, linalool, aceite de bergamota, aceite de geranio, aceite de limón, y aceite de jengibre. Otros saborizantes y aromas adecuados pueden incluir compuestos de saborizantes seleccionados del grupo que consiste en un ácido, un alcohol, un éster, un aldehído, una cetona, una pirazina, combinaciones o sus mezclas y similares. Compuestos de saborizantes adecuados pueden seleccionarse, por ejemplo, del grupo que consiste en ácido fenilacético, solanona, megastigmatrienona, 2-heptanona, alcohol de bencilo, acetato de cis-3-hexenilo, ácido valérico, aldehído valérico, éster, terpeno, sesquiterpeno, nootkatona, maltol, damascenona, pirazina, lactona, anetol, ácido isovalérico, sus combinaciones y similares.

40 Saborizantes naturales y artificiales ilustrativos adicionales incluyen menta verde, hierbabuena, gaulteria, canela, chocolate, vainillina, regaliz, clavo, anís, sándalo, geranio, aceite de rosas, vainilla, aceite de limón, casia, hinojo, jengibre, etilacetato, acetato de isoamilo, isobutirato de propilo, butirato de isobutilo, etilbutirato, etilvalerato, bencilformato, limoneno, cimeno, pineno, linalool, geraniol, citronelol, citral, aceite de menta verde, aceite de naranja, aceite de cilantro, borneol, extracto de fruta, y similares. Agentes saborizantes y de aroma adicionales particularmente preferidos are aceites esenciales y esencias de café, té, cacao, y menta.

45 Los siguientes porcentajes de componentes en el núcleo de la perla de tabaco se enumeran por por ciento en peso del componente en el núcleo y la capa de revestimiento interna opcional, medidos después del secado y/o revestimiento con una capa de revestimiento interna opcional, y antes del encapsulado con un revestimiento de gel.

50 El mentol y el saborizante opcional pueden estar presentes en el núcleo de la perla de tabaco en una cantidad combinada de aproximadamente 0,001 % en peso a aproximadamente 50 % en peso. Con mayor preferencia, la cantidad es de aproximadamente 1 % en peso a aproximadamente 40 % en peso. Con la máxima preferencia, la cantidad es de aproximadamente 10 % en peso a aproximadamente 30 % en peso.

- 5 El núcleo de las perlas de tabaco puede comprender además uno o más de edulcorantes naturales, edulcorantes artificiales y agentes acidificantes. Los edulcorantes preferidos incluyen edulcorantes solubles en agua tales como monosacáridos, disacáridos y polisacáridos (por ejemplo, xilosa, ribosa, sacarosa, maltosa, fructosa, glucosa, manosa). Además, o como alternativa a los edulcorantes, las perlas de tabaco pueden comprender agentes acidificantes tales como ácido acético, ácido adípico, ácido cítrico, ácido láctico, ácido maleico, ácido succínico, ácido tartárico, y sus mezclas. Una cantidad adecuada de los edulcorantes y/o agentes acidificantes puede ser de aproximadamente 0,001 % en peso a aproximadamente 5 % en peso. Con mayor preferencia, la cantidad es de aproximadamente 0,1 % en peso a aproximadamente 2 % en peso.
- 10 Los humectantes pueden agregarse al núcleo de las perlas de tabaco para mantener y proteger los niveles de humedad del material de tabaco en las perlas de tabaco. Los humectantes en el núcleo de las perlas de tabaco incluyen glicerol y propilenglicol. Se nota que los humectantes pueden proporcionarse además para un efecto conservante, ya que la actividad del agua del producto puede disminuirse, reduciendo así el crecimiento de microorganismos. Adicionalmente, los humectantes pueden usarse para proporcionar una sensación de humedad
- 15 más alta en un material de tabaco más seco (o material sustituto de tabaco) o un material de tabaco sin humo más seco. El humectante puede estar presente en el núcleo en una cantidad de aproximadamente 0,001 % en peso a aproximadamente 5 % en peso. Con mayor preferencia, la cantidad es de aproximadamente 0,1 % en peso a aproximadamente 2 % en peso.
- 20 El núcleo de las perlas de tabaco puede incluir además aglutinantes tales como materiales basados en mono o polisacáridos, celulosas modificadas, etc. Una cantidad adecuada de los aglutinantes en el núcleo puede ser hasta aproximadamente 20 % en peso y con mayor preferencia la cantidad puede ser hasta aproximadamente 10 % en peso.
- 25 Los almidones y/o los éteres de celulosa pueden agregarse al núcleo como un agente espesante o agente aglutinante. Los polímeros tales como pirrolidona polivinílica (la cual sirve preferentemente además como un agente secuestrante) y alcohol polivinílico, y gomas tales como goma de xantano, goma arábica, y goma de acacia pueden usarse como agentes espesantes. Generalmente, la rigidez de las perlas de tabaco puede aumentarse y la tasa de disolución (es decir, la disolución tras la exposición a la humedad) puede disminuirse al aumentar el peso molecular
- 30 promedio de los polímeros usados. Los agentes espesantes pueden agregarse al núcleo de las perlas de tabaco para aumentar el módulo (es decir, la rigidez) de las perlas de tabaco y disminuir la propensión a la deformación de las perlas de tabaco durante o después del secado (por ejemplo, durante el almacenamiento). Los agentes espesantes pueden comprender hasta aproximadamente 20 % en peso y con mayor preferencia hasta aproximadamente 5 % en peso.
- 35 Los tensoactivos también pueden agregarse al núcleo de las perlas de tabaco. Los tensoactivos incluyen, pero no se limitan a, los mono y diglicéridos de ácidos grasos, lactilatos, ácido plurónico, ésteres de polioxietileno sorbitol, latanol, y lauril sulfato de sodio. Los tensoactivos pueden estar presentes en el núcleo en una cantidad de hasta aproximadamente 10 % en peso y con mayor preferencia en una cantidad de hasta aproximadamente 2 % en peso.
- 40 El núcleo de las perlas de tabaco puede comprender además agentes estabilizantes. Los agentes estabilizantes ilustrativos son gomas tales como goma de guar, goma de xantano, goma garrofin, y carragenanos. Los agentes estabilizantes pueden estar presentes en el núcleo en una cantidad de hasta 10 % en peso y con mayor preferencia en una cantidad de hasta aproximadamente 2 % en peso de la composición final de las perlas de tabaco.
- 45 Las perlas de tabaco pueden comprender además antioxidantes, conservantes o una combinación de estos. Antioxidantes ilustrativos incluyen ácido ascórbico, vitamina E y piro-sulfato de sodio. Conservantes ilustrativos incluyen ácido acético, ácido benzoico, ácido cítrico, ácido láctico, ácido málico, ácido sórbico, y ácido tartárico. Una cantidad adecuada de los antioxidantes y/o conservantes en el núcleo puede ser hasta aproximadamente 5 % en peso y con mayor preferencia hasta aproximadamente 2 % en peso.
- 50 Los agentes plastificantes también pueden agregarse al núcleo de las perlas de tabaco. Los agentes plastificantes pueden usarse para controlar la rigidez de las perlas de tabaco, así como la viscosidad de la masa húmeda de la cual se preparan las perlas de tabaco. Agentes plastificantes ilustrativos incluyen monoacetina, diacetina, triacetina, glicoles tales como polietilenglicol y propilenglicol, alcoholes polihídricos tales como glicerina y sorbitol, aceites minerales, aceites vegetales, glicerol y ésteres de glicerol tales como triacetato de glicerol. Los agentes plastificantes pueden estar presentes en el núcleo en una cantidad de hasta aproximadamente 20 % en peso y con mayor preferencia en una cantidad de hasta aproximadamente 5 % en peso.
- 55 El núcleo de las perlas de tabaco incluye opcionalmente uno o más agentes secuestrantes, que incluyen agentes complejantes. Estos son agentes que pueden unir constituyentes específicos en el núcleo (por ejemplo, nitrosaminas específicas del tabaco) y reducir su difusión o transporte a la boca. Los agentes secuestrantes adecuados incluyen, pero no se limitan a, polivinilpolipirrolidona. Una cantidad adecuada de los agentes secuestrantes en el núcleo puede ser hasta aproximadamente 5 % en peso y con mayor preferencia hasta aproximadamente 2 % en peso.
- 60
- 65

El núcleo de las perlas de tabaco puede comprender además agentes de relleno para controlar las propiedades físicas de las perlas de tabaco (por ejemplo, textura, peso, etc.). Los agentes de relleno ilustrativos incluyen celulosa, óxido de titanio, silicato de magnesio (por ejemplo, talco), silicato de aluminio, carbonato de magnesio, carbonato de calcio (por ejemplo, caliza), fosfato de calcio, sulfato de calcio, óxido de zinc, óxido de aluminio, y sus mezclas. Los agentes de relleno pueden usarse para modificar la textura de las perlas de tabaco. Los agentes de relleno tales como sales de carbonato y fosfato pueden usarse además para ajustar el pH de las perlas de tabaco. De conformidad con una modalidad preferida, el pH de las perlas de tabaco es mayor que 5, con mayor preferencia mayor que 6 (por ejemplo, mayor que 6,5, 7, o 7,5). Los agentes de relleno pueden incorporarse en el núcleo en una cantidad de hasta aproximadamente 50 % en peso.

El núcleo de las perlas de tabaco puede comprender además pigmentos.

Capa de revestimiento

El núcleo de la perla de tabaco está rodeado esencialmente por al menos una capa de revestimiento. El revestimiento se aplica preferentemente a la perla de tabaco al poner en contacto la perla con un catión y después introducir la perla en una solución de material de revestimiento de manera que ocurre la gelificación iónica, creando así un revestimiento de gel alrededor de la perla de tabaco. El resultado es una perla de tabaco encapsulada que tiene una estructura de carcasa del núcleo. El revestimiento de gel preferentemente se hincha cuando se pone en contacto con agua, y proporciona una liberación sostenida deseada de los contenidos del núcleo.

El revestimiento de gel tiene un grosor de entre 2 μm y 40 μm .

Antes de la aplicación del revestimiento de gel, el núcleo puede primero recibir una capa de revestimiento interna opcional.

La capa de revestimiento puede incluir saborizantes, edulcorantes naturales, edulcorantes artificiales, agentes acidificantes, humectantes, aglutinantes, agentes espesantes, pigmentos, tensoactivos, agentes estabilizantes, eliminadores de oxígeno, antioxidantes, conservantes *etc.* y sus combinaciones. Estos aditivos se han descrito anteriormente con respecto al núcleo de las perlas de tabaco.

La capa de revestimiento es un polímero reticulado que se obtiene por gelificación iónica. De conformidad con una modalidad, los iones adecuados pueden seleccionarse del grupo que consiste en sodio, potasio, calcio, aluminio, lantano, magnesio, y bario.

De conformidad con una modalidad, dicho polímero puede seleccionarse de entre alginatos, pectinatos, y carragenanos. El polímero puede estar presente en la capa de revestimiento en una cantidad de hasta aproximadamente 95 % en peso, con mayor preferencia de aproximadamente 0,5 % en peso a aproximadamente 85 % en peso, y con la máxima preferencia de aproximadamente 10 % en peso a aproximadamente 75 % en peso con base en el peso total de la capa de revestimiento.

Múltiples capas de revestimiento pueden recubrirse en la superficie del núcleo de manera que cada capa de revestimiento es discreta y/o fusionada. Por ejemplo, las perlas de tabaco encapsuladas pueden comprender además al menos un segundo revestimiento que está fusionada al menos parcialmente al revestimiento de gel y/o discreta del revestimiento de gel. Un saborizante opcional puede ser el mismo o diferente en las múltiples capas de revestimiento cubiertas en la superficie del núcleo.

Además, la capa de revestimiento de gel (por ejemplo, la capa de revestimiento externa o más externa) se diseña para tener una porosidad específica la cual es una de las maneras principales para controlar una tasa de difusión de los componentes en el núcleo a través de la capa de revestimiento externa porosa. La porosidad de la capa de revestimiento externa se controla al ajustar la relación de unidades de gularónico con manurónico en el alginato.

La densidad de reticulación de los alginatos puede controlarse mediante la relación de unidades de M:G (ácido manurónico a ácido gularónico) en el alginato. La solución usada puede basarse preferentemente en alginato de sodio. Los alginatos que tienen un alto contenido de residuos de ácido manurónico (relación manurónico:gularónico mayor que 1:1 y preferentemente aproximadamente 1,5:1 a aproximadamente 3:1) son preferidos cuando el núcleo de la perla de tabaco encapsulada tiene una consistencia de fluido. En contraste, los alginatos que tienen un alto contenido de residuos de ácido gularónico (relación manurónico:gularónico menor que 1:1 y preferentemente aproximadamente 0,4:1 a aproximadamente 0,6:1) son preferidos cuando el núcleo de la perla de tabaco encapsulada tiene una consistencia de gel.

Proceso de fabricación de perlas de tabaco encapsuladas

De conformidad con una modalidad, un proceso para fabricar perlas de tabaco encapsuladas para su uso en un artículo para fumar comprende mezclar partículas de tabaco y mentol en una solución acuosa para formar una masa húmeda; extrudir la masa húmeda para formar extruidos; esfertonizar los extruidos para formar perlas de tabaco; poner en contacto las perlas con una solución que comprende un catión; e introducir las perlas de tabaco puestas en

contacto en una solución de material de revestimiento donde la concentración de material de revestimiento es efectiva para inducir la gelificación iónica del material de revestimiento alrededor de las perlas, para formar perlas de tabaco encapsuladas que tienen revestimientos de gel.

- 5 El proceso puede incluir además una etapa de pasteurización. Alternativa o adicionalmente, el proceso puede comprender además secar las perlas de tabaco encapsuladas que tienen revestimientos de gel.

10 La solución que comprende un catión preferentemente comprende agua, incluye opcionalmente un alcohol (preferentemente etanol) y uno o más cationes. Los cationes preferidos se seleccionan del grupo que consiste en sodio, potasio, calcio, aluminio, lantano, magnesio, y bario.

El material de revestimiento es preferentemente un material polimérico seleccionado de entre alginatos, pectinas, y carragenanos (por ejemplo, kappa-carragenanos).

- 15 Antes de introducir las perlas de tabaco puestas en contacto en una solución de material de revestimiento, las perlas de tabaco pueden comprender 24 % o más de mentol en peso.

20 Una o ambas de las perlas de tabaco y la capa de revestimiento puede comprender uno o más de (i) edulcorantes naturales, (ii) edulcorantes artificiales, (iii) al menos un humectante, (iv) al menos un aglutinante, (v) al menos un agente espesante, (vi) al menos un pigmento, (vii) al menos un tensoactivo, (viii) al menos un agente estabilizante, (ix) al menos un antioxidante, (x) al menos un conservante, y (xi) al menos un saborizante en adición al mentol.

25 Por ejemplo, la solución de material de revestimiento puede comprender un saborizante, el saborizante que se incorpora en los revestimientos de gel. El saborizante puede ser uno o más de: (a) sólido o líquido; (b) soluble o insoluble en agua o solventes orgánicos seleccionados del grupo que consiste en etanol, propilenglicol, y sus mezclas; (c) añadido en una forma encapsulada; (d) seleccionado del grupo que consiste en saborizantes naturales y sintéticos; y/o (e) seleccionados del grupo que consiste en menta verde, hierbabuena, gaulteria, mentol, canela, chocolate, vainillina, regaliz, clavo, anís, sándalo, geranio, aceite de rosas, vainilla, aceite de limón, casia, hinojo, jengibre, etilacetato, acetato de isoamil, isobutirato de propilo, butirato de isobutilo, etilbutirato, etilvalerato, bencilformato, limoneno, cimeno, pineno, linalool, geraniol, citronelol, citral, aceite de menta verde, aceite de naranja, aceite de cilantro, borneol, extracto de fruta, y sus combinaciones.

Un saborizante en el revestimiento puede ser el mismo o diferente al saborizante en el núcleo.

- 35 Las perlas de tabaco pueden comprender uno o más de (i) al menos un agente plastificante, (ii) agente complejante y/o secuestrante, (iii) al menos un agente de relleno, y (iv) al menos una proteína.

El poner en contacto con la solución que comprende el catión puede lograrse por pulverización, mojado, inmersión, revestimiento de tambor, y/o revestimiento de lecho fluidizado.

40 La masa húmeda puede prepararse en cualquier mezclador adecuado. Preferentemente, el mezclador es un mezclador planetario. Además, la masa húmeda puede extraerse a través de pantallas perforadas de tamaño adecuado y esferonizarse mediante el uso de un disco rotatorio que tiene una superficie ranurada.

45 La extrusión puede llevarse a cabo mediante el uso de extrusionadoras tales como las extrusionadoras de tipo de husillo, tamiz y cesta, rollo, y pistón. Además, la esferonización puede llevarse a cabo mediante el uso de una placa de fricción de giro que efectúa el redondeo de las partículas extruidas. Los detalles de las técnicas de extrusión y esferonización pueden encontrarse en la Patente de Estados Unidos núm. 5 725 886.

50 El agua se usa preferentemente para proporcionar a la masa húmeda las características reológicas deseadas. Por ejemplo, el contenido de agua puede ajustarse para lograr la plasticidad deseada, por ejemplo, el contenido de agua puede variar de 20 % a 80 % (preferentemente 40 a 60 %) en peso, o aproximadamente en proporciones de uno a cuatro a cuatro a uno de material líquido a seco. El contenido líquido de la masa húmeda se ajusta preferentemente para tener en cuenta el efecto en las características reológicas de la masa húmeda de cualquier otro componente agregado a esta para su inclusión en la perla de tabaco.

55 Las perlas de tabaco pueden producirse en forma de "esferoides" u "óvalos" que tienen sus diámetros más largos en el intervalo de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 2,5 mm o aproximadamente 3 mm, con mayor preferencia de aproximadamente 0,2 mm a aproximadamente 1,2 mm y con la máxima preferencia de aproximadamente 0,4 mm a aproximadamente 1,0 mm (y cualquier valor de 0,1 mm entre estos intervalos). Por ejemplo, las perlas de tabaco encapsuladas con revestimientos de gel pueden ser esencialmente esféricas con diámetros de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 2,5 mm.

65 Después de la esferonización, las perlas de tabaco húmedas se secan, preferentemente en un lecho fluidizado o un horno de convección convencional o un horno de vacío. Las perlas se secan preferentemente a un nivel de humedad de aproximadamente 0,5 % a aproximadamente 25 %, por ejemplo 10 % o 20 %.

El secado puede realizarse más de una vez, en diferentes etapas en el proceso, por ejemplo, durante o después de ponerlas en contacto con el catión y antes de introducir el material de revestimiento, después de formar el revestimiento de gel, y/o antes de ponerlas en contacto con el catión.

5 Después de la esferonización, las perlas se ponen en contacto con la solución que comprende el catión. En una modalidad, el catión se aplica mediante pulverización en un secador de lecho fluidizado inmediatamente después de la esferonización, preferentemente al mismo tiempo que se secan las perlas. Preferentemente, en el momento de poner en contacto las perlas con la solución que comprende el catión, las perlas contienen al menos 5 %, al menos 10 %, al menos 20 %, al menos 30 %, o al menos 40 % de humedad en peso.

10 La capa de revestimiento de gel preferentemente rodea esencialmente el núcleo y puede formarse de varios materiales de revestimiento. Si la capa de revestimiento externa es del tipo de alginato o pectinato, las perlas de tabaco se ponen en contacto primero preferentemente con una solución de cloruro de calcio u otro catión divalente adecuado. El cloruro de calcio es un agente de reticulación para alginatos y pectinatos. Si se usa kappa-carragenano para la capa de revestimiento externa, entonces se usan preferentemente cationes monovalentes tales como potasio para inducir la reticulación.

20 De conformidad con una modalidad, la capa de revestimiento externa puede formarse en las perlas de tabaco que se obtienen por el proceso descrito anteriormente al introducir las perlas de tabaco en una solución de alginato. La presencia de iones de Ca^{2+} lleva a la formación de una capa de revestimiento esférica alrededor del núcleo basado en tabaco. La solución de alginato puede incluir además aditivos tales como saborizantes, pigmentos, aglutinantes, estabilizadores de pH, etc., de manera que durante la formación de la capa de revestimiento estos aditivos están atrapados en la matriz de alginato. Los aditivos se han descrito anteriormente con respecto al núcleo.

25 De conformidad con otra modalidad, el revestimiento del núcleo con el material de revestimiento puede lograrse mediante un proceso de revestimiento de lecho fluidizado o de revestimiento en bandeja.

30 En una modalidad, después de que la capa de revestimiento se forma en el núcleo, el producto de la perla que tiene una estructura de carcasa del núcleo puede someterse a pasteurización. Pueden agregarse saborizantes adicionales a la perla de tabaco encapsulada que tiene una estructura de carcasa del núcleo después de que la estructura de carcasa del núcleo se ha formado.

35 En otra modalidad, la perla que tiene una estructura de carcasa del núcleo puede secarse para permitir una fluidez mejorada y facilidad de empaque.

La capa de revestimiento puede ser translúcida o esencialmente opaca.

40 Los saborizantes pueden mezclarse con la formulación basada en gelatina o azúcar, respectivamente. El saborizante que contiene aglutinantes puede combinarse además con los ingredientes sólidos para formar productos encapsulados del tipo de matriz.

Capa de revestimiento interna

45 La perla de tabaco encapsulada puede incluir opcionalmente una capa de revestimiento interna que rodea esencialmente el núcleo y debajo del revestimiento de gel.

50 Los materiales de revestimiento descritos anteriormente pueden usarse para la capa de revestimiento interna. Otros materiales de revestimiento adecuados para una capa de revestimiento interna son goma arábiga, KOLLICOAT IR (un copolímero de injerto de alcohol polivinílico-polietilenglicol), e hidroxipropil metilcelulosa (HPMC). Si la capa de revestimiento interna es de HPMC, se prefiere que la solución de catión comprenda un alcohol.

55 El revestimiento del núcleo con la capa de revestimiento interna puede lograrse mediante un proceso de revestimiento de lecho fluidizado o de revestimiento en bandeja. Si se usa el revestimiento de lecho fluidizado, entonces preferentemente el revestimiento con la capa de revestimiento interna ocurre de manera simultánea con el secado de las perlas de tabaco.

Varios usos de las perlas de tabaco

60 Estas perlas de tabaco pueden usarse en artículos para fumar tales como cigarrillos. En una modalidad, cuando múltiples capas de revestimiento se recubren en el núcleo y el núcleo y las capas de revestimiento tienen diferentes saborizantes, se proporciona una experiencia de múltiples sabores a un usuario durante un período de tiempo a medida que cada capa de revestimiento combustiona.

65 Una o más perlas de tabaco encapsuladas pueden incorporarse en un filtro de un artículo para fumar. Por ejemplo, un artículo para fumar puede comprender una varilla de tabaco libre de mentol y un filtro que comprende una o más perlas de tabaco de conformidad con la invención.

Las perlas de tabaco pueden usarse además en cigarrillos como portadores de saborizante que pueden añadirse a un filtro de cigarrillo para el suministro controlado de saborizante en el filtro como se describe en la Solicitud de Patente de Estados Unidos núm. 2007/0000505.

5 Las perlas de tabaco pueden ayudar además en la filtración selectiva cuando se usan en un cigarrillo debido a la incorporación de agentes aglutinantes selectivos en la capa de revestimiento externa o el núcleo de las perlas de tabaco.

10 En una modalidad, un artículo para fumar mentolado (tal como un cigarrillo) no contiene mentol en la varilla de tabaco, en cambio, el mentol se proporciona por medio de una o más perlas de tabaco en un filtro. Tal disposición simplifica el procesamiento del tabaco y elimina problemas tales como las manchas típicamente asociadas con aplicaciones directas de mentol al relleno de tabaco de la varilla de tabaco.

15 Además, cuando las perlas de tabaco se usan como relleno de tabaco de un artículo para fumar, puede lograrse una reducción en la formación de compuestos específicos de tabaco no deseados en el humo de la corriente principal. Sin querer estar sujetos a la teoría, una reducción en la formación de compuestos específicos de tabaco podría lograrse de esta manera: mientras se piroliza la capa de revestimiento externa, esta forma una capa de material carbonizado a través de la cual se transportan fácilmente saborizantes lábiles, pero los compuestos más pesados que resultan de la pirólisis del tabaco, y que tienden a particionarse en la fase del particulado, se restringen esencialmente de ser liberados.

Ejemplos

25 Los materiales usados en los siguientes Ejemplos se resumen como sigue. El tabaco molido (HV-305, HV-304, o LV 380) y el mentol sintético se usaron como se recibieron. El HPMC y la goma arábica (del árbol de acacia) se obtuvieron de Sigma-Aldrich (St. Louis, MO). El cloruro de calcio se obtuvo de Fisher Scientific (Fair Lawn, FL). El Kollicoat® IR (para "liberación instantánea"), un copolímero de injerto de alcohol polivinílico-polietilenglicol, está disponible de BASF (Belvidere, NJ). El polvo de goma de mentol encapsulado CR200 comercialmente disponible, que contiene 80 % en peso de mentol y 20 % en peso de goma arábica, fue suministrado por TasteTech (Reino Unido). Los colorantes alimenticios se obtuvieron de C. F. Sauer Company (Richmond, VA).

Ejemplo 1

35 Los siguientes subejemplos enumeran los métodos usados para crear perlas de tabaco. Las perlas de tabaco resultantes formadas están listas para el procesamiento adicional que incluye ponerlas en contacto con un catión y recubrir el material para formar un revestimiento de gel, por ejemplo, como se detalla en el Ejemplo 3 abajo.

40 Subejemplo A: 200 partes de tabaco molido, 75 partes de polvo de mentol (de goma arábica) CR200 (Tastetech, Reino Unido) y 108 partes de agua desionizada se mezclaron para formar una masa húmeda. La masa húmeda se extruyó con el uso de una extrusora de un único husillo (multigranulador MG-55 de LCI) a través de un troquel de abertura de 0,7 mm en forma de cúpula a una velocidad de extrusión de 60 rpm. Los extruidos resultantes se esferonizaron mediante el uso de un marumerizador QJ-230T de LCI a una velocidad de rotación de 1400 rpm por 6 minutos. Se obtuvieron esferoides húmedos con distribución de tamaño estrecho. Las perlas resultantes contuvieron 16 % en peso de mentol.

45 Subejemplo B: 126 partes de tabaco molido se mezclaron primero con 178 partes de agua desionizada. La mezcla se calentó en un horno y se mantuvo a 50 °C. El mentol sintético se derritió a 50 °C. Se mezclaron 162 partes de mentol derretido con la mezcla (polvo de tabaco)/(agua desionizada) para formar una masa húmeda. La masa húmeda se extruyó con el uso de una extrusora de un único husillo (multigranulador MG-55 de LCI) a través de un troquel de abertura de 0,7 mm en forma de cúpula a una velocidad de extrusión de 60 rpm. Los extruidos resultantes se esferonizaron mediante el uso de un marumerizador QJ-230T de LCI a una velocidad de rotación de 1400 rpm por 6 minutos. Se obtuvieron esferoides húmedos con distribución de tamaño estrecho. Los esferoides húmedos se secaron posteriormente en un lecho fluidizado (Mini Glatt, Alemania) a temperatura ambiente por 1 hora para eliminar el agua. Las perlas resultantes contuvieron 50 % en peso de mentol.

55 Subejemplo C: 126 partes de tabaco molido se mezclaron primero con 178 partes de agua desionizada. La mezcla se calentó en un horno y se mantuvo a 50 °C. El mentol sintético se derritió a 50 °C. Se mezclaron 162 partes de mentol derretido con la mezcla (polvo de tabaco)/(agua desionizada) para formar una masa húmeda. La masa húmeda se extruyó con el uso de una extrusora de un único husillo (multigranulador MG-55 de LCI) a través de un troquel de abertura de 0,7 mm en forma de cúpula a una velocidad de extrusión de 60 rpm. Los extruidos resultantes se esferonizaron mediante el uso de un marumerizador QJ-230T de LCI a una velocidad de rotación de 1400 rpm por 6 minutos. Se obtuvieron esferoides húmedos con distribución de tamaño estrecho. Los esferoides húmedos se recubrieron posteriormente con 5 % en peso de solución acuosa de hidroxipropil metilcelulosa en un revestidor de lecho fluidizado (Mini Glatt, Alemania) a 30 °C por 2 horas. Las perlas resultantes contuvieron 48 % en peso de mentol.

Subejemplo D: 50 partes de tabaco molido se mezclaron primero con 18 partes de agua desionizada. La mezcla se calentó en un horno y se mantuvo a 50 °C. Una mezcla de 50 partes de mentol sintético y 10 partes de manteca de cacao se derritió a 50 °C. La mezcla (mentol derretido)/(manteca de cacao) se mezcló con la mezcla (tabaco molido)/(agua desionizada) para formar una masa húmeda. La masa húmeda se extruyó con el uso de una extrusora de un único husillo (multigranulador MG-55 de LCI) a través de un troquel de abertura de 0,7 mm en forma de cúpula a una velocidad de extrusión de 60 rpm. Los extruidos resultantes se esferonizaron mediante el uso de un marumerizador QJ-230T de LCI a una velocidad de rotación de 1400 rpm por 6 minutos. Se obtuvieron esferoides húmedos con distribución de tamaño estrecho. Las perlas resultantes contuvieron 36 % en peso de mentol.

Subejemplo E: 50 partes de tabaco molido se mezclaron primero con 30 partes de agua desionizada. La mezcla se calentó en un horno y se mantuvo a 50 °C. 20 partes de mentol sintético se derritieron a 50 °C. El mentol derretido se mezcló con la mezcla (tabaco molido)/(agua desionizada) para formar una masa húmeda. La masa húmeda se extruyó con el uso de una extrusora de un único husillo (multigranulador MG-55 de LCI) a través de un troquel de abertura de 0,7 mm en forma de cúpula a una velocidad de extrusión de 60 rpm. Los extruidos resultantes se esferonizaron mediante el uso de un marumerizador QJ-230T de LCI a una velocidad de rotación de 1400 rpm por 6 minutos. Se obtuvieron esferoides húmedos con distribución de tamaño estrecho. Los esferoides húmedos se secaron posteriormente en un horno de convección bajo una presión de vacío de -5 en Hg a 35 °C por 2 horas para eliminar el agua. Las perlas resultantes contuvieron 24 % en peso de mentol.

Ejemplo 2

Las perlas de tabaco mentoladas se recubrieron con una capa de revestimiento interna como sigue mediante el uso de un revestidor de lecho fluidizado.

Las soluciones acuosas de HPMC a diferentes cantidades de HPMC (1, 2, 3 o 5 % en peso), 5 % en peso de solución acuosa de Kollicoat® IR, y 5 % en peso de solución acuosa de goma arábiga se usan para recubrir las perlas de tabaco mentoladas preparadas de conformidad con el Ejemplo 1 en un revestidor de lecho fluidizado ensamblado con un inserto Wurster (Mini Glatt, Glatt Corporation, Alemania). Para cada lote, la temperatura del revestimiento fue de 30 °C y el tiempo de revestimiento varió de 2 a 4 horas. La velocidad de flujo de la solución del polímero es 0,42 g/min. Este procedimiento de revestimiento fue efectivo para secar las perlas de manera que no se requirió ninguna etapa de secado por separado.

Las perlas resultantes con una capa de revestimiento de HPMC están listas para el procesamiento adicional al ponerlas en contacto con un catión y el material de revestimiento para formar un revestimiento de gel, como se detalla en el Ejemplo 4 abajo.

Ejemplo 3

Las perlas de tabaco mentoladas se recubrieron con alginato reticulado como sigue.

Las perlas de tabaco secas preparadas de conformidad con el Ejemplo 1 se ponen en contacto con una solución acuosa de cloruro de calcio (CaCl_2) de 5 % en peso por inmersión por 30 segundos y después se pusieron en contacto con una solución de alginato de sodio de 0,25 % en peso por inmersión por 15 minutos. Una capa delgada de alginato de calcio se forma en la superficie de las perlas de tabaco. Las perlas recubiertas se lavan con agua destilada y se secan en condiciones ambientales.

Ejemplo 4

Un método similar al del Ejemplo 3 se usa para formar un revestimiento de alginato reticulado en las perlas de tabaco recubiertas de HPMC obtenidas del Ejemplo 2, sin embargo, en este caso, se usó una solución de etanol de CaCl_2 de 15 % en peso en lugar de la solución acuosa de CaCl_2 de 5 % en peso.

Ejemplo 5

Las perlas de tabaco mentoladas preparadas de conformidad con el Ejemplo 1 se recubrieron con una solución de pectina de 2 % en peso en el revestidor de lecho fluidizado durante una etapa de secado. El tiempo de revestimiento fue de 4 horas. Las perlas resultantes están listas para el procesamiento adicional al ponerlas en contacto con un catión y el material de revestimiento para formar un revestimiento de gel.

Ejemplo 6

Las perlas de tabaco mentoladas se crearon usando mentol sintético derretido o polvo de goma de mentol CR200 como se describe en el Ejemplo 1. Las perlas se secaron al vacío a 30 °C por seis horas, después se sellaron en frascos y se almacenaron en condiciones ambientales durante la noche. Las perlas resultantes están listas para el

procesamiento adicional al ponerlas en contacto con un catión y el material de revestimiento para formar un revestimiento de gel.

Análisis y resultados

5 El grosor de la capa de revestimiento y las morfologías se caracterizaron a través de microscopía electrónica de barrido ambiental ("ESEM"). Las imágenes de ESEM de las perlas de tabaco mentoladas cubiertas en pectina se muestran en las Figuras 1A-B. La Figura 1A muestra una perla sin romper, mientras que la Figura 1B muestra una sección transversal de una perla rota. El revestimiento de pectina fue de 1,9 μm de grosor (Figura 1B), y el grosor del revestimiento fue bastante uniforme.

15 La liberación del mentol se analizó al examinar las pérdidas de peso de HPMC recubierto de 5 % en peso del Ejemplo 2 y de las perlas de tabaco mentoladas cubiertas en pectina de 2 % en peso del Ejemplo 5 en un horno de vacío a 30 °C. Dado que las perlas de tabaco mentoladas perdieron la mayor parte de su agua durante el revestimiento de lecho fluidizado, las pérdidas de peso aquí se atribuyeron en su mayoría a la pérdida de mentol. Los resultados se muestran en la Figura 2. La velocidad de liberación del mentol de perlas de tabaco mentoladas recubiertas de HPMC es ligeramente mayor que la velocidad de liberación de perlas recubiertas de pectina después del primer día. Esto indicó que un revestimiento de pectina puede proporcionar mejor protección para el mentol en perlas de tabaco mentoladas, aun cuando el revestimiento de pectina es más delgado. Sin querer estar sujetos a la teoría, se cree que esto se debe a que la pectina puede reaccionar con los iones de calcio en las partículas de tabaco, lo que puede ayudar a formar matrices más densas en las perlas.

25 Se secó una perla de tabaco formada como se describe en el Ejemplo 3. Una imagen de microscopio óptico del alginato reticulado en una perla de tabaco después del secado se muestra en las Figuras 3A y B (que muestran una perla sin romper y una rota, respectivamente). Las imágenes muestran que el alginato reticulado puede recubrirse exitosamente en las perlas mediante esta técnica. La superficie del revestimiento es lisa y varía en grosor de 16 μm a 40 μm .

30 Un revestimiento de dos capas de HPMC/alginato reticulado se obtuvo como se describe en el Ejemplo 4. Las imágenes de ESEM de perlas de tabaco recubiertas de HPMC/alginato reticulado se muestran en la Figura 4. Un revestimiento de dos capas se identificó en la mayor parte de las áreas en la perla. El grosor total de la capa de revestimiento fue de aproximadamente 30 μm a 40 μm .

35 Con respecto al Ejemplo 6 en donde se crearon las perlas de tabaco mentoladas mediante el uso de mentol sintético derretido o polvo de goma de mentol CR200, se encontró que el mentol cristalizado en las paredes de los frascos que contienen perlas hechas con mentol líquido sintético, pero no en las paredes de los frascos que contienen perlas hechas con polvo de goma de mentol encapsulado CR200. Esto demostró que el polvo de goma de mentol demoró la liberación de mentol de las perlas de tabaco mentoladas.

40 Aunque la invención se ha descrito con referencia a modalidades y ejemplos particulares, deberá entenderse que pueden realizarse varias modificaciones. Las distintas partes de la descripción que incluyen el resumen, la breve descripción de la invención, y el título no deben interpretarse como que limitan el alcance de la presente invención, ya que su propósito es permitir a las autoridades apropiadas, así como al público en general, determinar de manera rápida la naturaleza general de la invención. A menos que se use expresamente el término "medio", ninguna de las características o elementos enumerados en la presente descripción debe considerarse como limitaciones medio más función. En consecuencia, la invención está limitada solamente por las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un artículo para fumar que comprende una o más perlas de tabaco encapsuladas, la una o más perlas de tabaco encapsuladas comprenden:
 5 un núcleo que comprende partículas de tabaco y mentol,
 una capa de revestimiento interna; y
 una capa de revestimiento externa que comprende un gel iónicamente reticulado,
 en donde la capa de revestimiento externa tiene un grosor de 2 µm a 40 µm; y
 en donde el revestimiento de gel comprende un material seleccionado del grupo que consiste en alginatos,
 10 pectinas y carragenanos; y
 en donde el revestimiento de gel comprende alginato con una relación de unidades de gulurónico con
 manurónico de aproximadamente 0,4:1 a 0,6:1.
2. Un artículo para fumar de conformidad con la reivindicación 1, en donde la capa de revestimiento interna
 15 comprende hidroxipropil metilcelulosa o pectina.
3. Un artículo para fumar de conformidad con la reivindicación 1 o 2, en donde el mentol es mentol encapsulado.
4. Un artículo para fumar de conformidad con la reivindicación 3, en donde el mentol encapsulado comprende
 20 mentol encapsulado en una goma.
5. Un artículo para fumar de conformidad con cualquier reivindicación anterior, en donde la una o más perlas de
 tabaco encapsuladas comprenden además un agente secuestrante.
6. Un artículo para fumar de conformidad con la reivindicación 5, en donde el agente secuestrante comprende
 25 polivinilpirrolidona.
7. Un artículo para fumar de conformidad con cualquier reivindicación anterior, en donde el artículo para fumar
 comprende un filtro y la una o más perlas de tabaco encapsuladas se incorporan en el filtro.
8. Un proceso para fabricar perlas de tabaco encapsuladas para su uso en un artículo para fumar de
 30 conformidad con la reivindicación 1, el proceso comprende:
 mezclar partículas de tabaco y mentol en una solución acuosa para formar una masa húmeda;
 35 extruir la masa húmeda para formar extruidos;
 esferonizar los extruidos para formar perlas de tabaco;
 secar las perlas de tabaco;
 recubrir las perlas de tabaco con una capa de revestimiento interna;
 poner en contacto las perlas de tabaco recubiertas con la capa de revestimiento interna con una solución que
 40 comprende un catión; y
 introducir las perlas de tabaco puestas en contacto en una solución de material de revestimiento en una
 concentración efectiva para inducir la gelificación iónica del material de revestimiento alrededor de las perlas
 de tabaco, para formar perlas de tabaco encapsuladas que tienen un revestimiento de gel que tiene un grosor
 de 2 µm a 40 µm,
 45 en donde el revestimiento de gel es un material seleccionado del grupo que consiste en alginatos, pectinas y
 carragenanos; y en donde el revestimiento de gel comprende alginato con una relación de unidades de
 gulurónico con manurónico de aproximadamente 0,4:1 a 0,6:1.
9. Un proceso de conformidad con la reivindicación 8 en donde la capa de revestimiento interna comprende
 50 hidroxipropil metilcelulosa y la solución que comprende el catión comprende un alcohol.
10. Un proceso de conformidad con la reivindicación 8 en donde la capa de revestimiento interna comprende
 pectina.

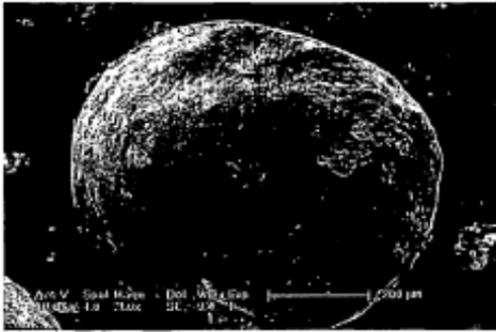


Figura 1A.

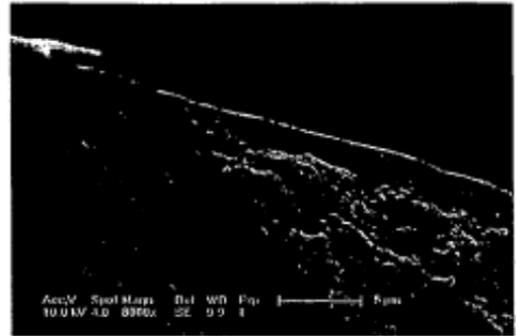


Figura 1B.

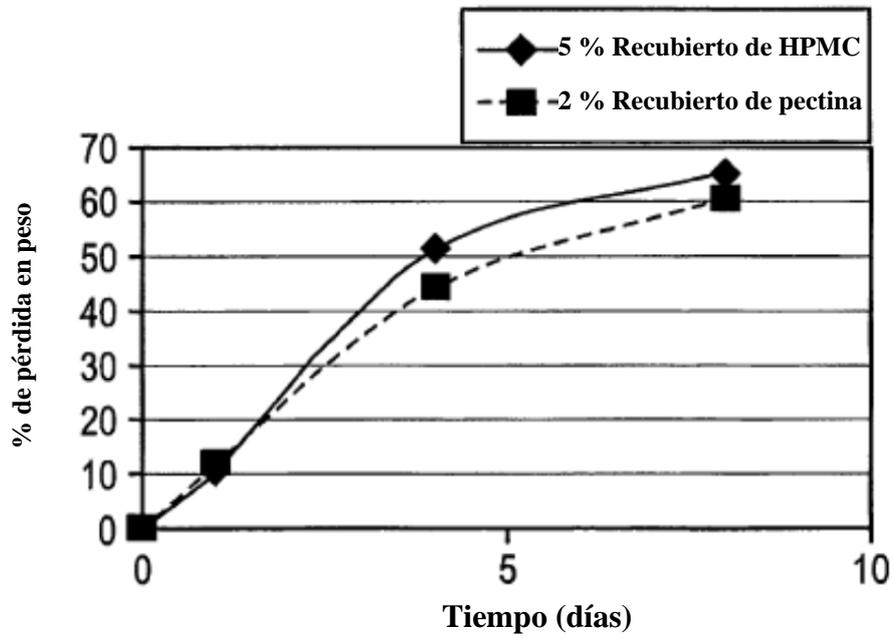


Figura 2

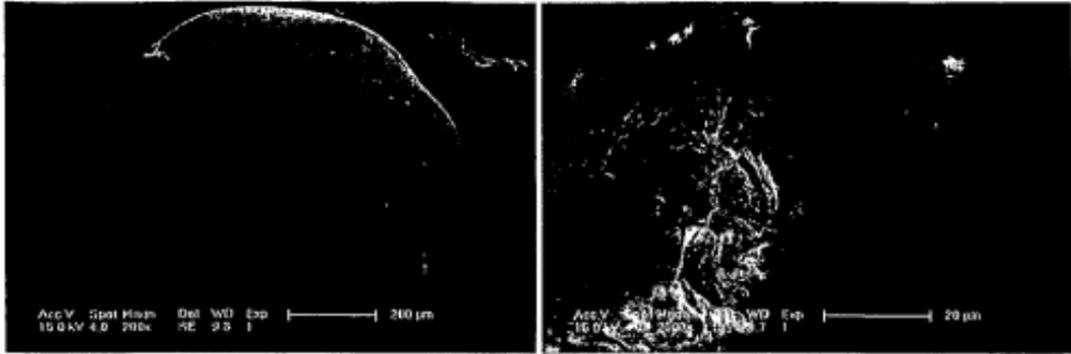


Figura 3A.

Figura 3B.

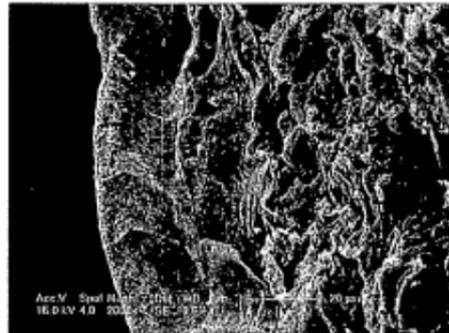


Figura 4