

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 705 165**

51 Int. Cl.:

**A24B 15/30** (2006.01)

**A24B 15/28** (2006.01)

**A24B 15/14** (2006.01)

**A24B 3/14** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **27.02.2012 PCT/JP2012/054827**

87 Fecha y número de publicación internacional: **07.09.2012 WO12118033**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **27.02.2012 E 12751885 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.10.2018 EP 2682007**

54 Título: **Método para producir una hoja que contiene fragancia para artículo para fumar**

30 Prioridad:

**02.03.2011 JP 2011045290**

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

**22.03.2019**

73 Titular/es:

**JAPAN TOBACCO INC. (100.0%)  
2-1, Toranomom 2-chome, Minato-ku  
Tokyo 105-8422, JP**

72 Inventor/es:

**TANAKA, YASUO y  
KUSAKABE, TATSUYA**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 705 165 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**

Método para producir una hoja que contiene fragancia para artículo para fumar

**Campo técnico**

5 La presente invención se refiere a un método para preparar una hoja que contiene aroma usada para un artículo para fumar.

**Técnica anterior**

Si se añade un componente volátil de aroma tal como mentol a tabaco cortado en estado de disolución, el componente de aroma se disipa durante el almacenamiento a largo plazo y el efecto del aroma no dura. Con el fin de solucionar dicho problema, se han llevado a cabo diversos informes.

10 Los Documentos de Patentes 1 y 2 divulgan que se coloca un componente de aroma en la parte del filtro de un cigarrillo con el componente de aroma revestido con un polisacárido natural para evitar la volatilización y disipación del componente de aroma; y el componente de aroma revestido se tritura presionándolo para liberar el aroma en el momento de la acción de fumar. El Documento de Patente 3 divulga que se coloca un componente de aroma en la parte del filtro de un cigarrillo con el componente de aroma revestido con una matriz soluble en agua tal como dextrina para evitar la volatilización y disipación del componente de aroma; y la matriz soluble en agua se disuelve por medio de la humedad en el humo de la corriente principal para liberar el aroma en el momento de la acción de fumar. De este modo, cuando se coloca el componente de aroma en la parte del filtro que no es una parte de combustión del cigarrillo, existe un lapso de tiempo hasta que el aroma se aprecia, ya que el aroma se libera presionando la parte del filtro en el momento de la acción de fumar o disolviendo la matriz soluble en agua por medio de la humedad en el humo de la corriente principal.

20 Por otra parte, los Documentos de Patente 4 a 6 presentan un ejemplo en el que se coloca un componente de aroma en una parte de combustión, es decir, tabaco cortado o un papel de cigarrillo que lo envuelve.

25 El Documento de Patente 4 divulga que un papel de cigarrillo que envuelve la carga de tabaco está revestido con un material de aroma en el que el componente de aroma se incorpora en la red tridimensional de las moléculas de glucano. El cigarrillo del Documento de Patente 4 tiene una buena propiedad de retención de aroma ya que el componente de aroma se fija y queda retenido cuando se incorpora a la red tridimensional de las moléculas de glucano. No obstante, el componente de aroma está presente en las moléculas de glucano en una cantidad relativamente pequeña (20 % en peso o menos). Por consiguiente, en caso de que el componente de aroma que requiere la adición de una cantidad relativamente grande, tal como mentol, la cantidad de mezcla del material de aroma en el cigarrillo se vuelve grande.

30 El Documento de Patente 5 divulga que "una sustancia de aroma estabilizada que es estable hasta 180 °C" se prepara por medio de mezcla de un aroma líquido con un sol de carragenina; dejando caer la mezcla en el interior de una disolución iónica (una disolución que contiene iones de potasio) para preparar un gel en forma de partículas; y secar el gel en el aire. No obstante, el método del Documento de Patente 5 requiere largos periodos de tiempo e instalaciones de gran tamaño con el fin de preparar una cantidad grande de material, ya que el gel granular se seca en el aire. Además, el método requiere la adición de un ion metálico (acelerador de formación de gel) con el fin de formar un gel.

35 El Documento de Patente 6 presenta que una hoja que contiene un componente de aroma revestido con un gel de polisacárido se produce por medio de secado de una suspensión que contiene un componente de aroma tal como metanol y el polisacárido; y la hoja se corta y los trozos cortados se añaden al tabaco cortado. De acuerdo con el informe, tarda una semana el secado de la suspensión a 40°C. El documento EP 2 279 677 A1 muestra un material que contiene aroma para cigarrillos en el que el aroma está revestido con un polisacáridos sin necesidad de añadir un agente de formación de gel tal como un cloruro metálico.

40 Como se ha descrito anteriormente, se han llevado a cabo diversos informes como técnica para evitar la volatilización del componente de aroma, pero todavía resulta necesario un método sencillo de preparación de un material de aroma que tenga un propiedad mejorada de retención de aroma tras el almacenamiento.

**Documentos de la técnica anterior**

Documento de patente

Documento de Patente 1: Solicitud Patente Japonesa KOKAI N.º Publicación 64-27461

Documento de Patente 2: Solicitud Patente Japonesa KOKAI N.º Publicación 4-75578

50 Documento de Patente 3: Documento Internacional N.º 2009-157240

Documento de Patente 4: Solicitud Patente Japonesa KOKAI N.º Publicación 9-28366

Documento de Patente 5: Solicitud Documento PCT Nacional N.º Publicación 11-509566

Documento de Patente 6: KOKAI N.º Publicación 2009-142159

## Sumario de la invención

### Problema a solucionar por medio de la invención

- 5 Un objetivo de la presente invención es proporcionar un método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar en un tiempo más corto, en el que la hoja tiene un elevado contenido en aroma, un rendimiento de aroma elevado, y una propiedad de elevada retención del aroma tras el almacenamiento, cuando se incorpora en un artículo para fumar. Se describe de forma adicional, pero no se reivindica, una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar que tiene una propiedad de elevada retención de aroma tras el almacenamiento cuando se  
10 incorpora en un artículo para fumar y se puede preparar en un tiempo más corto.

### Medios para solucionar el problema

- Los presentes inventores han examinado con el fin de solucionar los problemas. Como resultado de ello, han descubierto que incluso si se emplea una temperatura de secado elevada, es posible preparar una hoja que contiene aroma que tenga un elevado contenido de aroma y un elevado rendimiento de aroma y mantenga el elevado contenido  
15 de aroma incluso tras el almacenamiento, mediante el uso de carragenina o goma gelan como polisacárido y enfriamiento de la hoja una vez antes del secado térmico y posterior secado, en la preparación de una hoja que contiene aroma mediante secado térmico de una suspensión de materia prima que contiene un polisacárido, un aroma y un emulsionante. De este modo, han completado la presente invención.

- Es decir, de acuerdo con un aspecto de la presente invención, se proporciona un método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar, caracterizado por comprender: una etapa de extensión de la suspensión de materia prima sobre un sustrato, en el que la suspensión contiene un polisacárido que incluye al menos una de  $\kappa$ -carragenina y goma gelan, un aroma, un emulsionante y de un 70 % a un 95 % en peso de agua, tiene un contenido de aroma de 100 a 1000 % en peso basado en el polisacárido, y tiene una temperatura de 60 a 90 °C en estado de sol; una etapa de enfriamiento de la suspensión de materia prima a una temperatura de muestra de 0 a 30  
20 °C para formar un gel sin añadir un ion metálico; y una etapa de secado térmico que comprende calentar la materia prima gelificada y secado de la misma a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C, en el que la etapa de secado térmico se lleva a cabo durante un tiempo total de secado de 20 minutos o menos.

A continuación, "carragenina" debe comprenderse como " $\kappa$ -carragenina" en el contexto de la invención.

- De acuerdo con una realización preferida, el emulsionante es de un 0,5 a un 5 % en peso de lecitina, basado en el polisacárido. Alternativamente, de acuerdo con una realización preferida, el emulsionante es un éster seleccionado entre el grupo que consiste en éster de ácido graso de glicerina, poli(éster de ácido graso de glicerina), éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de propilen glicol y éster de ácido graso de sacarosa.

De acuerdo con una realización preferida, los polisacáridos están presentes en la suspensión de materia prima a una concentración de un 2 a un 5 % en peso.

- 35 De acuerdo con una realización preferida, el aroma es mentol. De acuerdo con una realización más preferida, el contenido de mentol está dentro de un intervalo de 250 a 500 % en peso, basado en el polisacárido.

Se describe de forma adicional, pero no se reivindica, una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar, caracterizado por que se prepara por medio del método anteriormente mencionado.

- Se describe de forma adicional, pero no se reivindica, un artículo para fumar que comprende tabaco cortado, caracterizado por que los trozos cortados de la hoja que contiene aroma anteriormente mencionada para un artículo para fumar se mezclan con el tabaco cortado.  
40

### Efecto de la invención

- De acuerdo con el método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar de la presente invención, es posible preparar una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar en un tiempo más corto en el que la hoja tiene un elevado contenido de aroma, un elevado rendimiento y una propiedad de elevada retención de aroma tras el almacenamiento, cuando se incorpora en un artículo para fumar. La hoja que contiene aroma descrita de forma adicional pero no reivindicada para artículo para fumar tiene una elevada propiedad de retención de aroma después del almacenamiento cuando se incorpora al cigarrillo y se puede preparar en un tiempo más reducido.  
45

### Breve descripción de los dibujos

- 50 La Figura 1 es un gráfico que muestra el contenido de mentol de hojas que contienen mentol tras períodos de almacenamiento.

## ES 2 705 165 T3

- La Figura 2A es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de una disminución de la temperatura de la disolución acuosa de goma gelan.
- La Figura 2B es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de un aumento de la temperatura de la disolución acuosa de goma gelan.
- 5 La Figura 3A es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra Comparativa N.º 1 durante la etapa de secado térmico.
- La Figura 3B es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra Comparativa N.º 2 durante la etapa de secado térmico.
- 10 La Figura 3C es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra Comparativa N.º 3 durante la etapa de secado térmico.
- La Figura 3D es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra N.º 4 durante la etapa de secado térmico.
- La Figura 3E es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra N.º 5 durante la etapa de secado térmico.
- La Figura 3F es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra N.º 6 durante la etapa de secado térmico.
- La Figura 3G es un gráfico que muestra la temperatura de la Muestra N.º 7 durante la etapa de secado térmico.
- 15 La Figura 4A es un gráfico que muestra los efectos de enfriamiento sobre el contenido de mentol tras el almacenamiento de las hojas que contienen mentol (ejemplos comparativos).
- La Figura 4B es un gráfico que muestra los efectos de enfriamiento sobre el contenido de mentol tras el almacenamiento de las hojas que contienen mentol (ejemplos preparados por medio del método de la presente invención).
- 20 La Figura 5 es un gráfico que muestra la relación entre la temperatura de enfriamiento y el contenido de mentol de las hojas que contienen mentol.
- La Figura 6 es un gráfico que muestra la relación entre el contenido de humedad de las hojas que contienen mentol y la tasa de retención de aroma de mentol.
- 25 La Figura 7A es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de una disminución de la temperatura de la disolución acuosa de carragenina.
- La Figura 7B es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de un aumento de la temperatura de la disolución acuosa de carragenina.
- La Figura 7C es un gráfico que muestra la temperatura de la muestra durante la etapa de secado térmico de una suspensión de materia prima que contiene carragenina como polisacárido.
- 30 La Figura 7D es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando una suspensión de materia prima que contiene carragenina como polisacárido.
- La Figura 7E es un gráfico que muestra la temperatura de la muestra durante la etapa de secado térmico de una suspensión de materia prima que contiene goma gelan como polisacárido.
- 35 La Figura 7F es un gráfico que muestra el contenido de mentol tras el almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando una suspensión de materia prima que contiene goma gelan como polisacárido.
- La Figura 7G es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de una disminución de la temperatura de la disolución acuosa de pectina.
- La Figura 7H es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de un aumento de la temperatura de la disolución acuosa de pectina.
- 40 La Figura 7I es un gráfico que muestra la temperatura de la muestra durante la etapa de secado térmico de una suspensión de materia prima que contiene pectina como polisacárido.
- La Figura 7J es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando una suspensión de materia prima que contiene pectina como polisacárido.
- 45 La Figura 7K es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de una disminución de la temperatura de la disolución acuosa de glucomanano konjak.

- La Figura 7L es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de un aumento de la temperatura de la disolución acuosa de glucomanano konjak.
- La Figura 7M es un gráfico que muestra la temperatura de la muestra durante la etapa de secado térmico de una suspensión de materia prima que contiene glucomanano konjak como polisacárido.
- 5 La Figura 7N es un gráfico que muestra el contenido de mentol tras el almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando una suspensión de materia prima que contiene glucomanano konjak como polisacárido.
- La Figura 8A es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de una disminución de la temperatura de la disolución acuosa de carragenina que tiene diversa concentración.
- 10 La Figura 8B es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de un aumento de la temperatura de la disolución acuosa de carragenina que tiene diversa concentración.
- La Figura 8C es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen carragenina a diversa concentración.
- La Figura 8D es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de una disminución de la temperatura de la disolución acuosa de goma gelan que tiene diversa concentración.
- 15 La Figura 8E es un gráfico que muestra cambios en la viscosidad seguidos de un aumento de la temperatura de la disolución acuosa de goma gelan que tiene diversa concentración.
- La Figura 8F es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen goma gelan a diversa concentración.
- 20 La Figura 9A es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen carragenina y mentol en diversas relaciones.
- La Figura 9B es un gráfico que muestra las tasas de retención de aroma de mentol de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen carragenina y mentol en diversas relaciones.
- La Figura 9C es un gráfico que muestra los rendimientos de mentol de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen carragenina y mentol en diversas relaciones.
- 25 La Figura 9D es un gráfico que muestra la relación entre la relación de mezcla de mentol y el contenido de mentol de las hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es carragenina).
- La Figura 9E es un gráfico que muestra la relación entre la relación de mezcla de mentol y el rendimiento de mentol de hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es carragenina).
- 30 La Figura 9F es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen goma gelan y mentol en diversas relaciones.
- La Figura 9G es un gráfico que muestra las tasas de retención de aroma de mentol de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen goma gelan y mentol en diversas relaciones.
- La Figura 9H es un gráfico que muestra los rendimientos de mentol de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen goma gelan y mentol en diversas relaciones.
- 35 La Figura 9I es un gráfico que muestra la relación entre la relación de mezcla de mentol y el contenido de mentol de las hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es goma gelan).
- La Figura 9J es un gráfico que muestra la relación entre la relación de mezcla de mentol y el rendimiento de mentol de hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es goma gelan).
- 40 La Figura 10A es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen lecitina en diversas cantidades de mezcla (relación en peso basada en el polisacárido) (el caso en el que el polisacárido es carragenina).
- La Figura 10B es un gráfico que muestra la relación entre la relación de mezcla de lecitina y el contenido de mentol de las hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es carragenina).
- 45 La Figura 10C es un gráfico que muestra el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol preparadas usando suspensiones de materia prima que contienen lecitina en diversas cantidades de mezcla (relación en peso basada en el polisacárido) (el caso en el que el polisacárido es goma gelan).
- La Figura 10D es un gráfico que muestra la relación entre la cantidad de mezcla de lecitina y el contenido de mentol de hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es goma gelan).

La Figura 10B es un gráfico que muestra los efectos del tipo de emulsionante sobre el contenido de mentol de hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es carragenina).

La Figura 11B es un gráfico que muestra los efectos del tipo de emulsionante sobre el contenido de mentol de hojas que contienen mentol (el caso en el que el polisacárido es goma gelan).

## 5 Mejor modo para llevar a cabo la invención

La presente invención se explica a continuación. Se pretende que las siguientes explicaciones describan la presente invención con detalle, y no se pretenden que la limiten en modo alguno.

El aroma presente en la hoja que contiene aroma preparada por medio del método de la presente invención no se encuentra limitado con tal de que se use para un artículo para fumar. Se puede usar cualquier tipo de aroma. Los principales ejemplos de aroma incluyen mentol, extracto de tabaco de hoja; aromas naturales vegetales (por ejemplo, canela, salvia, hierbas, camomila, kudzu (*Pueraria lobata*), hidrangeae de hoja dulce, clavo, lavanda, cardamomo, cariófilo, nuez moscada, bergamota, geranio, esencia de miel, aceite de rosa, limón, naranja, corteza de casia, alcaravea, jasmín, jengibre, cilantro, extracto de vainilla, menta verde, menta piperita, casia, café, apio, cascarilla, madera de sándalo, coco, ylan-ylang, hinojo, anís, licor de arroz, pan de San Juan, extracto de ciruela pasa y extracto de melocotón); sacáridos (por ejemplo, glucosa, fructosa, sacárido isomerizado y caramelo); coco (por ejemplo, polvo y extracto); ésteres (por ejemplo, acetato de isoamilo, acetato de linalilo, propionato de isoamilo y butirato de linalilo); cetonas (por ejemplo, mentona, ionona, damascenona y etil maltol); alcoholes (por ejemplo, geraniol, linalol, anetol y eugenol); aldehídos (por ejemplo, vanillina, benzaldehído y anisalaldehído); lactonas (por ejemplo,  $\gamma$ -undecalactona y  $\gamma$ -nonalactona); aromas de origen animal (por ejemplo, almizcle, ámbar gris, algalia y castoreo); e hidrocarburos (por ejemplo, limoneno y pineno). Preferentemente, se usan un aroma que forma fácilmente un estado de dispersión en un disolvente por medio de adición de un emulsionante, tal como un aroma hidrófobo y un aroma soluble en aceite. Dicho aroma se puede usar solo o en combinación.

A continuación, la presente invención se puede explicar con un ejemplo en el que se usa mentol como aroma.

### 1. Hoja que contiene mentol para artículo para fumar

La hoja que contiene mentol para un artículo para fumar (en lo sucesivo denominada "hoja que contiene mentol") se prepara por medio del método de la presente invención que comprende:

una etapa de extensión de una suspensión de materia prima sobre un sustrato, en la que la suspensión contiene un polisacárido que consiste en carragenina y goma gelan, mentol, un emulsionante y de un 70 a un 95 % en peso de agua, tiene un contenido de aroma de un 100 a un 1000 % en peso, basado en el polisacárido, y tiene una temperatura de 60 a 90 °C en estado de sol;

una etapa de enfriamiento de la suspensión de materia prima extendida a una temperatura de muestra de 0 a 30 °C para formar un gel; y

una etapa de secado térmico que comprende calentar la materia prima gelificada y secar a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C durante un tiempo total de secado de 20 minutos.

La expresión "temperatura de muestra" usada en la presente memoria significa una temperatura sobre la superficie de la muestra (es decir, suspensión o una hoja).

#### (1) Preparación de una suspensión de materia prima

En la presente invención, la suspensión de materia prima se puede preparar por medio de un método que comprende: (i) una etapa de mezcla de un polisacárido que contiene al menos uno de carragenina y goma gelan con agua y calentar la mezcla para preparar una disolución acuosa del polisacárido; y (ii) una etapa de adición de mentol y un emulsionante a la disolución acuosa y amasado y emulsionado de la mezcla.

Específicamente, la etapa (i) se puede llevar a cabo por medio de adición de un polisacárido al agua en cantidades pequeñas para disolverlo en el agua al tiempo que se agita. La temperatura de calentamiento en la etapa puede ser de 60 a 90 °C, preferentemente de 75 a 85 °C. La etapa (ii) se puede llevar a cabo por medio de cualquier técnica de emulsionado usando un homogeneizador, ya que la suspensión de materia prima tiene una viscosidad de aproximadamente 10.000 mPas (estado de sol), que no interfiere con el emulsionado, a la temperatura de calentamiento anterior.

Preferentemente, el polisacárido está presente en la suspensión de materia prima a una concentración de un 2 a un 5 % en peso. Por ejemplo, cuando se usan 10 l de agua como disolvente para la suspensión de materia prima, ésta puede contener de 200 a 500 g de polisacárido. Más preferentemente, el polisacárido está presente en la suspensión de materia prima a una concentración de un 3 a un 5 % en peso (véase Ejemplo 10 siguiente).

La composición de la suspensión de materia prima puede ser como se muestra a continuación: por ejemplo, 500 g de polisacárido, de 500 a 5000 g de mentol, y de 50 a 500 ml de una disolución que contiene un 5 % en peso de un emulsionante, por cada 10 l de agua.

5 El contenido de humedad de la suspensión de materia prima es de un 70 a un 95 % en peso, preferentemente de un 80 a un 90 % en peso.

La relación (relación en peso) de polisacárido y mentol en la suspensión de materia prima puede estar dentro del intervalo de 1:1 a 1:10, preferentemente de 1:2,5 a 1:5. Es decir, la cantidad de mezcla de mentol puede estar dentro del intervalo de un 100 a un 1000 % en peso, basado en el polisacárido, preferentemente de un 250 a un 500 % en peso, basado en el polisacárido (véase el Ejemplo 11 siguiente).

10 La suspensión de materia prima puede contener bien carragenina o bien goma gelan como polisacárido, o puede contener ambos. Además, el polisacárido puede consistir únicamente en carragenina y/o goma gelan, u otro polisacárido tal que la goma de tamarindo esté presente además de carragenina y/o goma gelan. En este sentido, otro polisacárido está presente en la suspensión en una cantidad de mezcla menor que la cantidad de mezcla de carragenina y goma gelan. Como carragenina se usa  $\kappa$ -carragenina.

15 En la presente invención, el polisacárido tiene una propiedad de fijar la micela de mentol para revestirlo, mediante la formación de gel cuando se enfría tras el calentamiento. Con respecto a la carragenina y la goma gelan, se encuentra que cada disolución acuosa de éstas exhibe características de transición gol-gel especialmente excelentes en respuesta a la temperatura (véase los Ejemplos 4 y 9 siguientes). Es decir, una vez que se enfrían la disolución acuosa de carragenina y la disolución acuosa de goma gelan, estas disoluciones tienen la característica de ser capaz de mantener el estado de gel sin volver fácilmente a un estado de sol incluso si la temperatura se eleva con posterioridad  
20 (véase Figuras 2B y 7B). Incluso si el mentol revestido con el carragenina o goma gelan se enfría una vez y posteriormente se expone a temperatura elevada en la etapa de secado térmico, es difícil que el revestimiento de carragenina o goma gelan vuelva al estado de sol debido a las características, y el mentol del revestimiento se puede mantener de forma estable (véase las Figuras. 7D y 7F). Las características se denominan "características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura" en la presente invención.  
25

De este modo, el polisacárido que tiene características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura tiene ventajas ya que se pueden lograr propiedades de elevada retención de aroma después del almacenamiento por medio de revestimiento de mentol, y también ya que no resulta necesario añadir iones metálicos (un acelerador de formación de gel), si se usan las características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura para la formación de gel.

30 En la presente invención, se puede usar 1-mentol como mentol.

En la presente invención, se puede usar un emulsionante de origen natural tal como lecitina, específicamente, SUN LECITHIN A-1 (Taiyo Kagaku Co., Ltd.) como emulsionante.

35 Cuando se usa lecitina como emulsionante, la lecitina puede estar presente en la suspensión en una cantidad de un 0,5 a un 5 % en peso, basado en el polisacárido. Cuando se usa carragenina como polisacárido, la cantidad de adición de lectina es preferentemente de un 0,5 a un 2 % en peso, basado en el polisacárido. Cuando se usa goma gelan como polisacárido, la cantidad de adición de lecitina es preferentemente de un 0,5 a un 5 % en peso, basado en el polisacárido, más preferentemente de un 0,5 a un 2 % en peso, basado en el polisacárido (véase Ejemplo 12 siguiente).

40 Como emulsionante, se pueden usar ésteres seleccionados entre el grupo que consiste en éster de ácido grado de glicerina, poli(éster de ácido grado de glicerina), éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de propilen glicol, y éster de ácido graso de sacarosa, además de lecitina.

45 El éster de ácido graso de glicerina incluye, por ejemplo, monoglicéridos de ácido graso tales como monoestearato de monoglicérido o succinato de monoglicérido; poli(éster de ácido graso de glicerina) incluye, por ejemplo, monoestearato de pentaglicerina; éster de ácido graso de sorbitán incluyen, por ejemplo, monoestearato de sorbitán; éster de ácido graso de propilen glicol incluye, por ejemplo, monoestearato de propilen glicol; y éster de ácido graso de sacarosa incluye, por ejemplo, éster de ácido esteárico de sacarosa (véase el Ejemplo 13 siguiente). Estos emulsionantes también pueden estar presentes en la suspensión en una cantidad de un 0,5 a un 5 % en peso, basado en el polisacárido.

(2) Extensión de la suspensión de materia prima sobre el sustrato

50 La suspensión preparada de materia prima que tiene una temperatura de 60 a 90 °C se extiende sobre un sustrato.

Se puede extender la suspensión de materia prima por medio de extrusión de la suspensión de materia prima sobre el sustrato con un puerto de colada o a través de una boquilla con rendija. Como sustrato, se puede usar cualquier tipo de sustrato, con tal de que la hoja que contiene mentol preparada por medio de secado-conformación se puede despegar del sustrato. Por ejemplo, se puede usar una película de poli(tereftalato de etileno) (PET) (FE2001,

FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.). Se puede extender la suspensión de materia prima de forma que el espesor tras el secado sea de aproximadamente 0,1 mm, que es igual al espesor del tabaco cortado normal.

### (3) Enfriamiento antes del secado-conformación de la suspensión

5 En la preparación de la hoja que contiene mentol por medio del método de la presente invención, la suspensión de materia prima extendida se enfría una vez antes del secado de forma que la suspensión alcanza una temperatura que permite una gelificación suficiente de la suspensión (30 °C o menos) y evitar la ruptura de la emulsión debida a congelación (0 °C o más), es decir, una temperatura de 0 a 30 °C, y más preferentemente de 15 a 25 °C. La suspensión de materia prima antes del enfriamiento tiene una temperatura de 60 a 90 °C, preferentemente una temperatura de 75 a 85 °C, y está en estado de sol. El enfriamiento preliminar se puede llevar a cabo por medio de insuflado de aire o aire frío (por ejemplo, 10 °C) generado por medio de enfriador de puntos (por ejemplo, Suiden SS-25DD-1) sobre la suspensión de materia prima extendida durante 2 a 3 minutos. Alternativamente, el enfriamiento preliminar se puede llevar a cabo mediante contacto de la suspensión de materia prima extendida con un tubo a través del medio de enfriamiento (por ejemplo, 10 °C) generado por medio de un generador de agua fría (un enfriador, por ejemplo, APISTE PCU-1600R) que se encuentra en funcionamiento, durante 1 a 2 minutos. Alternativamente, el enfriamiento preliminar se puede llevar a cabo permitiendo que la materia prima extendida se encuentre en reposo a temperatura ambiente.

20 Como se muestra en los Ejemplos 4 y 9 siguientes, una vez que la disolución de polisacárido listada anteriormente se enfría y forma el gel, la disolución tiene una propiedad de ser capaz de mantener el estado de gel sin volver fácilmente a un estado de sol, incluso a la temperatura de transición de gel, incluso si la temperatura se eleva con posterioridad. La propiedad anterior se utiliza en la presente invención, y el enfriamiento preliminar se lleva a cabo antes del secado de la suspensión de materia prima. Como resultado de ello, el polisacárido presente en la suspensión de materia prima tras el enfriamiento preliminar resulta difícil de aislar incluso si la temperatura se eleva en el momento del secado, y el mentol revestido con el polisacárido resulta difícil de volatilizar. Esto queda demostrado en la presente invención.

25 Cuando se extiende la suspensión de materia prima sobre el sustrato y se enfría una vez, resulta ventajoso ya que la suspensión de materia prima extendida resulta difícil de deformar incluso si se expone a temperaturas elevadas en la etapa de secado posterior.

El efecto de enfriamiento sobre la propiedad de retención de aroma tras el almacenamiento de la hoja que contiene aroma (por ejemplo, hoja que contiene metanol) se demuestra en el Ejemplo 6 siguiente (Figura 4B). Las temperaturas de enfriamiento bajas tienen como resultado grandes cantidades de mentol, que se demuestran en el Ejemplo 7 siguiente (Figura 5).

### 30 (4) Conformación de la suspensión en seco

Se puede llevar a cabo el secado térmico de la suspensión de materia prima extendida y enfriada por medio de cualquier tipo de medio de secado térmico tal como secado con aire caliente o secado térmico por infra-rojos. A continuación, el "secado térmico" de la suspensión de materia prima se denomina simplemente "secado".

35 En la presente invención, el secado de la suspensión de materia prima incluye secado por medio de calentamiento de la suspensión de materia prima enfriada a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C. Preferentemente, la temperatura de muestra es de 100 °C o menos con respecto al tiempo total de secado. Si se seca la suspensión a la temperatura de muestra anteriormente mencionada, se puede evitar la volatilización de mentol, y se puede preparar la hoja que contiene mentol en un tiempo más reducido.

40 La expresión "temperatura de muestra" significa una temperatura sobre la superficie de la muestra (es decir, suspensión o una hoja). La expresión "tiempo total de secado" significa un período objeto de calentamiento en un secador térmico. El tiempo total de secado es de 20 minutos o menos, preferentemente de 7 a 20 minutos, más preferentemente de 10 a 18 minutos.

45 En la presente invención, la temperatura de la muestra puede ser menor de 70 °C durante la etapa de secado. No obstante, con el fin de acortar el tiempo de secado, es preferible acortar el período en el que la temperatura de la muestra es menor de 70 °C. El secado de la suspensión de materia prima se lleva a cabo secando la suspensión de materia prima a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C, durante más de la mitad del tiempo total de secado. Preferentemente, la temperatura de la muestra es de 100 °C o menos durante el tiempo total de secado. Más preferentemente, el secado de la suspensión de materia prima se puede llevar a cabo por medio de secado de la suspensión de materia prima enfriada a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C durante el tiempo total de secado.

50 No obstante, inmediatamente después de comenzar el secado térmico, la temperatura de la muestra en el secador térmico se encuentra en el medio del aumento desde la temperatura de enfriamiento preliminar hasta la temperatura de muestra deseada (70 °C) y no alcanza la temperatura de muestra deseada. Cuando se expresa como "a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C durante el tiempo total de secado", la expresión "tiempo total de secado" significa el tiempo total de secado excluyendo el período de comienzo cuando la temperatura de muestra se encuentra en el medio del aumento hasta la temperatura de muestra deseada. Por ejemplo, en el Ejemplo 5 (Figuras 3A a 3G) siguientes, la temperatura de muestra se encuentra en el medio del aumento hasta la temperatura de muestra deseada durante aproximadamente 1 minuto tras el comienzo del secado térmico. De este modo, el período de comienzo queda

excluido del "tiempo total de secado", cuando se expresa como "a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C durante el tiempo total de secado".

5 Preferentemente, el secado de la suspensión de materia prima se puede llevar a cabo por medio de secado de la suspensión de materia prima de manera que se prepara una forma de hoja que tenga un contenido de humedad de menos de un 10 % durante un tiempo total de secado de 20 minutos o menos.

En el Ejemplo 5 siguiente (Figuras 3D a 3G), se demuestra que cuando se seca la suspensión de materia prima a la temperatura de muestra anterior, se puede conseguir la hoja obtenida por medio de secado se puede conseguir con una propiedad de elevada retención de aroma tras el almacenamiento.

10 A continuación, se explica el caso de secado con aire caliente. En caso de secado con aire caliente, con el fin de mantener una temperatura de muestra de 70 a 100 °C, preferentemente se seca la suspensión de materia prima con aire caliente que tiene una temperatura de 100 °C o más en el momento del secado inicial, y posteriormente, con aire caliente que tiene la misma temperatura que el secado inicial o a una temperaturas por debajo del secado inicial (preferentemente 70 °C o más y menos de 100 °C). Por consiguiente, es posible evitar el aumento de la temperatura de muestra en el secado último. Por ejemplo, es posible mantener la temperatura de muestra de forma que no supere 15 100 °C durante el tiempo total de secado.

En la presente invención, es posible que la hoja preparada que contiene mentol tenga un contenido de mentol elevado y un elevado rendimiento de mentol, y mantenga un elevado contenido de mentol tras el almacenamiento, una vez que se enfría la suspensión de materia prima, incluso si la etapa de secado posterior incluye un proceso de secado en el que la temperatura de muestra alcanza de 70 a 100 °C (por ejemplo, un secado a temperatura elevada con aire 20 caliente que tiene una temperatura de 100 °C o más).

En caso de secado con aire caliente, la temperatura del aire caliente puede ser una temperatura constante durante todo el período de la etapa de secado o puede modificarse en el período de la etapa de secado. Cuando se modifica la temperatura del aire de secado, el secado de la suspensión de materia prima se lleva a cabo preferentemente por 25 medio de secado inicial a una temperatura elevada con aire caliente que tiene una temperatura de 100 °C o más y el último secado a una temperatura baja con aire caliente que tiene una temperatura menor de 100 °C. La expresión "secado inicial" usada en la presente memoria significa el primer secado en la etapa de secado con aire caliente que tiene una temperatura de 100 °C o más, y la expresión "secado último" significa el secado seguido del secado inicial, con aire caliente que tiene una temperatura baja de menos de 100 °C. De este modo, si se lleva a cabo el secado 30 inicial con aire caliente que tiene temperatura elevada en combinación con el secado último con aire caliente que tiene una temperatura baja, resulta ventajoso que la temperatura de muestra no vuelva demasiado elevada. En caso de secado con aire caliente, la temperatura del secador es la misma que la temperatura del aire caliente.

Más preferentemente, la suspensión de materia prima se seca de manera que se forma una hoja que tiene un contenido de humedad de menos de un 10 % durante un tiempo total de secado de 20 minutos o menos, llevando a 35 cabo el secado inicial a una temperatura de aire caliente de 100 °C o más durante un cuarto o más del tiempo total de secado y posteriormente el secado último a una temperatura de aire caliente de menos de 100 °C durante un cuarto o más del tiempo total de secado.

De este modo, si el secado inicial con aire caliente que tiene una temperatura elevada se lleva a cabo en combinación con el secado último con aire caliente que tiene una temperatura baja, es posible evitar el aumento de la temperatura de muestra en el secado último. Por ejemplo, es posible mantener la temperatura de muestra de forma que no supere 40 100 °C. Por consiguiente, es posible que la hoja que contiene mentol tenga un elevado contenido de mentol tras la preparación de hoja y también conserve un elevado contenido de mentol tras el almacenamiento (véase la Muestra N.º 4 del Ejemplo 1, Muestra N.º 5 del Ejemplo 2, y Muestra N.º 6 del Ejemplo 3 siguientes).

Cuando se seca la suspensión de materia prima por medio de secado con aire caliente, el secado inicial se puede llevar a cabo, por ejemplo, con aire caliente que tiene una temperatura de 100 a 130 °C durante 4 a 6 minutos, y el 45 secado último se puede llevar a cabo, por ejemplo, con aire que tiene una temperatura de 70 °C o más y menos de 100 °C durante 4 a 6 minutos. El volumen de aire caliente se puede ajustar en, por ejemplo, 3 a 20 m/s. El tiempo total de secado es de 20 minutos o menos, preferentemente de 7 a 20 minutos, más preferentemente de 10 a 18 minutos.

Las condiciones del secado inicial y el secado último (temperatura, tiempo y volumen de aire) se pueden ajustar de forma apropiada, por ejemplo, dentro del intervalo anterior. Por ejemplo, el secado inicial se lleva a cabo a una 50 temperatura de aire caliente de 100 a 130 °C hasta que la humedad de la superficie de la suspensión de materia prima se evapore y se forme una película de forma suficiente sobre la superficie de la suspensión. Posteriormente, la temperatura de aire caliente se modifica de forma inmediata hasta un intervalo de 70 °C o más y menos de 100 °C, y se puede llevar a cabo el secado último.

La temperatura de aire caliente durante el secado inicial puede ser constante, o puede modificarse para disminuir 55 secuencialmente dentro de un intervalo de 100 a 130 °C. La temperatura de aire caliente durante el secado último puede ser constante, o puede modificarse para disminuir de forma secuencia dentro de un intervalo de 70 °C o más y menos de 100 °C. Por ejemplo, la máquina de secado con aire caliente usada en los Ejemplos siguientes tiene tres cámaras de secado y cada muestra se transporta por orden de las cámaras primera, segunda y tercera por medio de

una cinta transportadora. De este modo, la primera y segunda cámaras se pueden usar para el secado inicial a temperaturas iguales o diferentes (100 °C o más) y la tercera cámara puede usarse para el secado último (menos de 100 °C). Alternativamente, la primera cámara se usa para el secado inicial (100 °C o más) y la segunda y tercera cámaras se pueden usar para el secado último a temperaturas iguales o diferentes (menos de 100 °C).

5 En la presente invención, el secado se lleva a cabo hasta que la hoja que contiene mentol se seca de forma suficiente, de manera que la hoja se pueda despegar de forma sencilla del sustrato y se puede cortar en la etapa de corte posterior. Específicamente, el secado se lleva a cabo hasta que el contenido de humedad de la hoja que contiene mentol alcance menos de un 10 % en peso, preferentemente de un 3 a un 9 % en peso, más preferentemente de un 3 a un 6 % en peso (véase Ejemplo 8 siguiente). La expresión "contenido de humedad" usada en la presente memoria  
10 significa un valor medido de acuerdo con el método de medición descrito en los siguientes ejemplos.

Inmediatamente después de la preparación, el contenido de mentol de la hoja que contiene mentol de la presente invención es preferentemente de un 45 % en peso o más, más preferentemente de un 55 a un 75 % en peso. Tras el almacenamiento (a 50 °C durante 30 días), el contenido de mentol de la hoja que contiene mentol preparada de acuerdo con el método de la presente invención es preferentemente de un 45 % en peso o más, más preferentemente  
15 de un 48 a un 63 % en peso. La expresión "contenido de mentol" usada en la presente memoria significa un valor medido de acuerdo con el método de medición descrito en los siguientes ejemplos.

## 2. Artículo para fumar

La hoja que contiene mentol se corta, por ejemplo, con un tamaño igual al del tabaco cortado normal, y de este modo se pueden mezclar los trozos cortados con tabaco cortado para el artículo para fumar. Los trozos cortados de la hoja  
20 que contiene mentol se pueden añadir en una cantidad de 2 a 10 g por cada 100 g de tabaco de corte. Los trozos cortados de la hoja que contiene mentol se dispersan preferentemente en el tabaco de corte y se mezclan con el mismo.

La hoja que contiene mentol se puede mezclar con tabaco cortado de cualquier tipo de artículos para fumar, por ejemplo, un artículo para fumar de tipo combustión en el que el fumador saborea el aroma del humo por medio de combustión de las hojas de tabaco, en particular un cigarrillo. En particular, la hoja que contiene mentol se puede  
25 mezclar con tabaco cortado de un cigarrillo que comprende un cilindro de cigarrillo que incluye tabaco cortado y un papel de cigarrillo enrollado alrededor del tabaco cortado.

## Ejemplos

[Ejemplo 1]

30 (1) Preparación de una suspensión de materia prima (escala de 10 l)

Agua 10 l

Goma gelan (KELCOGEL, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 150 g

Goma de tamarindo (KELCOGEL D-2032, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 150 g

Lecitina (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 120 ml (disolución acuosa al 5 %)

35 Mentol (Takasago International Corporation.) 1500 g

Se mantiene agua (10 l) a 80 °C, y se añaden goma gelan (150 g) y goma de tamarindo (150 g) y se disuelven en la misma, en pequeñas partes, para no formar grumos (el tiempo necesario: aproximadamente 20 minutos), al tiempo que se agita con un mezclador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un rotor para agitación de una disolución/2000 rpm) y se añadió mentol (1500 g).

40 Se sustituyó el mezclador de agitación con un homogeneizador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un cabezal de roto-estator/4000 rpm) y se emulsionó la mezcla durante 10 minutos. Posteriormente, se añadió lecitina (120 ml de una disolución acuosa al 5 %) al mismo, seguido de emulsionado durante 10 minutos para preparar una suspensión de materia prima.

(2) Conformación en seco

45 Se extruyó la suspensión de materia prima sobre una película de base a través de una boquilla con rendija. Después de ello, se insufló aire frío generado por medio de un enfriador de puntos (Suiden SS-25DD-1) (10 °C) sobre la suspensión de materia prima durante 2 a 3 minutos, de forma que se enfrió la suspensión de materia prima hasta aproximadamente 20 °C. Después, se secó con aire caliente mediante transporte sobre una cinta transportadora en la máquina de secado de aire caliente para obtener una hoja que contiene mentol en forma de película. Los detalles  
50 del experimento se comentan a continuación.

## ES 2 705 165 T3

Boquilla con rendija: boquilla con rendija vertical (que se calentó a 60 °C y se mantuvo caliente), 900 µm de espesor y 20 cm de anchura

Película de base: película de PET (que se sometió a tratamiento de corona en superficie), 50 µm de espesor

5 Máquina de secado con aire caliente: tipo de aire caliente de una máquina de conformación en seco que tiene la siguiente configuración

Compartimiento de secado: tres cámaras (longitud de cada zona: 2,5 m, longitud total: 7,5 m)

Volumen de aire y forma del aire caliente:

Primer cámara: placa perforada, volumen de aire: 5 m/s.

Segunda cámara: placa perforada, volumen de aire: 10 m/s.

10 Tercer cámara: chorro de flotación, volumen de aire: 20 m/s.

En las cámaras primera y segunda, se insufla aire caliente sobre la hoja que contiene mentol que se transporta sobre la cinta, a través de la placa perforada que funciona como placa de control de flujo. En la tercera cámara, se insufla aire caliente sobre la hoja que contiene mentol que se transporta al tiempo que flota junto con una película de base por medio de ventilación ascendente y descendente.

15 Se modificaron las condiciones de secado con aire caliente como se describe en la Tabla 1 siguiente para preparar hojas que contienen mentol de las Muestras comparativas Nos. 1 a 3 y Muestra N.º 4. Las temperaturas descritas en la tabla son temperaturas de aire caliente. Se ajusta el tiempo de secado de forma que la hoja que contiene mentol se seque de forma suficiente, se pueda despegar de forma fácil de la película de base, y se pueda cortar en la etapa de corte posterior. El contenido de humedad de las hojas que contienen mentol obtenidas en el presente ejemplo fue de aproximadamente un 3 %.

20

(3) Medición del estado seco de la hoja que contiene mentol

El contenido de humedad de la hoja que contiene mentol se midió por medio de GC-TCD como se muestra a continuación.

25 Se pesaron 0,1 g de una hoja que contenía mentol (cortada en trozos de 1 x 10 mm). Se añadieron 10 ml de metanol (un nuevo reactivo de calidad especial o calidad superior se suministró sin exposición al aire para eliminar la influencia de la absorción de agua del aire) a los trozos cortados en un recipiente cerrado de 50 ml (tubo con rosca), seguido de agitación a 200 rpm durante 40 minutos. Se dejó la mezcla resultante durante la noche, se agitó de nuevo a 200 rpm durante 40 minutos, y se dejó reposar. Se usó el sobrenadante como disolución de medición (sin diluir para la medición de GC).

30 Se analizó la disolución de medición por medio de GC-TCD y se cuantificó por medio del método de la curva de calibración.

GC-TCD; cromatógrafo de gases 6890, fabricado por Hewlett Packard

Columna; HP Polapack Q (columna rellena) modo de Flujo Constante 20,0 ml/min

Inyección; 1,0 µl

35 Entrada; entrada de columna rellena con purga de EPC

Dispositivo de calentamiento; 230 °C

Gas; He

Flujo Total; 21,1 ml/min

Horno; 160 °C (mantenido 4,5 min) → (60 °C/min) → 220 °C (mantenido 4,0 min)

40 Detector; detector TCD gas referencia (He) caudal; 20 ml/min gas de formación (He) 3,0 ml/min

Velocidad de señal; 5 Hz

Concentraciones de las disoluciones de la curva de calibración; seis puntos de 0, 1, 3, 5, 10 y 20 [mg-H<sub>2</sub>O/10 ml]

(4) Medición del contenido de mentol de la hoja que contiene mentol

Se midió el contenido de mentol de las hojas que contenían mentol con GC-FID de la siguiente manera.

## ES 2 705 165 T3

5 Se pesaron 0,1 g de una hoja que contenía mentol (cortada en trozos de 1 x 10 mm). Se añadieron 10 ml de metanol (un nuevo reactivo de calidad especial o calidad superior se suministró sin exposición al aire para eliminar la influencia de la absorción de agua del aire) a los trozos cortados en un recipiente cerrado de 50 ml (tubo con rosca), seguido de agitación a 200 rpm durante 40 minutos. Se dejó la mezcla resultante durante la noche, se agitó de nuevo a 200 rpm durante 40 minutos, y se dejó reposar. Se usó el sobrenadante como disolución de medición (diluyendo 10 veces con metanol para la medición de GC).

Se analizó la disolución de medición por medio de GC-FID y se cuantificó por medio del método de la curva de calibración.

GC-FID; cromatógrafo de gases 6890N, fabricado por Agilent

10 Columna; DB-WAX 30 m x 530 µm x 1 µm

Modo de presión constante 5,5 psi (0,04 MPa) (velocidad; 50 cm/s)

Inyección; 1,0 µl

Entrada; Modo sin separación 250 °C 5,5 psi (0,04 MPa)

Horno; 80 °C → (10 °C/min) → 170 °C (mantenido 6,0 min) [Max 22 °C]

15 Detector; detector FID 250 °C (H2; 40 ml/min aire; 450 ml/min)

Velocidad de señal; 20 Hz

Concentraciones de las disoluciones de la curva de calibración; ocho puntos de 0, 0,01, 0,05, 0,1, 0,3, 0,5, 0,7 y 1,0 [mg-mentol/ml]

20 Se midieron el contenido de mentol (mg) de la hoja preparada que contenía mentol y el contenido de mentol (mg) de la hoja que contenía mentol almacenada en entornos acelerados. Los resultados se muestran en la Tabla 1 como "contenido inicial de mentol (%)" y "contenido de mentol tras el almacenamiento (%)".

$$\text{Contenido inicial de mentol (\%)} = \left\{ \frac{\text{valor medido del contenido de mentol (mg)}}{\text{peso de la hoja que contiene mentol (mg)}} \right\} \times 100$$

25 
$$\text{Contenido de mentol tras el almacenamiento (\%)} = \left\{ \frac{\text{valor medido del contenido de mentol (mg)}}{\text{peso de la hoja que contiene mentol (mg)}} \right\} \times 100$$

Los entornos acelerados fueron los siguientes.

Se colocaron aproximadamente 5 g de una hoja que contenía mentol (cortada en trozos de 1 x 10 mm) en un recipiente abierto, y se almacenó durante un máximo de 30 días en un termostato (Horno de Secado DX600, Yamato Scientific Co., Ltd.) ajustado a 50 °C.

30 Se calculó la tasa de retención de aroma de mentol a partir del valor del contenido de mentol usando la siguiente ecuación, y se evaluó la capacidad de retención de aroma de la hoja que contenía mentol.

$$\text{Tasa de retención de aroma de mentol (\%)} = \left\{ \frac{\text{(contenido de mentol después del almacenamiento)}}{\text{(contenido inicial de mentol)}} \right\} \times 100$$

### (5) Resultados

35 Se prepararon hojas que contenían mentol de las Muestras Comparativas Nos. 1 a 3 y la Muestra N.º 4 con la máquina de secado por aire caliente bajo condiciones de secado de aire caliente descritas en la Tabla 1. Se midieron el contenido de humedad y el contenido inicial de mentol de las hojas que contenían mentol de acuerdo con el procedimiento anterior. Los resultados se muestran en la Tabla 1. El contenido de mentol de la hoja almacenada durante 30 días se muestra en la Tabla 1. El contenido de mentol de la hoja almacenada durante 7 días, 14 días y 30 días se muestra en la Figura 1. Los números de referencia 1 a 7 en la Figura 1 representa las muestras comparativas Nos. 1 a 3 y las muestras N.º 4 a 7.

Tabla 1

Muestras Nos.	Comp. 1	Comp. 2	Comp. 3	4
Condiciones de secado de aire caliente				
Primera cámara	70 °C • 4 min	120 °C • 2 min	70 °C • 20 min	120 °C • 2,5 min
Segunda cámara	80 °C • 4 min	130 °C • 2 min	70 °C • 20 min	120 °C • 2,5 min
Tercera cámara	120 °C • 4 min	176 °C • 2 min	70 °C • 20 min	70 °C • 2,5 min
Velocidad de la cinta	0,6 m/min	1,3 m/min	0,13 m/min	1,0 m/min
Contenido de humedad	3,1 %	3,2 %	3,1 %	3,4 %
Contenido inicial de mentol	81,5 %	62,4 %	75,8 %	75,7 %
Contenido de mentol después del almacenamiento	13,6 % (20 días después)	29,2 % (30 días después)	59,2 % (30 días después)	62,4 % (30 días después)
Tasa de retención de aroma	17 %	47 %	78 %	82 %

Muestra Comparativa N.º 1

5 Cuando se extiende la suspensión de materia prima y se seca con la máquina de secado con aire caliente para dar lugar a una forma de hoja, en muchos casos, se comienza el secado con aire caliente a baja temperatura (aproximadamente 70 °C) para que no se forme un revestimiento superficial en la primer mitad del secado, y se continúa el secado con aire caliente a una temperatura elevada (aproximadamente 120 °C) para lograr el secado completo en la segunda mitad del secado. De acuerdo con este procedimiento de secado, se preparó la hoja que contiene mentol de la Muestra Comparativa N.º 1, y como resultado de ello, se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 3,1 %) durante un tiempo total de secado de 12 minutos. El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 81,5 %, pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 20 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 13,6 %. De este modo, la hoja de la Muestra Comparativa N.º 1 tuvo un problema en la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento.

15 Muestra Comparativa N.º 2

20 En la Muestra Comparativa N.º 2, se emplearon temperaturas de secado elevadas para hacer que el tiempo de secado fuera más corto que en la Muestra Comparativa N.º 1. Como resultado de ello, en una Muestra Comparativa N.º 2, se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 3,2 %) durante un tiempo total de secado de 6 minutos. El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 62,4 % pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 30 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 29,2 %. De este modo, la hoja de la Muestra Comparativa N.º 2 tuvo un problema en la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento.

Muestra Comparativa N.º 3

25 En la Muestra Comparativa N.º 3, se ajustó la temperatura de aire caliente en 70 °C en todo el período de la etapa de secado. Como resultado de ello, en una Muestra Comparativa N.º 3, se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 3,1 %) durante un tiempo total de secado de 60 minutos. El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 75,8 %, pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 30 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 59,2 %. De este modo, tanto la propiedad de retención de aroma tras la preparación de la hoja como la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento resultaron excelentes. No obstante, el tiempo necesario para el secado fue de 60 minutos.

30

Muestra N.º 4

5 En la Muestra N.º 4, al contrario que las Muestras Comparativas 1 y 2 en las que se modificó el secado a baja temperatura hasta la temperatura elevada de secado, se llevó a cabo el secado inicial (en las cámaras primera y segunda) por medio de aire caliente a temperatura elevada (120 °C) y el secado último (en la tercera cámara) se llevó a cabo por medio de aire caliente a baja temperatura (70 °C). En la Muestra N.º 4, el tiempo total de secado fue de 7,5 minutos, no obstante se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 3,4 %). El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 75,7 %, pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 30 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 62,4 %. De este modo, tanto la propiedad de retención de aroma tras la preparación de la hoja como la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento resultaron excelentes. Los resultados muestran que fue posible preparar una hoja que tuviese una excelente propiedad de retención de aroma en un tiempo de secado relativamente corto, si se empleaban un secado inicial a alta temperatura y un secado último a baja temperatura.

[Ejemplo 2]

15 Se preparó la hoja que contenía mentol de la Muestra de Ejemplo 5 de manera similar a la del Ejemplo 1, exceptuando que se secó la suspensión en condiciones de secado con aire caliente descritas en la Tabla 2 siguiente, y se midieron el contenido de humedad y el contenido de mentol. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2

Muestra N.º	5
Condiciones de secado de aire caliente	
Primera cámara	120°C• 4 min [Chorro de flotación 20 m/s]
Segunda cámara	70°C• 4 min [Chorro 20 m/s]
Tercera cámara	70°C• 4 min [Chorro 10 m/s]
Velocidad de la cinta	0,6 m/min
Contenido de humedad	3,1 %
Contenido inicial de mentol	72,7 %
Contenido de mentol después del almacenamiento	58,5 %
Tasa de retención de aroma	80 %

20 En la Muestra N.º 5, se aumentó el volumen de aire caliente en comparación con el de las Muestras Nos 1 a 3 y la Muestra N.º 4. En la primera cámara, se insufla aire caliente sobre la hoja que contiene mentol que se transporta al tiempo que flota por medio de ventilación ascendente y descendente. En las cámaras segunda y tercera, se insufla aire caliente sobre la hoja que contiene mentol que se transporta sobre la cinta por medio de ventilación.

25 En la Muestra N.º 5, se llevó a cabo el secado inicial (en la primera cámara) por medio de aire caliente a temperatura elevada (120 °C) durante 4 minutos y se llevó a cabo el secado último (en las cámaras segunda y tercera) por medio de aire caliente a baja temperatura (70 °C) durante 8 minutos. En la Muestra N.º 5, se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 3,1 %) durante un tiempo total de secado de 12 minutos. El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 72,7 %, pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 30 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 58,5 %. De este modo, tanto la propiedad de retención de aroma tras la preparación de la hoja como la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento resultaron excelentes. Los resultados muestran que fue posible preparar una hoja que tuviese una excelente propiedad de retención de aroma en un tiempo de secado relativamente corto, si se empleaban un secado inicial a alta temperatura y un secado último a baja temperatura.

## [Ejemplo 3]

Se prepararon las hojas que contenían mentol de las Muestras Nos. 6 y 7 de manera similar a la del Ejemplo 1, exceptuando que se secó la suspensión usando una máquina de secado de aire caliente que tenía cuatro cámaras de compartimiento de secado en condiciones de secado de aire caliente descritas en la Tabla 3 siguiente, y se midieron el contenido de humedad y el contenido de mentol. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3

Muestras Nos.	6	7
Condiciones de secado de aire caliente		
Primera cámara	110 °C• 2,2 min [Chorro de flotación 10m/s]	100 °C• 2,2 min [Chorro 10m/s]
Segunda cámara	100 °C• 2,2 min [Chorro de flotación 10m/s]	100 °C• 2,2 min [Chorro de flotación 10m/s]
Tercera cámara	100 °C• 2,2 min [Chorro de flotación 10m/s]	100 °C• 2,2 min [Chorro 10m/s]
Cuarta cámara	80 °C• 2,2 min [Chorro 10m/s]	100 °C• 2,2 min [Chorro de flotación 10m/s]
Velocidad de la cinta	0,9 m/min	0,9 m/min
Contenido de humedad	5 %	4,9 %
Contenido inicial de mentol	63,5 %	61,9 %
Contenido de mentol después del almacenamiento	59,9 % (30 días después)	60,8 % (30 días después)
Tasa de retención de aroma	94 %	98 %

En las Muestras Nos. 6 y 7, se prepararon hojas que contenían mentol usando una máquina de secado con aire caliente que tenía cuatro cámaras de compartimiento de secado.

10 En la Muestra N.º 6, se llevó a cabo el secado inicial (en las cámaras primera a tercera) por medio de aire caliente a temperatura elevada (110 °C → 100 °C) durante 6,6 minutos y se llevó a cabo el secado último (en la cuarta cámara) por medio de aire caliente a baja temperatura (80 °C) durante 2,2 minutos. En la Muestra N.º 6, se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 5 %) durante un tiempo total de secado de 8,8 minutos. El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 63,5 %, pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 30 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 59,9 %. De este modo, tanto la propiedad de retención de aroma tras la preparación de la hoja como la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento resultaron excelentes. Los resultados muestran que fue posible preparar una hoja que tuviese una excelente propiedad de retención de aroma en un tiempo de secado relativamente corto, si se empleaban un secado inicial a alta temperatura y un secado último a baja temperatura, aunque se reduzca secuencialmente la temperatura de aire caliente de 110 °C a 100 °C durante el secado inicial

En la Muestra N.º 7, se ajustó la temperatura de aire caliente en 100 °C en todo el período de la etapa de secado, independientemente del secado inicial y el secado último. En la Muestra N.º 7, no se empleó el secado último a baja temperatura, sino que se asume que la temperatura de la muestra no se volvió elevada en el proceso de secado de la suspensión debido a la presencia de humedad en la muestra, de forma similar a las Muestras Nos. 4 a 6. Específicamente, en la Muestra N.º 7, se puede preparar una muestra suficientemente seca (contenido de humedad: 4,9 %) durante un tiempo total de secado de 8,8 minutos. El "contenido inicial de mentol" tras la separación fue tan elevado como un 61,9 %, pero el "contenido de mentol tras el almacenamiento" una vez almacenado (durante 30 días) en entornos acelerados fue tan bajo como un 60,8 %. De este modo, tanto la propiedad de retención de aroma tras la

preparación de la hoja como la propiedad de retención de aroma después del almacenamiento resultaron excelentes. Los resultados muestran que fue posible preparar una hoja que tuviese una excelente propiedad de retención de aroma en un tiempo relativamente corto, similar a los casos en los que las Muestras Nos. 4 a 6, aunque se empleara la misma temperatura de aire caliente (100 °C) durante todo el período de la etapa de secado.

5 [Ejemplo 4]

En este ejemplo, se examinaron las características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura de una disolución de polisacárido (suspensión).

Agua 0,1 l

Goma gelan (KELCOGEL, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 5 g

10 Se mantuvo agua (0,1 l) a 70 °C y se añadió goma gelan (5 g) y se disolvió en la misma en pequeñas partes para que no se formaran grumos, al tiempo que se agitaba usando un mezclador DMM de alto rendimiento (ATEC, Japan Co., Ltd.) y se preparó una disolución de polisacárido (suspensión).

15 Se disminuyó la temperatura de la suspensión obtenida (70 °C) a 25 °C durante aproximadamente 900 segundos (0,05 °C/s). Posteriormente, se elevó la temperatura a 70 °C durante aproximadamente 900 segundos. Las Figuras 2A y 2B muestran cómo se modificó la viscosidad (fluidez) por medio del cambio de temperatura.

20 Como se muestra en la Figura 2A, si se disminuye la temperatura de la suspensión a 25 °C (enfriamiento), la viscosidad es baja hasta una temperatura de 50 °C (la fluidez fue elevada). No obstante, la viscosidad aumentó de forma repentina a 40 °C o menos (fenómeno de formación de gel). Si aumenta la temperatura del gel obtenido, éste no vuelve fácilmente al estado de sol, incluso si la temperatura se encuentra por encima de la temperatura de formación de gel (40 °C), como se muestra en la Figura 2B. De este modo, se mantuvo el estado de gel hasta una temperatura considerablemente elevada.

25 El resultado muestra que una vez que se cierra la suspensión que contiene polisacárido y se forma el gel, resulta difícil que la suspensión vuelva al estado de sol, incluso si la temperatura se aumenta posteriormente, y de esta forma se puede mantener el estado de gel. La propiedad anterior del polisacárido se utiliza en la presente invención, y se lleva a cabo el enfriamiento preliminar antes del secado de la suspensión de materia prima. Como resultado de ello, cabe esperar que el polisacárido presente en la suspensión de materia prima tras el enfriamiento preliminar resulte difícil de aislar, incluso si la temperatura se eleva en el momento del secado, y el mentol revestido con el polisacárido resulta difícil de volatilizar.

[Ejemplo 5]

30 En el presente ejemplo, se prepararon las hojas de las Muestras Comparativas 1 a 3 y las Muestras Nos. 4 a 7, como se describe en los Ejemplos 1 a 3, y se midió la temperatura de las muestras durante la etapa de secado. Con respecto a las condiciones de secado con aire caliente de las Muestras Comparativas Nos. 1 a 3 y las Muestras Nos. 4 a 7, se puede hacer referencia a las Tablas 1 a 3.

35 La medición de la temperatura de muestra se llevó a cabo por medio de medición directa de cada muestra (suspensión) en el medio de la etapa de secado usando un termómetro que no es contacto (PT-7LD, fabricado por OPTEX CO., LTD).

40 Los resultados de la medición de las Muestras Comparativas Nos. 1 a 3 y las Muestras Nos. 4 a 7 se muestran en las Figuras 3A a 3G, respectivamente. En las Figuras 3A a 3G, el término "enfriamiento" significa una muestra preparada por medio de insuflado de aire frío (10 °C) sobre una suspensión antes de la etapa de secado y enfriamiento a aproximadamente 20 °C, mientras que la expresión "no enfriamiento" significa una muestra comparativa preparada por medio de colada de una suspensión y secado inmediato de la misma sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. Los resultados de las Figuras 3A a 3G muestran que el enfriamiento de la suspensión no afecta a la temperatura de cada muestra durante la etapa de secado.

45 En la Muestra Comparativa N.º 1, se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 70 °C durante 4 minutos, a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 4 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 120 °C durante 4 minutos. La temperatura de la muestra aumentó siguiendo un aumento de la temperatura de aire caliente. Finalmente, superó 100 °C y alcanzó casi 120 °C (Figura 3A). Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra Comparativa N.º 1 fue tan bajo como un 13,6 % (Tabla 1). Se estima que la estructura interna de la hoja se destruyó por medio de  
50 la temperatura de muestra elevada y, de este modo, se redujo el contenido de mentol después del almacenamiento.

En la Muestra Comparativa N.º 2, se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 120 °C durante 2 minutos, a una temperatura de aire caliente de 130 °C durante 2 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 176 °C durante 2 minutos. La temperatura de la muestra aumentó siguiendo un aumento de la temperatura de aire caliente. Finalmente, superó 100 °C y alcanzó casi 140 °C (Figura

3B). Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra Comparativa N.º 2 fue tan bajo como un 29,2 % (Tabla 1). Se estima que la estructura interna de la hoja se destruyó por medio de la temperatura de muestra elevada y, de este modo, se redujo el contenido de mentol después del almacenamiento.

5 En la Muestra Comparativa N.º 3, se empleó el secado con aire caliente a una temperatura de aire caliente de 70 °C durante 60 minutos como condiciones de secado con aire caliente. La Figura 3C muestra la temperatura de la muestra desde el comienzo del secado hasta 14 minutos después del secado. La temperatura de la muestra no superó 70 °C durante el tiempo total de secado. Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra Comparativa N.º 3 fue tan bajo como un 59,2 % (Tabla 1). Se estima que la hoja de la muestra comparativa N.º 3 no alcanzó una temperatura elevada durante el tiempo total de secado y, de este modo, se puede mantener el contenido de mentol elevado tras el almacenamiento en entornos acelerados. No obstante, la hoja de la Muestra Comparativa N.º 3 se secó a una temperatura de muestra de menos de 70 °C y, de este modo, fueron necesarios 60 minutos para el secado.

15 En la Muestra N.º 4, se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 120 °C durante 5 minutos y a una temperatura de aire caliente de 70 °C durante 2,5 minutos. La temperatura de la muestra alcanzó hasta 95 °C bajo aire caliente de 120 °C y disminuyó hasta 72 °C bajo aire caliente de 70 °C (Figura 3D). Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra N.º 4 fue tan bajo como un 62,4 % (Tabla 1). Se estima que la hoja de la Muestra N.º 4 se mantuvo a una temperatura de muestra menor que la de las Muestras Comparativas Nos. 1 y 2 durante el tiempo total de secado y, de este modo, se puede mantener el contenido elevado de mentol tras el almacenamiento en entornos acelerados.

20 En la Muestra N.º 5, se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 120 °C durante 4 minutos y a una temperatura de aire caliente de 70 °C durante 8 minutos. La temperatura de la muestra alcanzó hasta 95 °C bajo aire caliente de 120 °C y disminuyó hasta 70 °C bajo aire caliente de 70 °C (Figura 3E). Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra N.º 5 fue tan bajo como un 58,5 % (Tabla 2). Se estima que la hoja de la Muestra N.º 5 se mantuvo a una temperatura de muestra menor que la de las Muestras Comparativas Nos. 1 y 2 durante el tiempo total de secado y, de este modo, se puede mantener el contenido elevado de mentol tras el almacenamiento en entornos acelerados.

30 En la Muestra N.º 6, se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,2 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 4,4 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,2 minutos. Se mantuvo la temperatura de la muestra dentro de un intervalo de 80 a 90 °C (Figura 3F). Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra N.º 6 fue tan bajo como un 59,9 % (Tabla 3). Se estima que la hoja de la Muestra N.º 6 se mantuvo a una temperatura de muestra menor que la de las Muestras Comparativas Nos. 1 y 2 durante el tiempo total de secado y, de este modo, se puede mantener el contenido elevado de mentol tras el almacenamiento en entornos acelerados.

35 En la Muestra N.º 7, se empleó el secado con aire caliente a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 8,8 minutos como condiciones de secado con aire caliente. Se mantuvo la temperatura de la muestra dentro de un intervalo de 80 a 90 °C (Figura 3G). Como se muestra, el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja de la Muestra N.º 7 fue tan bajo como un 60,8 % (Tabla 3). Se estima que la hoja de la Muestra N.º 7 se mantuvo a una temperatura de muestra menor que la de las Muestras Comparativas Nos. 1 y 2 durante el tiempo total de secado y, de este modo, se puede mantener el contenido elevado de mentol tras el almacenamiento en entornos acelerados.

40 Los resultados anteriores muestran que si se seca la suspensión a una temperatura de muestra que no supere 100 °C durante el tiempo total de secado, se puede mantener un "contenido de mentol tras el almacenamiento" elevado. Además, se descubre que si se seca la suspensión a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C durante el tiempo total de secado (excepto durante aproximadamente 1 minuto al comienzo del tiempo de secado), es posible formar una hoja que contiene mentol en un tiempo más reducido.

45 [Ejemplo 6]

50 En el presente ejemplo, se demuestra que el proceso de enfriamiento de la suspensión antes de la etapa de secado tiene un efecto sobre el "contenido de mentol después del almacenamiento" de las hojas que contienen mentol. Específicamente, se prepararon las hojas de las Muestras Comparativas Nos. 1 a 3 y las Muestras Nos. 4 a 7 como se describe en los Ejemplos 1 a 3. En cada una de las hojas de las Muestras Comparativas Nos 1 a 3 y las Muestras 4 a 7, se comparó el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja preparada a través del proceso de enfriamiento de suspensión con el "contenido de mentol después del almacenamiento" de la hoja preparada sin el proceso de enfriamiento de la suspensión. Como se describe en el Ejemplo 1, se almacenó cada una de las hojas en el termostato ajustado a 50 °C durante 7, 14 y 30 días.

55 Los resultados de la medición de las Muestras Comparativas Nos. 1 a 3 se muestran en las Figura 4A y los resultados de la medición de las Muestras Nos. 4 a 7 se muestran en las Figura 4B. En las Figuras 4A y 4B, el término "enfriamiento" significa una muestra preparada por medio de insuflado de aire frío (10 °C) sobre una suspensión antes de la etapa de secado y enfriamiento a aproximadamente 20 °C, mientras que la expresión "no enfriamiento" significa una muestra comparativa preparada por medio de colada de una suspensión y secado inmediato de la misma sin

llevar a cabo el proceso de enfriamiento. En las muestras comparativas de "no enfriamiento", la temperatura de la suspensión no fue inferior a 50 °C durante la colada y el secado de la suspensión.

Los datos de "enfriamiento" de las Figuras 4A y 4B son los mismos que los de la Figura 1.

5 En las hojas de las Muestras Comparativas Nos. 1 y 2, el contenido de mentol después del almacenamiento durante 30 días fue bajo, sin alcanzar un 30 %, independientemente de la presencia o ausencia del proceso de enfriamiento.

En las hojas de la Muestra Comparativa N.º 3, el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue mayor de un 50 %, independientemente de la presencia o ausencia del proceso de enfriamiento. No obstante, fue necesario un tiempo de secado de 60 minutos para preparar la hoja de la Muestra Comparativa N.º 3.

10 En las hojas de la Muestra N.º 4, el contenido de mentol después del almacenamiento durante 30 días disminuyó hasta un 18 % en el caso de "No enfriamiento", mientras que el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días se mantuvo en un 62 % en el caso de "enfriamiento".

En las hojas de la Muestra N.º 5, el contenido de mentol después del almacenamiento durante 30 días disminuyó hasta un 20 % en el caso de "No enfriamiento", mientras que el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días se mantuvo en un 59 % en el caso de "enfriamiento".

15 En las hojas de la Muestra N.º 6, el contenido de mentol después del almacenamiento durante 30 días disminuyó hasta un 20 % en el caso de "No enfriamiento", mientras que el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días se mantuvo en un 60 % en el caso de "enfriamiento".

20 En las hojas de la Muestra N.º 7, el contenido de mentol después del almacenamiento durante 30 días disminuyó hasta un 12 % en el caso de "No enfriamiento", mientras que el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días se mantuvo en un 61 % en el caso de "enfriamiento".

Los resultados anteriores muestran que cuando se enfría una vez la suspensión de materia prima y se seca a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C para preparar la hoja que contiene mentol, es posible formar la hoja en un tiempo más reducido y mantener el contenido de mentol después del almacenamiento en un valor elevado.

[Ejemplo 7]

25 En el presente ejemplo, se examinaron la relación entre la temperatura de enfriamiento de la suspensión y el "contenido inicial de mentol" de las hojas que contenían mentol. Específicamente, en la hoja de la Muestra N.º 6 descrita en el Ejemplo 3, se modificó la temperatura de enfriamiento de la suspensión hasta 20 °C, 30 °C, 40 °C, 50 °C y 60 °C, y se prepararon diversas hojas. Se midió el contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación, es decir, "contenido inicial de mentol".

30 Los resultados de los ensayos se muestran en la Figura 5. A partir de los resultados de la Figura 5, se aprecia que el contenido de mentol de la hoja tendió a aumentar a medida que la temperatura de enfriamiento fue menor. Específicamente, las hojas mostraron el siguiente contenido inicial de mentol: 64 % cuando la temperatura de enfriamiento fue de 20 °C, 61 % cuando la temperatura de enfriamiento fue de 30 °C, 57 % cuando la temperatura de enfriamiento fue de 40 °C, 52 % cuando la temperatura de enfriamiento fue de 50 °C y 43 % cuando la temperatura de enfriamiento fue de 60 °C.

En el Ejemplo 4 descrito anteriormente, se muestra que la suspensión forma un gel a una temperatura de enfriamiento de 40 °C o menos, y que una vez que se enfría la suspensión que contiene polisacárido y forma el gel, resulta difícil de recuperar el estado de sol, incluso si se aumenta posteriormente la temperatura. Además, generalmente se sabe que si la temperatura de la emulsión es menor de 0 °C, la emulsión se congela y se destruye.

40 A partir de estos resultados, se descubre que las temperaturas de enfriamiento son preferentemente de 0 a 30 °C.

[Ejemplo 8]

45 En el presente ejemplo, se examinó la relación entre el contenido de humedad de las hojas que contienen mentol y la tasa de retención de aroma de mentol. Específicamente, en la hoja de la Muestra N.º 6 descrita en el Ejemplo 3, el tiempo total de secado de la suspensión se modificó a 8,16 minutos, 7,92 minutos, 7,64 minutos, 7,44 minutos y 7,08 minutos, aumentando la velocidad de transporte sobre la cinta en la máquina de secado con aire caliente, y se prepararon hojas que tenían diversos contenidos de humedad. Se midió el contenido de humedad de las hojas preparadas. La Tabla 4 siguiente muestra el contenido de humedad y las condiciones de preparación de las hojas.

Tabla 4

Muestras Nos.	8-1	8-2	8-3	8-4	8-5
Velocidad de transporte de la cinta	1,13 m/min	1,07 m/min	1,04 m/min	1,01 m/min	0,98 m/min
Tiempo total de secado	7,08 min	7,44 min	7,64 min	7,92 min	8,16 min
Contenido de humedad tras el secado	22,6 % en peso	14,6 % en peso	11,2 % en peso	8,6 % en peso	6,1 % en peso

5 Se almacenaron las hojas preparadas en el termostato ajustado a 50 °C durante 30 días como se describe en el Ejemplo 1. Se midió el contenido de mentol de las hojas inmediatamente después de la preparación y de las hojas tras el almacenamiento. Los resultados de la medición se muestran en la Tabla 5 siguiente como "contenido inicial de mentol" y "contenido de mentol de las hojas almacenadas inmediatamente después de la preparación". Se calculó la tasa de retención de aroma de mentol a partir de los valores del contenido de mentol usando la Ecuación siguiente.

$$\text{Tasa de retención de aroma de mentol (\%)} = \left\{ \frac{\text{contenido de mentol tras el almacenamiento}}{\text{contenido inicial de mentol}} \right\} \times 100$$

10 Los resultados se muestran en la Figura 6 como "almacenamiento acelerado inmediatamente después de la preparación".

15 Además, se permitió el reposo de las hojas durante 2 meses tras la preparación, y se almacenaron en el termostato ajustado a 50 °C durante 30 días como se describe en el Ejemplo 1. Se midió el contenido de mentol de las hojas inmediatamente después de la preparación y de las hojas tras el almacenamiento. Los resultados de la medición se muestran en la Tabla 5 siguiente como "contenido inicial de mentol" y "contenido de mentol de las hojas almacenadas después de 2 meses desde la preparación". Se calculó la tasa de retención de aroma de mentol por medio de la ecuación anterior. Los resultados se muestran en la Figura 6 como "almacenamiento acelerado después de 2 meses desde la preparación".

Tabla 5

Muestras Nos.	8-1	8-2	8-3	8-4	8-5
Contenido de humedad tras el secado	22,6 % en peso	14,6 % en peso	11,2 % en peso	8,6 % en peso	6,1 % en peso
Contenido inicial de mentol	51,0 %	56,5 %	59,5 %	62,2 %	61,0 %
Contenido de mentol de las hojas inmediatamente después de la preparación	3,0 %	35,6 %	51,9 %	56,3 %	56,8 %
Contenido de mentol de las hojas almacenadas después de 2 meses desde la preparación	3,9 %	4,4 %	18,1 %	50,2 %	56,8 %

20 El contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación fue de aproximadamente un 50 a un 60 %, en todos los casos de las Muestras Nos. 8-1 a 8-5.

25 En los experimentos en los que las hojas se almacenaron inmediatamente después de la preparación en entornos acelerados, se apreció el siguiente resultado: la hoja (Muestra N.º 8-5) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 6 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 93 %, la hoja (Muestra N.º 8-4) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 9 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 90 %, la hoja (Muestra N.º 8-3) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 11 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 87 %, la hoja (Muestra N.º 8-2) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 15 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 63 % y la hoja (Muestra N.º 8-1) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 23 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 6 %.

5 En los experimentos en los que las hojas se almacenaron después de 2 meses desde la preparación en entornos acelerados, se apreciaron los siguientes resultados: la hoja (Muestra N.º 8-5) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 6 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 95 %, la hoja (Muestra N.º 8-4) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 9 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 87 %, la hoja (Muestra N.º 8-3) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 11 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 32 %, la hoja (Muestra N.º 8-2) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 15 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 8 % y la hoja (Muestra N.º 8-1) que tenía un contenido de humedad de aproximadamente un 23 % tuvo una tasa de retención de aroma de mentol de un 8 %.

10 Estos resultados muestran que si el contenido de humedad de la hoja se hace muy elevado, la tasa de retención de aroma de mentol se reduce de forma repentina y, de este modo, la hoja preferentemente se seca de forma que el contenido de humedad de la misma sea inferior a un 10 %, preferentemente 9 % o menos. Particularmente, se descubre que incluso si la hoja después de 2 meses desde la preparación se almacena de forma adicional en entornos acelerados, es posible mantener una tasa elevada de retención de aroma de mentol rebajando el contenido de  
15 humedad de la misma hasta aproximadamente un 9 % o menos.

Cuando el contenido de humedad de la hoja disminuye hasta menos de un 3 %, la tasa de retención de aroma de mentol es excelente. En este caso, no obstante, tiene lugar la "fisuración" o "despegado" de la hoja. De este modo, preferentemente el contenido de humedad de la hoja tras el secado es preferentemente de un 3 % o más.

[Ejemplo 9]

20 En el presente ejemplo, se examinó el efecto del tipo de polisacárido sobre el contenido de mentol tras el almacenamiento de las hojas que contienen mentol. Como polisacárido, se usaron carragenina, goma gelan, pectina y glucomanano konjak.

9-1. Método (características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura)

25 En este experimento, se examinaron las características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura de cada disolución de polisacárido.

(1) Disolución acuosa de carragenina

Agua 0,1 l

k-carragenina (CARRAGEENAN CS-530/San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 5 g

(2) Disolución acuosa de goma gelan

30 Como se describe en el Ejemplo 4.

(Comp. 3) Disolución acuosa de pectina

Agua 0,1 l

Pectina (uso químico, procedente de cítrico, Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) 3 g

(Comp. 4) Disolución acuosa de glucomanano Konjak

35 Agua 0,1 l

Glucomanano Konjak (materia prima Konjak commerce & industry cooperative society de prefectura Gunma) 1 g

Se preparó la disolución acuosa de polisacárido que tenía la composición anterior de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 4.

40 Se disminuyó la temperatura de la disolución acuosa de polisacárido a 25 °C durante aproximadamente 900 segundos. Posteriormente, se elevó la temperatura durante aproximadamente 900 segundos. Se midieron los cambios en la viscosidad (fluidez) de la disolución acuosa de polisacárido por medio de la disminución y aumento de la temperatura, con un reómetro (RheoStress 1, fabricado por Thermo-Haake). Los resultados de la disolución acuosa de carragenina se muestran en las Figuras 7A 7B, los resultados de la disolución acuosa de goma gelan se muestran en la Figuras 2A 2B, los resultados de la disolución acuosa de pectina se muestran en las Figuras 7G y 7H y los resultados de la  
45 disolución acuosa de glucomanano konjak se muestran en las Figuras 7K y 7L.

9-2. Resultados (características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura)

Como se muestra en la FIGURA 7A, si la temperatura de la disolución acuosa de carragenina disminuye a 25 °C, la viscosidad es baja (aproximadamente 1.000 mPas o menos) hasta una temperatura de aproximadamente 50 °C, que fue la temperatura de transición sol-gel. No obstante, la viscosidad aumentó de forma repentina a una temperatura

menor que la temperatura de transición, y la viscosidad alcanzó 10.000.000 mPas (gelación). Como se muestra en la Figura 7B, si aumenta la temperatura del gel obtenido, éste no vuelve fácilmente al estado de sol, incluso si se calienta a una temperatura que supere la temperatura de transición. De este modo, se pudo mantener el estado de gel.

5 Como se muestra en las Figuras 2A y 2B, una vez que se enfrió la disolución acuosa de goma gelan y se formó el gel, resultó difícil volver a un estado de sol incluso si posteriormente se calienta a una temperatura que supera la temperatura de transición. De este modo, se pudo mantener el estado de gel (véase el Ejemplo 4).

Como se ha descrito anteriormente, la disolución acuosa de carragenina y la disolución acuosa de goma gelan tuvieron "características de transición sol-gel en respuesta a la temperatura".

10 Por otra parte, la disolución acuosa comparativa de pectina no tuvo "características de transición sol-gel en respuesta a la temperatura" como se muestra en las Figuras 7G y 7H.

Además, la disolución acuosa comparativa de glucomanano konjak no tuvo "características de transición sol-gel en respuesta a la temperatura" como se muestra en las Figuras 7K y 7L.

### 9-3. Método (preparación de la hoja)

15 En el presente experimento, se prepararon hojas que contenían mentol usando cada una de las disoluciones acuosas de polisacárido, y se midieron las temperaturas de la muestra durante la etapa de secado térmico.

Se llevó a cabo la preparación de la hoja de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 1.

#### (1) Preparación de hoja que contiene carragenina

Agua 10 l

κ-carragenina (CARRAGEENAN CS-530/San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 500 g

20 Disolución acuosa al 5 % de lecitina (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 200 ml

Mentol (Takasago International Corporation.) 2500 g

25 Se añadieron 500 g (5 partes en peso) de κ-carragenina a 10 l (100 partes en peso) de agua (calentada y mantenida a 80 °C) y se disolvieron en la misma en pequeñas partes para evitar la formación de grumos (tiempo requerido: aproximadamente 20 minutos), al tiempo que se agitó con un mezclador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un rotor para agitación de una disolución/2000 rpm). Se añadieron 2500 g (25 partes en peso) de l-mentol a la misma temperatura. Se sustituyó el mezclador de agitación con un homogeneizador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un cabezal de roto-estator/4000 rpm) y se emulsionó la mezcla durante 10 minutos. A continuación, se añadieron 200 ml (2 partes en peso) de una disolución acuosa al 5 % de lecitina a la misma, y se agitó. Se dispersó mentol en la disolución acuosa de carragenina.

30 Se coló la suspensión dispersada sobre el sustrato (película de PET, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) para que tuviera un espesor de 1 mm (estado húmedo). Posteriormente, se enfrió la suspensión hasta aproximadamente 20 °C usando aire frío de aproximadamente 10 °C, generado por medio de un enfriador de puntos (Suiden SS-25DD-1).

35 A continuación, se sometió la suspensión enfriada a conformación en seco usando una máquina de secado con aire caliente de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 1 para que tuviera un contenido de humedad de aproximadamente un 6 % y, de este modo, se preparó una hoja que contenía carragenina. Se midió el contenido de humedad por medio de GC-TCD (véase el Ejemplo 1). Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 3 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 6 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 3 minutos (tiempo total de secado: 12 minutos)

40 Se preparó una hoja de control (sin enfriamiento) por medio de conformación en seco y se coló la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,5 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 5 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,5 minutos (tiempo total de secado: 10 minutos)

45 La medición de la temperatura de la muestra se llevó a cabo usando un termómetro que no era de contacto de forma similar a la del Ejemplo 5. La Figura 7C muestra los cambios en la temperatura de muestra durante la etapa de secado. En

50 La Figura 7C, "enfriamiento" representa una muestra que se enfrió a aproximadamente 20 °C mediante insuflado de aire frío (10 °C) sobre la misma antes de la etapa de secado, mientras que "sin enfriamiento" representa una muestra comparativa que se secó inmediatamente después de colar la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento.

La Figura 7C muestra que el enfriamiento de la suspensión no afecta a la temperatura de cada muestra durante la etapa de secado.

(2) Preparación de hoja que contiene goma gelan

Agua 10 l

5 Goma gelan (KELCOGEL, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 300 g disolución acuosa de lecitina al 5 % (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 120 ml

Mentol (Takasago International Corporation.) 1500 g

Se añadieron 300 g (3 partes en peso) de goma gelan a 10 l (100 partes en peso) de agua (calentada y mantenida a 80 °C) y se disolvieron en la misma en pequeñas partes para evitar la formación de grumos (tiempo requerido: aproximadamente 20 minutos), al tiempo que se agitó con un mezclador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un rotor para agitación de una disolución/2000 rpm). Se añadieron 1500 g (15 partes en peso) de l-mentol a la misma temperatura. Se substituyó el mezclador de agitación con un homogeneizador (PRIMIX T.K. Modelo 40/equipado con un cabezal de rotor-estator/4000 rpm) y se emulsionó la mezcla durante 10 minutos. A continuación, se añadieron 120 ml (1,2 partes en peso) de una disolución acuosa al 5 % de lecitina a la misma, y se agitó. Se dispersó mentol en la disolución acuosa de goma gelan.

Se coló la suspensión dispersada sobre el sustrato (película de PET, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) para que tuviera un espesor de 1 mm (estado húmedo). Posteriormente, se enfrió la suspensión hasta aproximadamente 20 °C usando aire frío de aproximadamente 10 °C, generado por medio de un enfriador de puntos (Suiden SS-25DD-1).

20 A continuación, se sometió la suspensión enfriada a conformación en seco usando una máquina de secado con aire caliente de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 1 para que tuviera un contenido de humedad de aproximadamente un 6 % y, de este modo, se preparó una hoja que contenía carragenina. Se midió el contenido de humedad por medio de GC-TCD (véase el Ejemplo 1). Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,8 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 5,5 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,8 minutos (tiempo total de secado: 11 minutos).

Se preparó una hoja de control (sin enfriamiento) por medio de conformación en seco y se coló la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. Las condiciones de la hoja de control de secado con aire caliente fueron las siguientes: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,3 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 4,5 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,3 minutos (tiempo total de secado: aproximadamente 9 minutos).

La medición de la temperatura de la muestra se llevó a cabo usando un termómetro que no era de contacto de forma similar a la del Ejemplo 5. La Figura 7E muestra los cambios en la temperatura de muestra durante la etapa de secado. En la Figura 7E, "enfriamiento" representa una muestra que se enfrió a aproximadamente 20 °C mediante insuflado de aire frío (10 °C) sobre la misma antes de la etapa de secado, mientras que "sin enfriamiento" representa una muestra comparativa que se secó inmediatamente después de colar la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. La Figura 7E muestra que el enfriamiento de la suspensión no afecta a la temperatura de cada muestra durante la etapa de secado.

(Comp. 3) Preparación de hoja que contiene pectina

40 Agua 10 l

Pectina (uso químico, procedente de cítrico, Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) 300 g

Disolución acuosa al 5 % lecitina (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 120 ml

Mentol (Takasago International Corporation.) 1500 g

45 Se añadieron 300 g (3 partes en peso) de pectina a 10 l (100 partes en peso) de agua (calentada y mantenida a 80 °C) y se disolvieron en la misma en pequeñas partes para evitar la formación de grumos (tiempo requerido: aproximadamente 20 minutos), al tiempo que se agitó con un mezclador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un rotor para agitación de una disolución/2000 rpm). Se añadieron 1500 g (15 partes en peso) de l-mentol a la misma temperatura. Se substituyó el mezclador de agitación con un homogeneizador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un cabezal de roto-estator/4000 rpm) y se emulsionó la mezcla durante 10 minutos. A continuación, se añadieron 120 ml (1,2 partes en peso) de una disolución acuosa al 5 % de lecitina a la misma, y se agitó. Se dispersó mentol en la disolución acuosa de pectina.

Se coló la suspensión dispersada sobre el sustrato (película de PET, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) para que tuviera un espesor de 1 mm (estado húmedo). Posteriormente, se enfrió la suspensión hasta

aproximadamente 20 °C usando aire frío de aproximadamente 10 °C, generado por medio de un enfriador de puntos (Suiden SS-25DD-1).

5 A continuación, se sometió la suspensión enfriada a conformación en seco usando una máquina de secado con aire caliente de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 1 para que tuviera un contenido de humedad de aproximadamente un 6 % y, de este modo, se preparó una hoja que contenía pectina. Se midió el contenido de humedad por medio de GC-TCD (véase el Ejemplo 1). Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,8 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 5,5 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,8 minutos (tiempo total de secado: 11 minutos).

10 Se preparó una hoja de control (sin enfriamiento) por medio de conformación en seco y se coló la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,5 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 5 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,5 minutos (tiempo total de secado: 10 minutos)

15 La medición de la temperatura de la muestra se llevó a cabo usando un termómetro que no era de contacto de forma similar a la del Ejemplo 5. La Figura 7I muestra los cambios en la temperatura de muestra durante la etapa de secado. En la Figura 7I, "enfriamiento" representa una muestra que se enfrió a aproximadamente 20 °C mediante insuflado de aire frío (10 °C) sobre la misma antes de la etapa de secado, mientras que "sin enfriamiento" representa una muestra comparativa que se secó inmediatamente después de colar la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. La Figura 7I muestra que el enfriamiento de la suspensión no afecta a la temperatura de cada muestra durante la

20 etapa de secado.

(Comp. 4) Preparación de hoja que contiene glucomanano konjak

Agua 10 l

Glucomanano Konjak (materia prima de Konjak commerce & industry cooperative society de la prefectura de Gunma) 100 g de disolución acuosa de lecitina al 5 % (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 40 ml

25 Mentol (Takasago International Corporation.) 500 g

Se añadieron 100 g (1 parte en peso) de glucomanano konjak a 10 l (100 partes en peso) de agua (calentada y mantenida a 80 °C) y se disolvieron en la misma en pequeñas partes para evitar la formación de grumos (tiempo requerido: aproximadamente 20 minutos), al tiempo que se agitó con un mezclador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un rotor para agitación de una disolución). Se añadieron 500 g (5 partes en peso) de l-mentol a la

30 misma temperatura. Se substituyó el mezclador de agitación con un homogeneizador (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Modelo 40/equipado con un cabezal de rotor-estator) y se emulsionó la mezcla durante 10 minutos. A continuación, se añadieron 40 ml (0,4 partes en peso) de una disolución acuosa al 5 % de lecitina a la misma, y se agitó. Se dispersó mentol en la disolución acuosa de glucomanano konjak.

35 Se coló la suspensión dispersada sobre el sustrato (película de PET, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) para que tuviera un espesor de 1 mm (estado húmedo). Posteriormente, se enfrió la suspensión hasta aproximadamente 20 °C usando aire frío de aproximadamente 10 °C, generado por medio de un enfriador de puntos (Suiden SS-25DD-1).

40 A continuación, se sometió la suspensión enfriada a conformación en seco usando una máquina de secado con aire caliente de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 1 para que tuviera un contenido de humedad de aproximadamente un 6 % y, de este modo, se preparó una hoja que contenía glucomanano konjak. Se midió el contenido de humedad por medio de GC-TCD (véase el Ejemplo 1). Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 3 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 6 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 3 minutos (tiempo total de secado: 12 minutos)

45 Se preparó una hoja de control (sin enfriamiento) por medio de conformación en seco y se coló la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. Se emplearon las siguientes condiciones de secado con aire caliente: a una temperatura de aire caliente de 110 °C durante 2,5 minutos, a una temperatura de aire caliente de 100 °C durante 5 minutos, y a una temperatura de aire caliente de 80 °C durante 2,5 minutos (tiempo total de secado: 10 minutos).

50 La medición de la temperatura de la muestra se llevó a cabo usando un termómetro que no era de contacto de forma similar a la del Ejemplo 5. La Figura 7M muestra los cambios en la temperatura de muestra durante la etapa de secado. En la Figura 7M, "enfriamiento" representa una muestra que se enfrió a aproximadamente 20 °C mediante insuflado de aire frío (10 °C) sobre la misma antes de la etapa de secado, mientras que "sin enfriamiento" representa una muestra comparativa que se secó inmediatamente después de colar la suspensión sin llevar a cabo el proceso de enfriamiento. La Figura 7M muestra que el enfriamiento de la suspensión no afecta a la temperatura de cada muestra

55 durante la etapa de secado.

## 9-4. Método (medición del contenido de mentol)

Se midieron el contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación (contenido de mentol inicial) y el contenido de mentol de la hoja almacenada en entornos acelerados (contenido de mentol después del almacenamiento). Los entornos acelerados fueron como se describe en el Ejemplo 1. La medición del contenido de mentol se llevó a cabo de acuerdo con el mismo procedimiento que el Ejemplo 1. Los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figura 7D; los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figura 7F; los resultados de la hoja que contiene pectina se muestran en la Figura 7J, los resultados de la hoja que contiene glucomanano konjak se muestran en la Figura 7N

## 9-5. Resultados (contenido de mentol)

En el caso de la hoja que contiene carragenina, como se muestra en la Figura 7D, cuando se enfrió la suspensión una vez antes de la etapa de secado, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 80 %, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de un 60 % en peso o más (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 80 %). Por otra parte, cuando no se enfrió la suspensión antes de la etapa de secado, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 80 %, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente un 45 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 60 %).

En el caso de la hoja que contiene goma gelan, como se muestra en la Figura 7F, cuando se enfrió la suspensión antes de la etapa de secado, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 70 %, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente un 65 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 90 % o más). Por otra parte, cuando no se enfrió la suspensión antes de la etapa de secado, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 55 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente un 35 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 65 %).

En el caso de la hoja comparativa que contiene pectina, como se muestra en la Figura 7J, independientemente de si se enfrió la suspensión antes de la etapa de secado o no, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 60 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente un 30 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = de aproximadamente un 55 % en peso a aproximadamente un 65 % en peso).

En el caso de la hoja comparativa que contiene glucomanano konjak, como se muestra en la Figura 7N, independientemente de si la suspensión se enfría antes de la etapa de secado o no, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 30 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente un 15 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 50 %).

Los resultados anteriores muestran que cuando se usa carragenina o goma gelan como polisacárido, y se enfría una vez la suspensión antes de la etapa de secado y entonces se seca, la lámina obtenida tiene un contenido de mentol elevado y un rendimiento elevado de mentol, y también mantiene un elevado contenido de mentol tras el almacenamiento.

Por tanto, en los siguientes ejemplos, se usó carragenina o goma gelan como polisacárido, y la suspensión se enfrió una vez antes de la etapa de secado y posteriormente se secó.

## [Ejemplo 10]

En el presente ejemplo, se examinó el efecto de la concentración de polisacárido sobre el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contenían mentol.

## 10-1. Método (características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura)

En el presente experimento, se examinaron las características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura de suspensiones de materia prima (disolución de preparación de hoja) que contenían polisacárido a diversas concentraciones. Como polisacárido, se usaron 1 parte en peso (1 %), 2 partes en peso (2 %), 3 partes en peso (3 %), 5 partes en peso (5 %) y 7 partes en peso (7 %) de carragenina basándose en agua (100 partes en peso). Además, se usaron 1 parte en peso (1 %), 2 partes en peso (2 %), 3 partes en peso (3 %), 5 partes en peso (5 %) y 7 partes en peso (7 %) de goma gelan basándose en agua (100 partes en peso). En la siguiente descripción y las Figuras 8A a 8F, se representa la concentración de polisacárido en porcentaje en peso ( %) basado en agua.

Se prepararon suspensiones de materia prima que contenían carragenina y suspensiones de materia prima que contenían goma gelan de acuerdo con la descripción de la columna 9-3 del Ejemplo 9. Dependiendo de las concentraciones de polisacárido, se añadió mentol en cantidades de 5 veces el polisacárido (relación en peso), y se añadió disolución acuosa al 5 % de lecitina en una cantidad de dos quintas partes el polisacárido (relación en peso).

Se redujo la temperatura de las suspensiones de materia prima que contenían polisacárido a diversas concentraciones de 70 °C a 25 °C durante aproximadamente 900 segundos. Posteriormente, se elevó la temperatura a 70 °C durante aproximadamente 900 segundos. Se midieron los cambios en la viscosidad (fluidez) de las suspensiones seguidos de la disminución y aumento de la temperatura con un reómetro (RheoStress 1 fabricado por Thermo-Haake). Los resultados de la hoja que contiene carragenina se muestran en las Figuras 8A 8B, y los resultados de la suspensión que contiene goma gelan se muestran en las Figuras 8D y 8E.

#### 10-2. Resultados (características de transición sol-gel de respuesta a la temperatura)

Como se muestra en las Figuras 8A y 8B, en el caso de la suspensión de materia prima que contiene un 1 % de carragenina, incluso si se enfrió la suspensión a 25 °C, no experimentó formación de gelatina de forma suficiente. Cuando aumentó posteriormente la temperatura de esta materia prima, resultó difícil de mantener el estado de gel. En el caso de la suspensión de materia prima que contenía un 7 % en peso de carragenina, la viscosidad aumentó en una etapa temprana del proceso de disminución de temperatura (de 70 a 60 °C), y resultó difícil mantener el estado de sol. Por consiguiente, resultó difícil dispersar mentol en el momento de la preparación de la presente suspensión de materia prima.

Por tanto, es preferible que carragenina esté presente en la suspensión de materia prima en una concentración de un 2 a un 5 % en peso.

Como se muestra en las Figuras 8D y 8E, en caso de la suspensión de materia prima que contenía un 1 % de goma gelan, incluso si se enfrió la suspensión a 25 °C, no experimentó formación de gelatina de forma suficiente. Cuando aumentó posteriormente la temperatura de esta materia prima, resultó difícil de mantener el estado de gel. En el caso de la suspensión de materia prima que contenía un 7 % en peso de goma gelan, la viscosidad aumentó en una etapa temprana del proceso de disminución de temperatura (de 70 a 60 °C), y resultó difícil mantener el estado de sol. Por consiguiente, resultó difícil dispersar mentol en el momento de la preparación de la presente suspensión de materia prima.

Por tanto, es preferible que carragenina esté presente en la suspensión de materia prima en una concentración de un 2 a un 5 % en peso.

#### 10-3. Método (preparación de hoja y medición del contenido de mentol)

Se prepararon hojas que contenían carragenina y goma gelan usando suspensiones de materias primas que contenían polisacáridos a diversas concentraciones (véase la columna 10-1). Se llevó a cabo la preparación de la hoja de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 9.

Se midieron el contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación (contenido de mentol inicial) y el contenido de mentol de la hoja almacenada en entornos acelerados (contenido de mentol después del almacenamiento). Los entornos acelerados fueron como se describe en el Ejemplo 1. La medición del contenido de mentol se llevó a cabo de acuerdo con el mismo procedimiento que el Ejemplo 1. Los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figura 8C; y los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figura 8F.

#### 10-4. Resultados (contenido de mentol)

En el caso de la hoja que contiene carragenina al 3 % en peso o al 5 % en peso, como se muestra en la Figura 8C, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 80 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente 60 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 80 %). En el caso de un 2 % en peso de carragenina, el contenido inicial de mentol fue de un 74 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días superó el 50 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = 68 %). En el caso de un 6 % en peso de carragenina, el contenido inicial de mentol fue de un 69 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días superó el 43 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = 62 %).

En el caso de la hoja que contiene goma gelan al 3 % en peso o al 5 % en peso, como se muestra en la Figura 8F, el contenido inicial de mentol fue de aproximadamente un 70 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días fue de aproximadamente 70 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = aproximadamente un 90 %). En el caso de un 2 % en peso de goma gelan, el contenido inicial de mentol fue de un 70 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días superó el 50 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = 78 %). En el caso de un 6 % en peso de goma gelan, el contenido inicial de mentol fue de un 76 % en peso, y el contenido de mentol tras el almacenamiento durante 30 días superó el 63 % en peso (tasa de retención de aroma de mentol = 83 %).

Estos resultados muestran que la carragenina o la goma gelan están presentes en la suspensión de materia prima a una concentración de preferentemente un 2 a un 6 % en peso, más preferentemente de un 3 a un 5 % en peso.

55

[Ejemplo 11]

En este ejemplo, se examinó el efecto de la relación de mezcla de mentol presente en la suspensión de materia prima sobre el contenido de mentol después del almacenamiento y el rendimiento de mentol de las hojas que contienen mentol.

#### 5 11-1. Método (preparación de hoja y medición del contenido de mentol)

Se prepararon hojas que contenían carragenina y goma gelan usando suspensiones de materia prima que contenían diversas relaciones de mezcla de mentol. Se llevó a cabo la preparación de la hoja de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 9.

10 Con respecto a las hojas que contenían carragenina, se añadió mentol en una cantidad equivalente a, 1, 2,5, 5, 10, 15 y 20 veces el peso de 5 % en peso de carragenina (en la suspensión de materia prima). Con respecto a las hojas que contenía goma gelan, se añadió mentol en una cantidad equivalente a 0,5, 1, 2,5, 5, 10, 15 y 20 veces el peso de 3 % en peso de goma gelan (en la suspensión de materia prima).

15 Se midieron el contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación (contenido de mentol inicial) y el contenido de mentol de la hoja almacenada en entornos acelerados (contenido de mentol después del almacenamiento). Los entornos acelerados fueron como se describe en el Ejemplo 1. La medición del contenido de mentol se llevó a cabo de acuerdo con el mismo procedimiento que el Ejemplo 1. Los resultados de la hoja que contiene carragenina se muestran en las Figuras 9A 9E; y los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figuras 9F a 9J. En los dibujos, la expresión [1:x] representa relaciones en peso de polisacárido y mentol en la suspensión de materia prima. Por ejemplo, la expresión [1:5] representa que mentol está presente en la suspensión de materia prima en una cantidad equivalente a 5 veces el peso de polisacárido. En estos dibujos, la expresión "inmediatamente después de la preparación" significa una hoja inmediatamente después de la preparación, y la expresión "después de 50 °C 1 mes" significa una hoja después de almacenamiento a 50 °C durante 30 días.

#### 11-2. Resultados

##### (1) Hoja que contiene carragenina

25 Con respecto a las hojas que contienen carragenina, como se muestra en la Figura 9A, el "contenido inicial de mentol" fue el más elevado en el caso de la hoja que contenía mentol en 10 veces el peso, el segundo más elevado en el caso de la hoja que contenía mentol en 5 veces el peso, el tercero más elevado en el caso de la hoja que contenía mentol en 2,5 veces el peso, y el cuarto más elevado en el caso de la hoja que contenía mentol en 1 vez el peso. Estos resultados mostraron que el contenido inicial de mentol dependió de la cantidad de mezcla de mentol. Por otra parte, en los casos en los que las hojas que contenían mentol en 15 y 20 veces el peso, el "contenido inicial de mentol" fue tan reducido como un 20 % en peso o menos. En todos los casos de las cantidades de mezcla de mentol, el "contenido de mentol después del almacenamiento" apenas se redujo a partir del contenido inicial de mentol. De este modo, como se muestra en la Figura 9B, la tasa de retención de aroma de mentol tras el almacenamiento durante 30 días superó un 70 % en todos los casos de las cantidades de mezcla de mentol. Entre ellos, la hoja que contiene mentol en 2,5 veces el peso exhibió la tasa más elevada de retención de aroma de mentol de aproximadamente un 100 %.

Se calculó la relación de mezcla de contenido de mentol en la hoja con respecto a la cantidad de mentol añadido en la suspensión de materia prima como el "rendimiento de mentol (%)" usando la Ecuación siguiente.

$$\text{Rendimiento de mentol (\%)} = \left\{ \frac{\text{valor medido del contenido de mentol en la hoja}}{\text{cantidad de mezcla de mentol}} \right\} \times 100$$

40 Como se muestra en la Figura 9C, el "rendimiento de mentol" inmediatamente después de la preparación de la hoja mostró un valor que superó un 50 % en todos los casos de las muestras en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 1 a 10 veces el peso. El "rendimiento de mentol" inmediatamente después del almacenamiento mostró el valor más elevado en el caso de la hoja que contenía mentol en 2,5 veces el peso. La hoja que contenía mentol en 5 veces o 10 veces el peso mostró un "rendimiento de mentol" tras el almacenamiento más bajo que el de la hoja que contenía mentol en 2,5 veces el peso, pero el contenido de mentol en la hoja (cantidad absoluta) es más elevado (véase Figura 9A).

45 Las Figuras 9D y 9E muestran la relación entre la relación de mezcla (%) de mentol y el contenido de mentol (%) y la relación entre la relación de mezcla (%) de mentol y el rendimiento de mentol (%), respectivamente. En los dibujos, la relación de mezcla de mentol (%) viene representada por la fórmula:  $\left\{ \frac{\text{cantidad de mezcla de mentol}}{\text{cantidad de mezcla de mentol} + \text{cantidad de mezcla de carragenina}} \right\} \times 100$

50 Como se muestra en la Figura 9D, las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 2,5 a 10 veces el peso (es decir, la relación de mezcla de mentol es de un 71 a un 91 %) mostraron un contenido de mentol elevado después del almacenamiento. Como se muestra en la Figura 9E, las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 1 a 5 veces el peso (es decir, la relación de mezcla de mentol es de un 50 a un 83 %) mostraron un rendimiento de mentol elevado después del almacenamiento.

Los resultados de las Figuras 9A a 9E muestran que la cantidad de mezcla de mentol con respecto a carragenina es preferentemente de 1 a 10 veces el peso, más preferentemente de 2,5 a 5 veces el peso.

(2) Hoja que contiene goma gelan

5 Con respecto a las hojas que contienen goma gelan, como se muestra en la Figura 9F, el "contenido inicial de mentol" fue el más elevado en caso de la hoja que contiene mentol en 5 veces el peso y el más bajo en caso de la hoja que contiene mentol en 0,5 veces el peso y, dependió de la cantidad de mezcla de mentol en las hojas en las que el cantidad de mezcla de mentol fue de 0,5 a 5 veces el peso. En todas las muestras en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 0,5 a 5 veces el peso, el "contenido de mentol tras el almacenamiento" se redujo de forma drástica desde el contenido inicial de mentol. No obstante, en las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 10 veces o más en peso, el contenido de mentol se redujo durante el transcurso de los días de almacenamiento. De este modo, como se muestra en la Figura 9G, la tasa de retención de aroma de mentol tras el almacenamiento durante 30 días superó un 90 % en las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de un 0,5 a 5 veces el peso. No obstante, la tasa de retención de aroma de mentol fue de aproximadamente un 50 % en las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 10 veces o más en peso. Como se ha descrito anteriormente, las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 0,5 a 5 veces el peso tuvieron una tasa elevada de retención de aroma de mentol. Entre ellos, la hoja que contiene mentol en 2,5 veces el peso exhibió la tasa más elevada de retención de aroma de mentol de aproximadamente un 100 %.

20 Como se muestra en la Figura 9H, el "rendimiento de mentol" inmediatamente después de la preparación de la hoja mostró el valor más elevado de un 50 % en los casos de hojas que contenían mentol en 1, 2,5 y 5 veces el peso. El "rendimiento de mentol" inmediatamente después del almacenamiento mostró el valor más elevado en el caso de la hoja que contenía mentol en 2,5 veces el peso. La hoja que contiene mentol en 5 veces el peso mostró un "rendimiento de mentol" tras el almacenamiento más bajo que el de la hoja que contiene mentol en 2,5 veces el peso, pero el contenido de mentol en la hoja (cantidad absoluta) es más elevado (véase Figura 9F).

25 Las Figuras 9I y 9J muestran la relación entre la relación de mezcla (%) de mentol y el contenido de mentol (%) y la relación entre la relación de mezcla (%) de mentol y el rendimiento de mentol (%), respectivamente. En los dibujos, la relación de mezcla de mentol (%) viene representada por la fórmula: {cantidad de mezcla de mentol/(cantidad de mezcla de mentol + cantidad de mezcla de goma gelan)} x 100

30 Como se muestra en la Figura 9I, las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 2,5 a 5 veces el peso (es decir, la relación de mezcla de mentol es de un 71 a un 83 %) mostraron un contenido de mentol elevado después del almacenamiento. Como se muestra en la Figura 9J, las hojas en las que la cantidad de mezcla de mentol fue de 1 a 5 veces el peso (es decir, la relación de mezcla de mentol es de un 50 a un 83 %) mostraron un rendimiento de mentol elevado después del almacenamiento.

Los resultados de las Figuras 9F a 9J muestran que la cantidad de mezcla de mentol con respecto a goma gelan es preferentemente de 1 a 10 veces el peso, más preferentemente de 2,5 a 5 veces el peso.

35 [Ejemplo 12]

En este ejemplo, se examinó el efecto de la cantidad de mezcla de lecitina presente en la suspensión de materia prima sobre el contenido de mentol después del almacenamiento de hojas que contienen mentol.

12-1. Método (preparación de hoja y medición del contenido de mentol)

40 Se prepararon hojas que contenían carragenina y hojas que contenían goma gelan usando suspensiones de materia prima que contenían diversas relaciones de mezcla de lecitina. Se llevó a cabo la preparación de la hoja de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 9.

Con respecto a las hojas que contenían carragenina, se añadió lecitina en una cantidad equivalente a, 0,001, 0,005, 0,01, 0,02, 0,05, 0,1, 0,2 y 0,4 veces el peso de 5 % en peso de carragenina (en la suspensión de materia prima). Se añadió mentol en una cantidad equivalente a 5 veces el peso de carragenina.

45 Similarmente, con respecto a las hojas que contenían goma gelan, se añadió mentol en una cantidad equivalente a 0,001, 0,005, 0,01, 0,02, 0,05, 0,1, 0,2 y 0,4 veces el peso de 3 % en peso de goma gelan (en la suspensión de materia prima). Se añadió mentol en una cantidad equivalente a 5 veces el peso de goma gelan.

50 Se midieron el contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación (contenido de mentol inicial) y el contenido de mentol de la hoja almacenada en entornos acelerados (contenido de mentol después del almacenamiento). Los entornos acelerados fueron como se describe en el Ejemplo 1. La medición del contenido de mentol se llevó a cabo de acuerdo con el mismo procedimiento que el Ejemplo 1. Los resultados de la hoja que contiene carragenina se muestran en las Figuras 10A 10B, y los resultados de la suspensión que contiene goma gelan se muestran en las Figuras 10C y 10D. En las Figuras 10A y 10C, los valores numéricos en los paréntesis representan las relaciones en peso de lecitina basándose en polisacárido. Por ejemplo, la expresión [0,01] representa que lecitina está presente en la suspensión de materia prima en una cantidad equivalente a 0,01 veces el peso de polisacárido.

55

En las Figuras 10B y 10D, la expresión "inmediatamente después de la preparación" significa una hoja inmediatamente después de la preparación, y la expresión "después de 50 °C 1 mes" significa una hoja después de almacenamiento a 50 °C durante 30 días.

12-2. Resultados

5 (1) Hoja que contiene carragenina

Con respecto a las hojas que contienen carragenina, como se muestra en la Figura 10A, el contenido de mentol se redujo en gran medida tras el almacenamiento en el caso de que la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a carragenina fuese de 0,1 a 0,4 veces el peso.

10 La Figura 10B muestra una relación entre la cantidad de mezcla de lecitina (relación en peso basada en carragenina) y el contenido de mentol (%). Como se muestra en la Figura 10B, el contenido de mentol se mantuvo tras el almacenamiento en las hojas en las que la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a carragenina fue de 0,005 a 0,02 veces el peso.

(2) Hoja que contiene goma gelan

15 Con respecto a las hojas que contienen goma gelan, como se muestra en la Figura 10C, el contenido de mentol se redujo en gran medida tras el almacenamiento en el caso de que la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a goma gelan fuese de 0,1 a 0,4 veces el peso.

20 La Figura 10D muestra una relación entre la cantidad de mezcla de lecitina (relación en peso basada en goma gelan) y el contenido de mentol (%). Como se muestra en la Figura 10D, el contenido de mentol elevado se mantuvo tras el almacenamiento en las hojas en las que la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a goma gelan fue de 0,005 a 0,05 veces el peso.

25 A partir de los resultados de la Figuras 10A a 10D, se encontró que la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a polisacárido es preferentemente de un 0,5 a un 5 % en peso. Específicamente, cuando se usa carragenina como polisacárido, la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a polisacárido es preferentemente de un 0,5 a un 2 % en peso. Cuando se usa goma gelan como polisacárido, la cantidad de mezcla de lecitina con respecto a polisacárido es preferentemente de un 0,5 a un 5 % en peso, más preferentemente de un 0,5 a un 2 % en peso.

[Ejemplo 13]

En el presente ejemplo, se examinó el efecto del tipo de emulsionante sobre el contenido de mentol tras el almacenamiento de hojas que contenían mentol.

13-1. Método (preparación de hoja y medición del contenido de mentol)

30 Se prepararon hojas que contenían carragenina y hojas que contenían goma gelan usando suspensiones de materia prima que contenían diversos tipos de emulsionantes. Se llevó a cabo la preparación de la hoja de acuerdo con el mismo procedimiento del Ejemplo 9. Se añadió mentol en una cantidad equivalente a 5 veces el peso de polisacárido, y se añadió cada emulsionante en una cantidad equivalente a 0,02 veces el peso de polisacárido.

35 Se usaron ocho tipos de emulsionantes a continuación. Los números 1 a 8 otorgados a los emulsionantes siguientes corresponden al número de las Figuras 11A y 11B.

1. Lecitina

(SUN LECITHIN A-1, fabricada por Taiyo Kagaku Co., Ltd.)

2. Éster de ácido graso de glicerina (monoglicérido)

(Exel S-95, fabricado por Kao Corporation)

40 Nombre del compuesto: monoestearato de glicerina lipófilo

3. Éster de ácido graso de glicerina (poliglicérido)

(Sunsoft No. A-181E, fabricado por Taiyo Kagaku Co., Ltd.)

Nombre del compuesto: monoestearato de pentaglicerina

4. Éster de ácido graso de glicerina (monoglicérido de ácido orgánico)

45 (Step SS, fabricado por Kao Corporation)

Nombre del compuesto: succinato de monoglicérido

5. Éster de ácido graso de sorbitán

(Emasol S-10V, fabricado por Kao Corporation)

Nombre del compuesto: monoestearato de sorbitán

6. Éster de ácido graso de sorbitán (polisorbato)

5 (Emasol S-120V, fabricado por Kao Corporation)

Nombre del compuesto: poli(monoestearato de oxietilensorbitán)

**7. Éster de ácido graso de propilen glicol**

(Sunsoft No. 25CD, fabricado por Taiyo Kagaku Co., Ltd.)

Nombre del compuesto: monoestearato de propilen glicol

10 8. Éster de ácido graso de sacarosa

(éster de azúcar Ryoto S-1570, fabricado por Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation)

Nombre del compuesto: éster de ácido graso de sacarosa

15 Se midieron el contenido de mentol de la hoja inmediatamente después de la preparación (contenido de mentol inicial) y el contenido de mentol de la hoja almacenada en entornos acelerados (contenido de mentol después del almacenamiento). Los entornos acelerados fueron como se describe en el Ejemplo 1. La medición del contenido de mentol se llevó a cabo de acuerdo con el mismo procedimiento que el Ejemplo 1. Los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figura 11A; y los resultados de la hoja que contiene goma gelan se muestran en la Figura 11B. En las Figuras 11A a 11B, la expresión "inmediatamente después de la preparación" significa una hoja inmediatamente después de la preparación, y la expresión "después de 50 °C 1 mes" significa una hoja después de almacenamiento a 50 °C durante 30 días. 13-2. Resultados

20 Los resultados de las Figuras 11A 11B muestran que es posible usar diversos emulsionantes además de lecitina. Con respecto a las hojas que contienen carragenina, es particularmente preferible usar 1. lecitina, 3. éster de ácido graso de glicerina (poliglicérido) y 4. éster de ácido graso de glicerina (monoglicérido de ácido orgánico) como emulsionantes.

25 Con respecto a las hojas que contienen goma gelan, es particularmente preferible usar 1. lecitina, 2. éster de ácido graso de glicerina (monoglicérido), 3. éster de ácido graso de glicerina (poliglicérido), 4. éster de ácido graso de glicerina (monoglicérido de ácido orgánico), 5. éster de ácido graso de sorbitán, 7. éster de ácido graso de propilen glicol y 8. éster de ácido graso de sacarosa como emulsionantes.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar, **caracterizado por** comprender:
- 5 una etapa de extensión de una suspensión de materia prima sobre un sustrato, en la que la suspensión contiene un polisacárido que incluye al menos una de  $\kappa$ -carragenina y goma gelan, un aroma, un emulsionante y de un 70 a un 95 % en peso de agua, tiene un contenido de aroma de un 100 a un 1000 % en peso, basado en el polisacárido, y tiene una temperatura de 60 a 90 °C en estado de sol;
- una etapa de enfriamiento de la suspensión de materia prima extendida a una temperatura de muestra de 0 a 30 °C para formar un gel sin añadir un ion metálico; y
- 10 una etapa de secado térmico que comprende calentar la materia prima gelificada y secar a una temperatura de muestra de 70 a 100 °C, en la que la etapa de secado térmico se lleva a cabo para un tiempo total de secado térmico de 20 minutos o menos.
2. El método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el emulsionante es de un 0,5 a un 5 % en peso de lecitina, basado en el
- 15 polisacárido.
3. El método de preparación de la hoja que contiene aroma para un artículo para fumar de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** el emulsionante es un éster seleccionado entre el grupo que consiste en éster de ácido graso de glicerina, poli(éster de ácido graso de glicerina), éster de ácido graso de sorbitán, éster de ácido graso de propilen glicol y éster de ácido graso de sacarosa.
- 20 4. El método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el polisacárido está presente en la suspensión de materia prima a una concentración de un 2 a un 6 % en peso.
5. El método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** el aroma es mentol.
- 25 6. El método de preparación de una hoja que contiene aroma para un artículo para fumar de acuerdo con la reivindicación 5, **caracterizado por que** el contenido de mentol está dentro de un intervalo de un 250 a un 500 % en peso basado en el polisacárido.

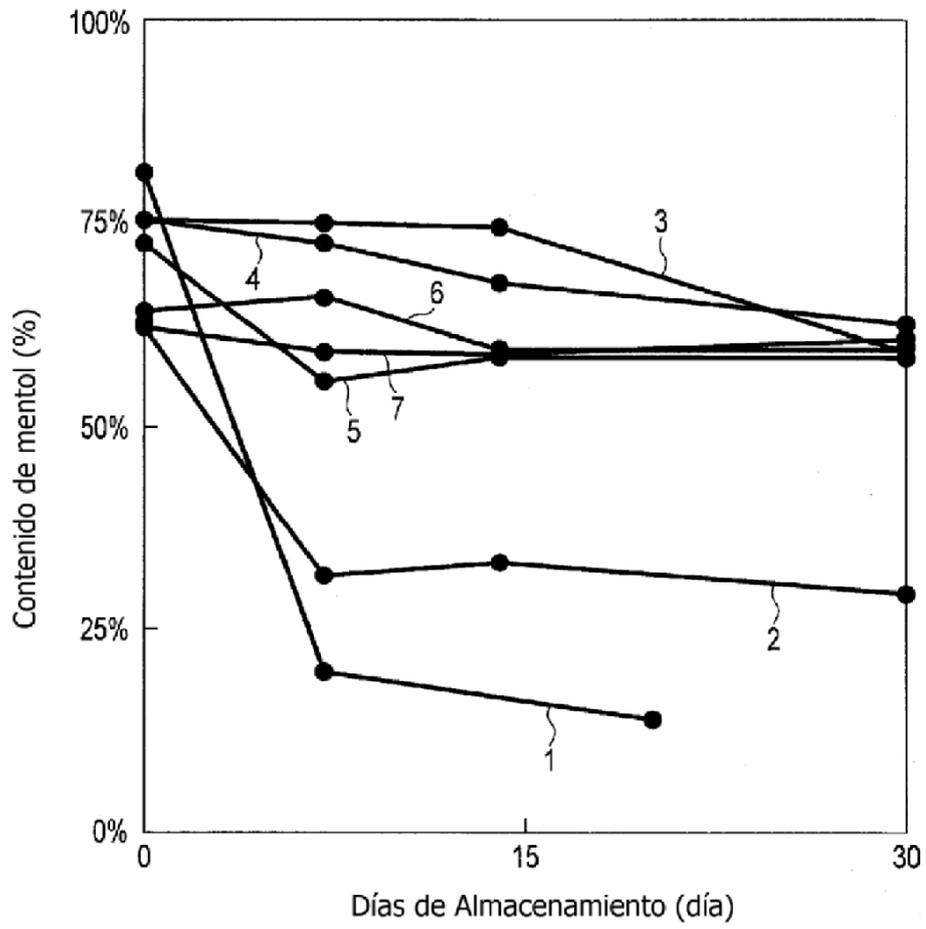


FIG. 1

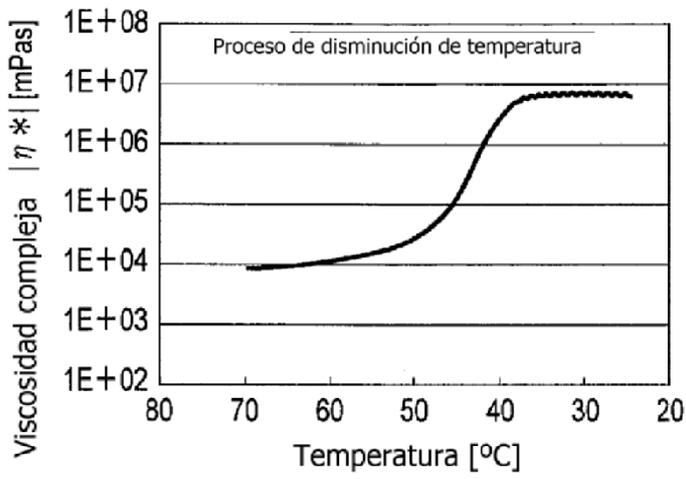


FIG. 2A

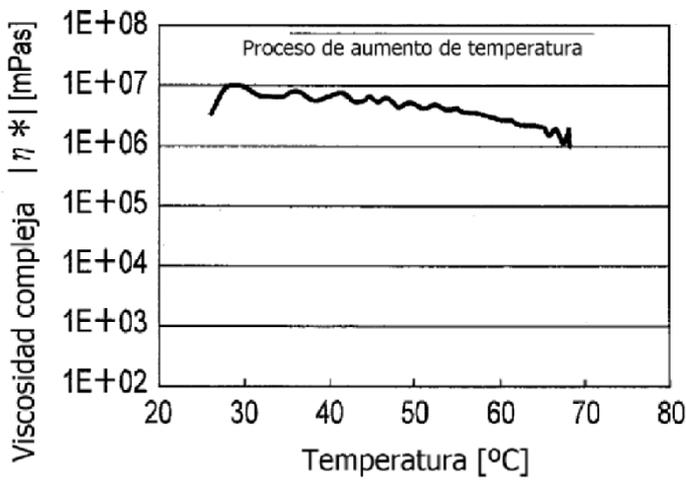


FIG. 2B

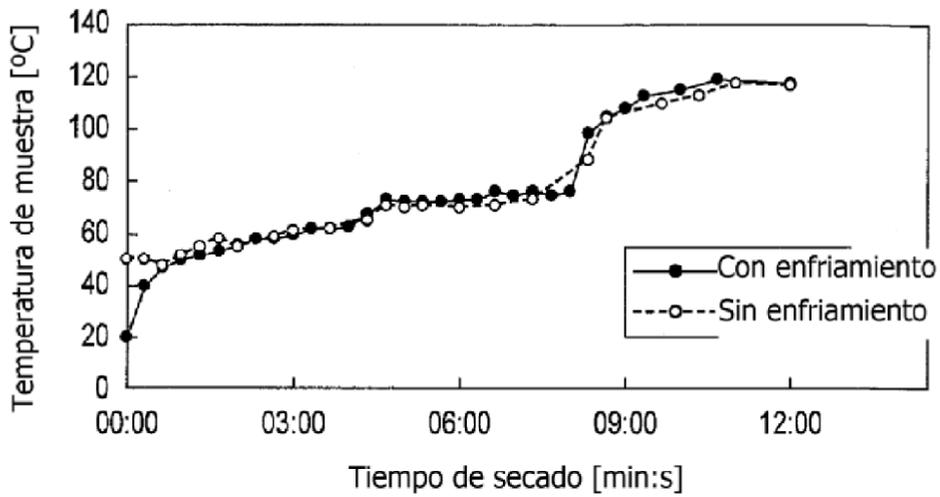


FIG. 3A

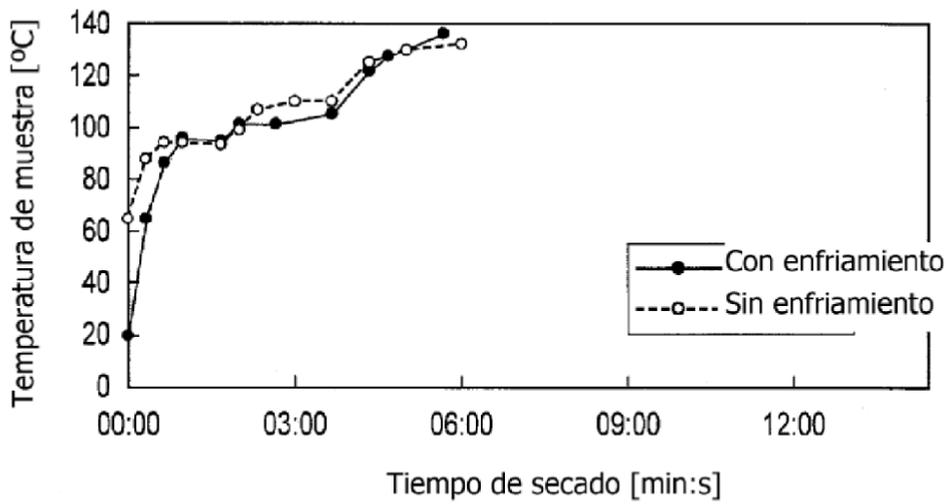


FIG. 3B

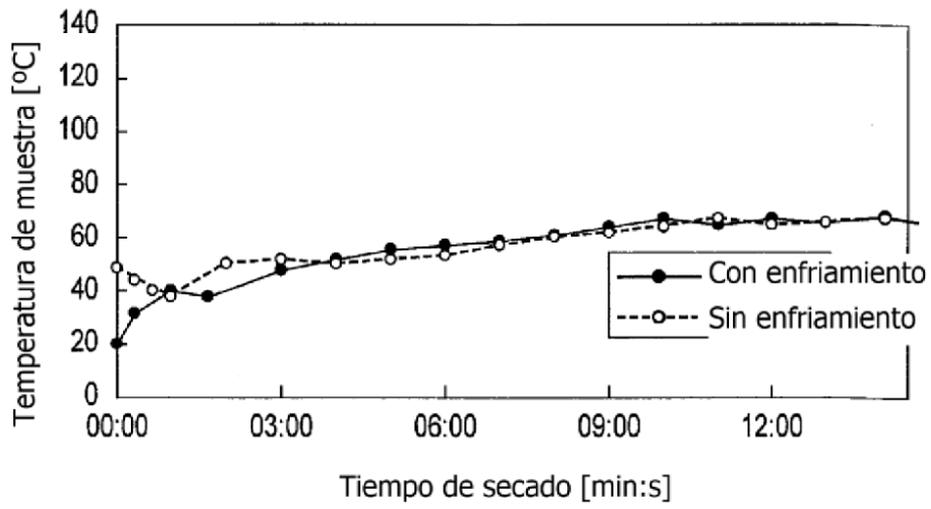


FIG. 3 C

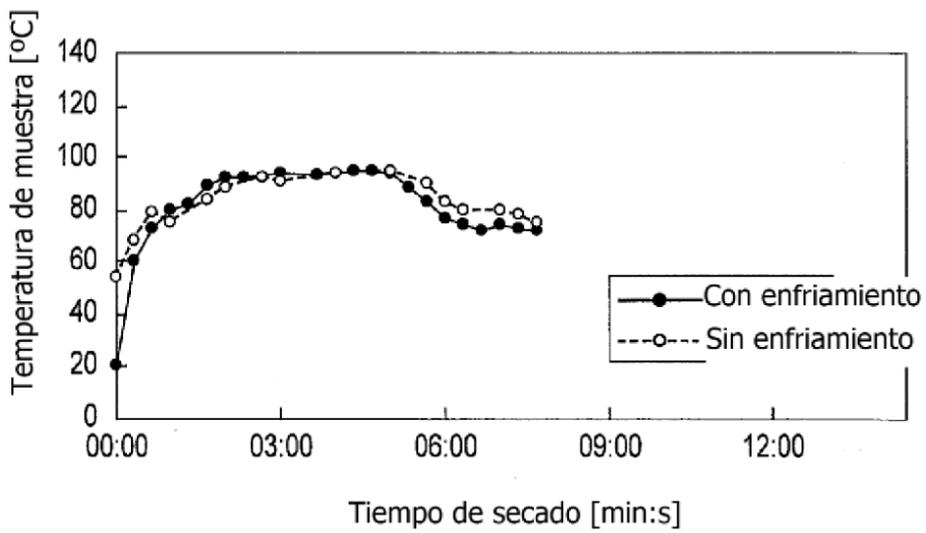


FIG. 3 D

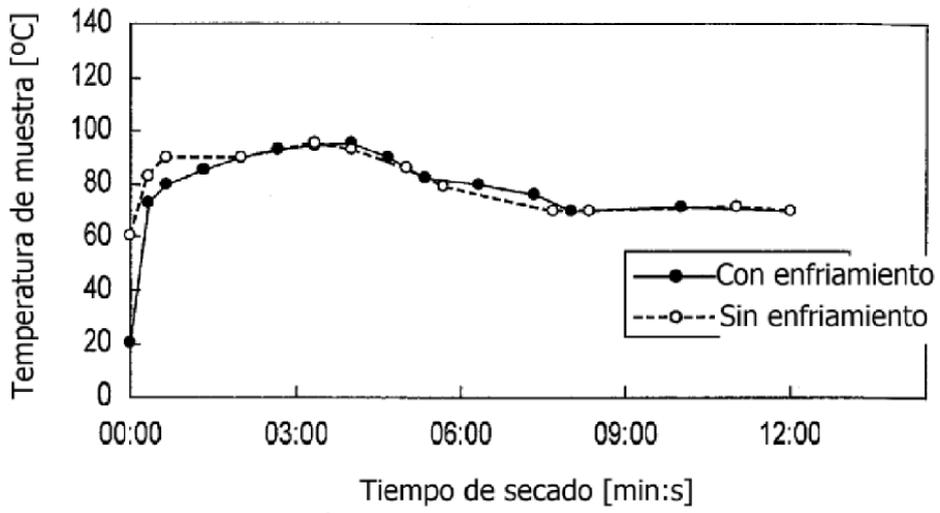


FIG. 3E

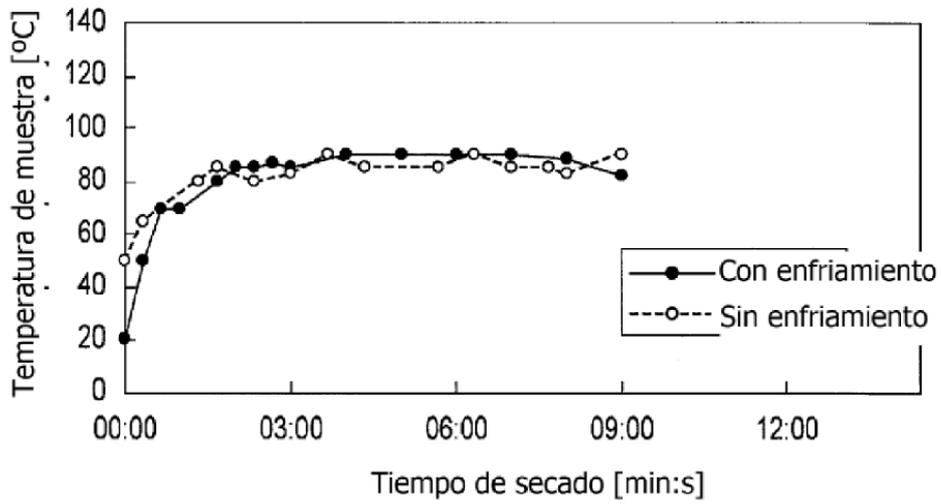


FIG. 3F

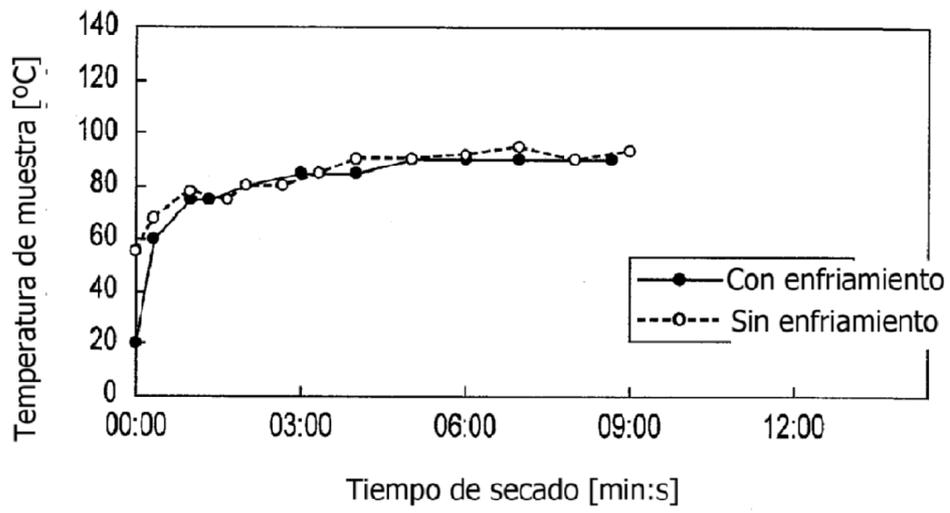


FIG. 3 G

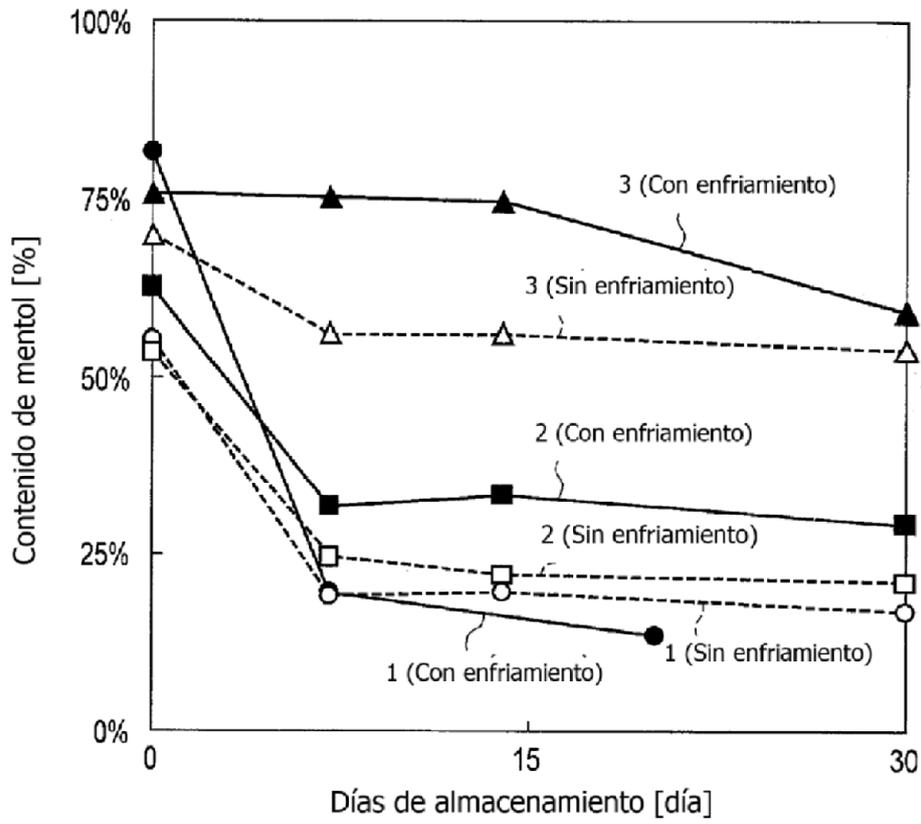


FIG. 4A

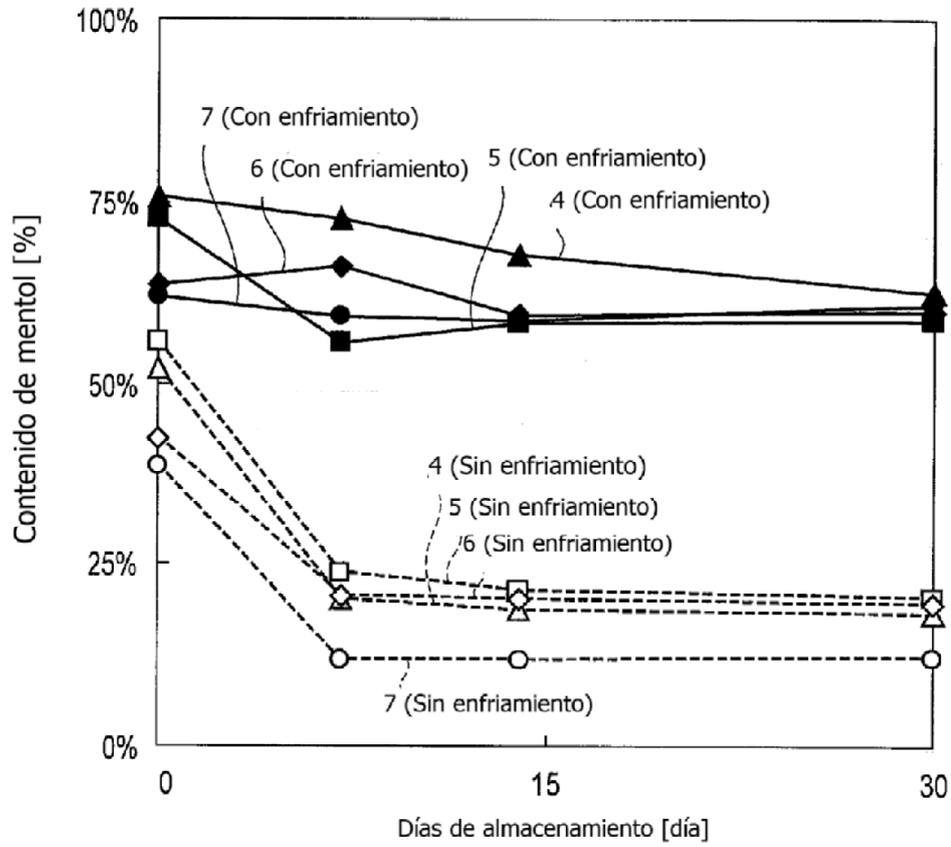


FIG. 4 B

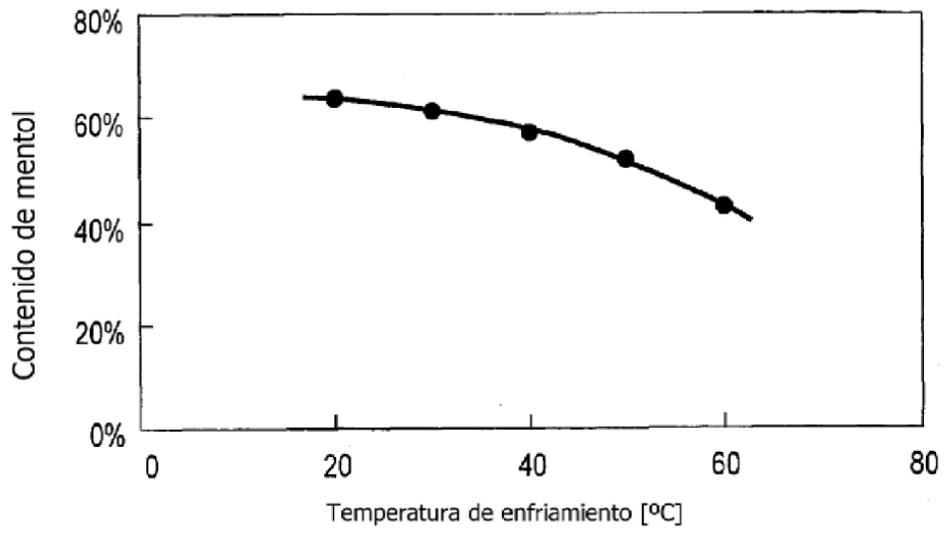


FIG. 5

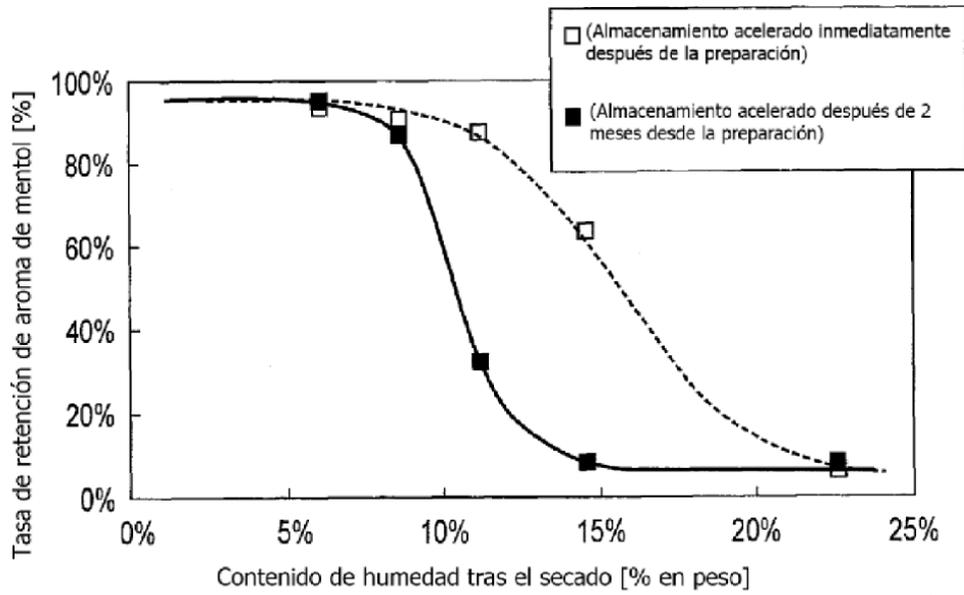


FIG. 6

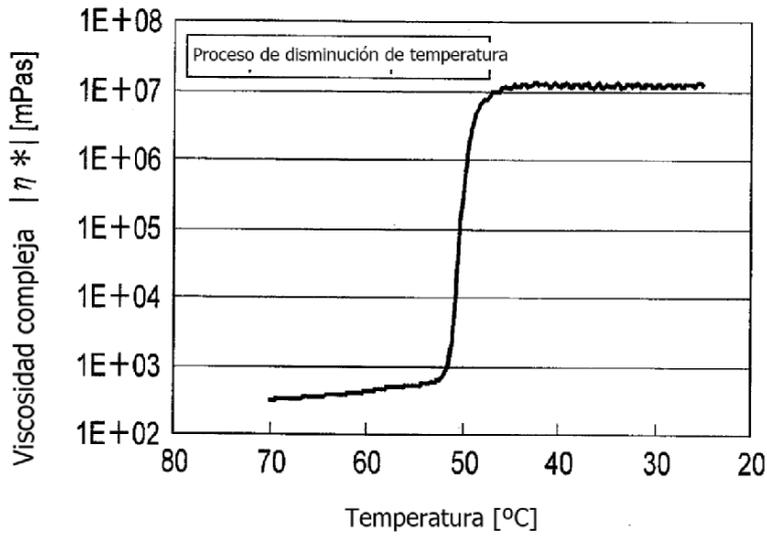


FIG. 7A

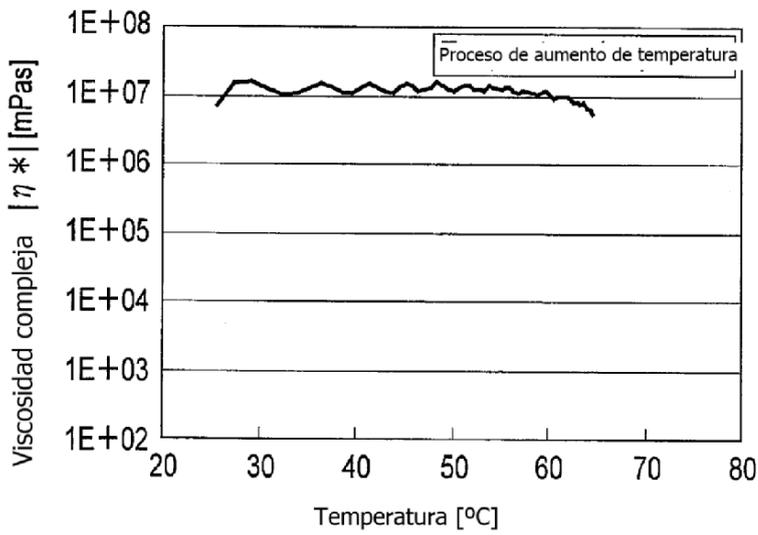


FIG. 7B

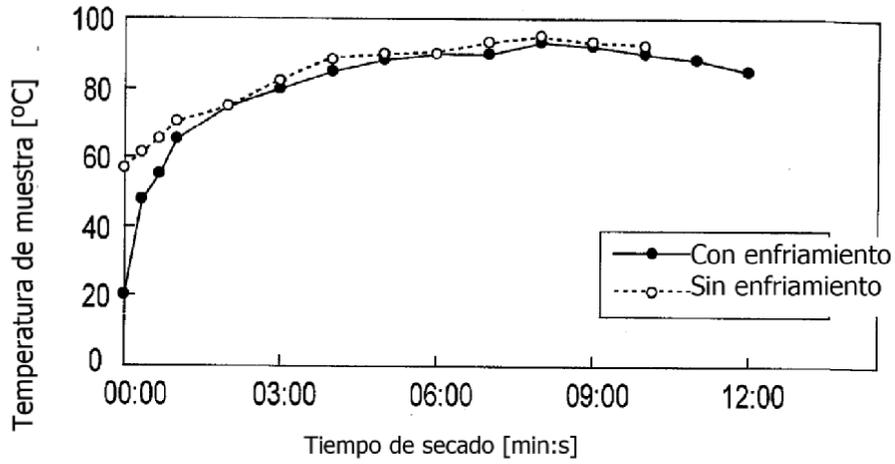


FIG.7C

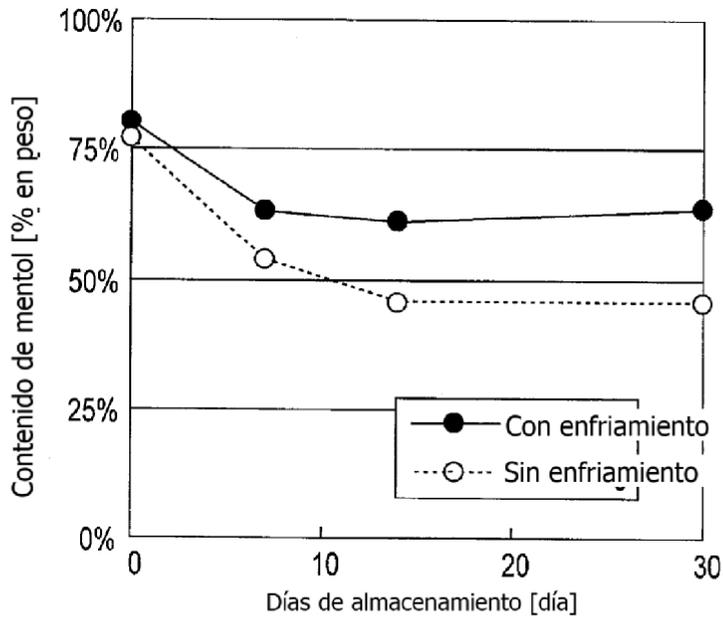


FIG.7D

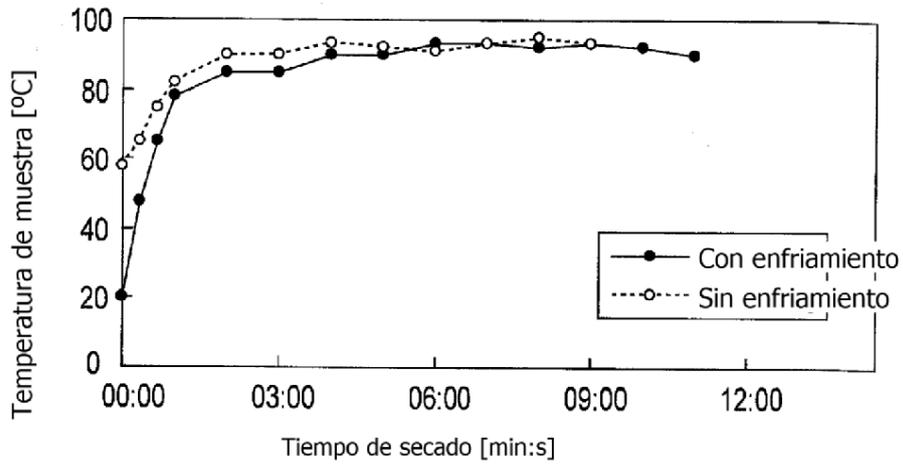


FIG. 7E

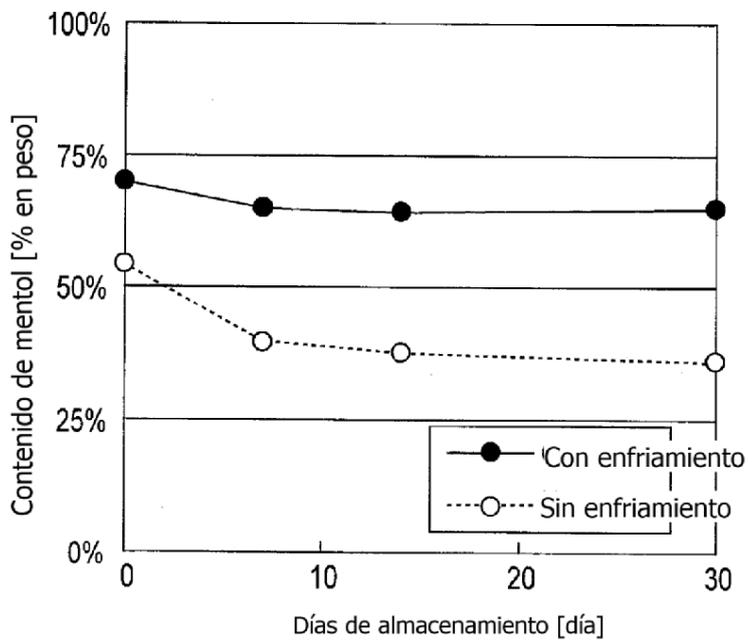


FIG. 7F

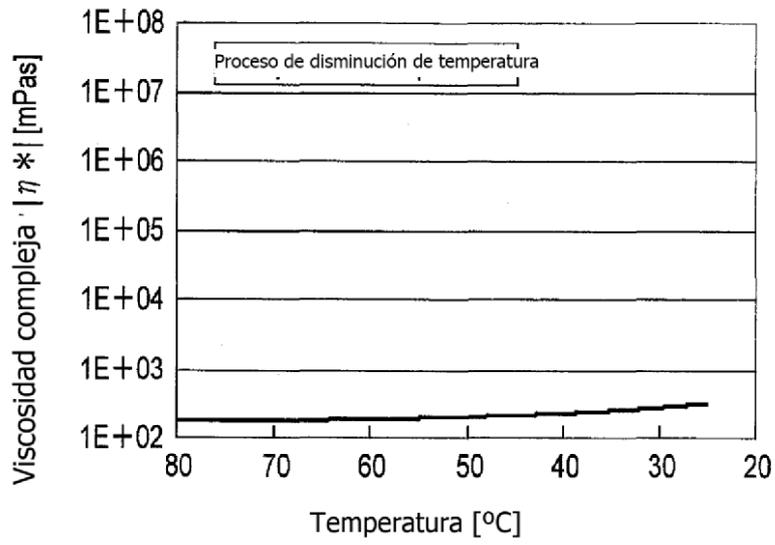


FIG. 7 G

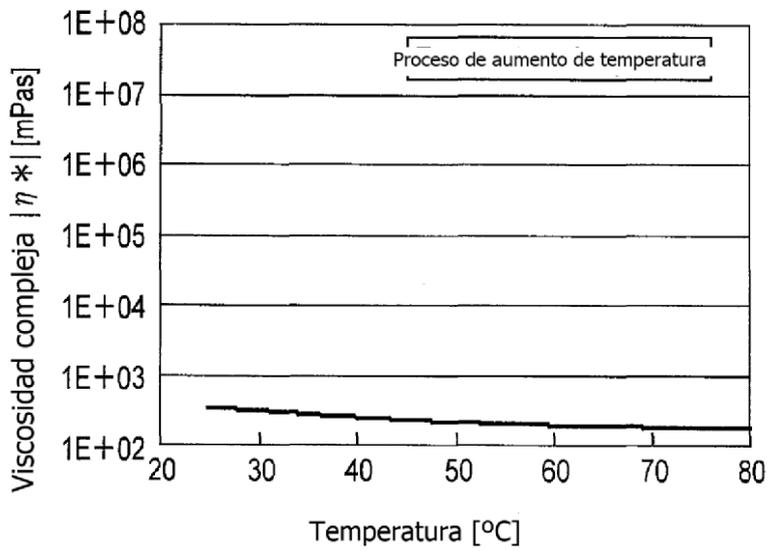


FIG. 7 H

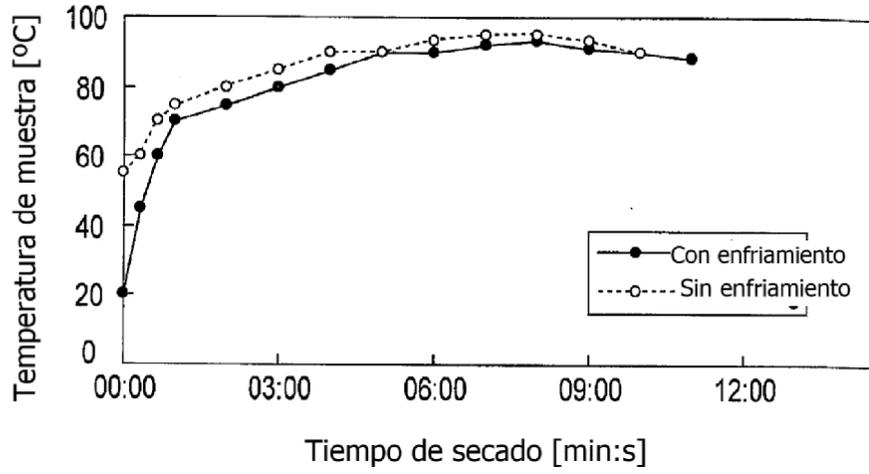


FIG. 7I

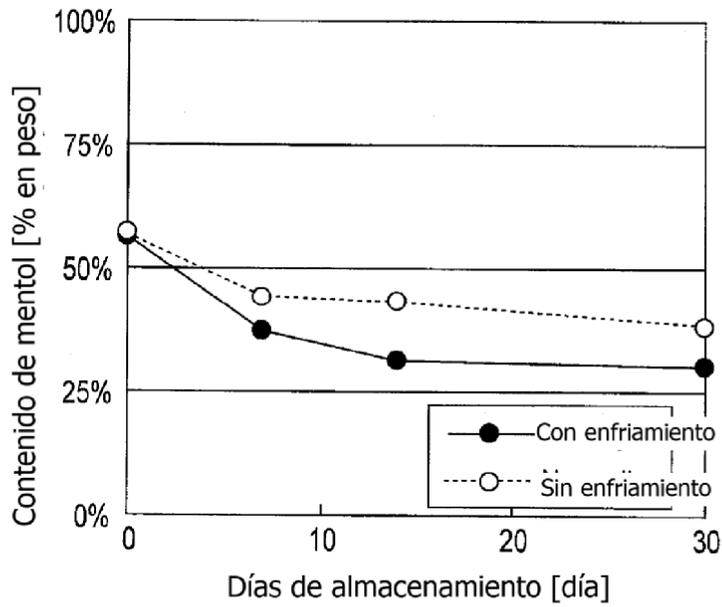


FIG. 7J

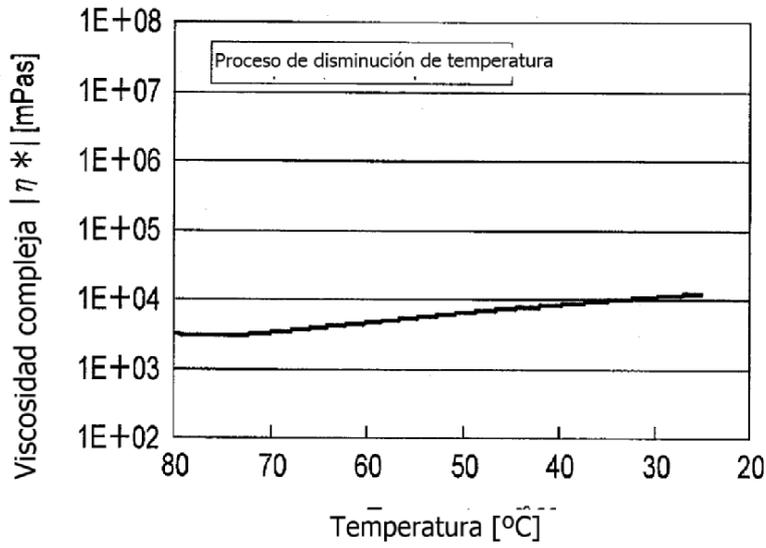


FIG. 7K

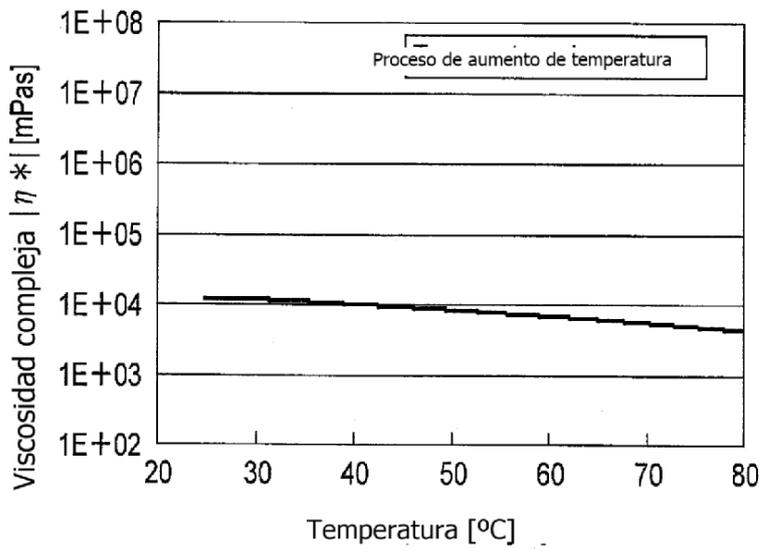


FIG. 7L

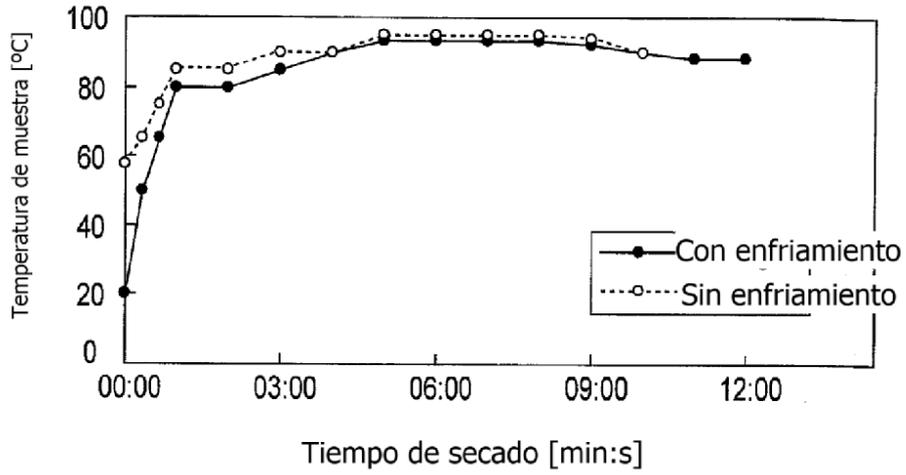


FIG. 7M

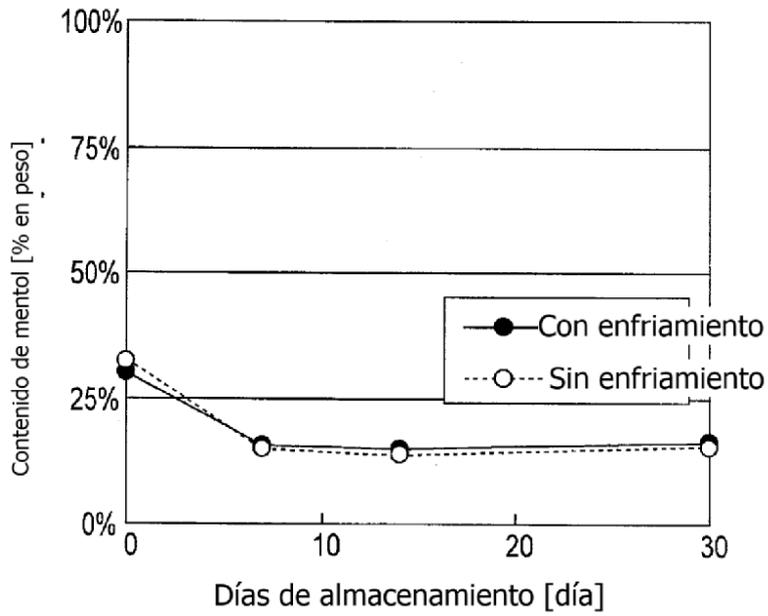


FIG. 7N

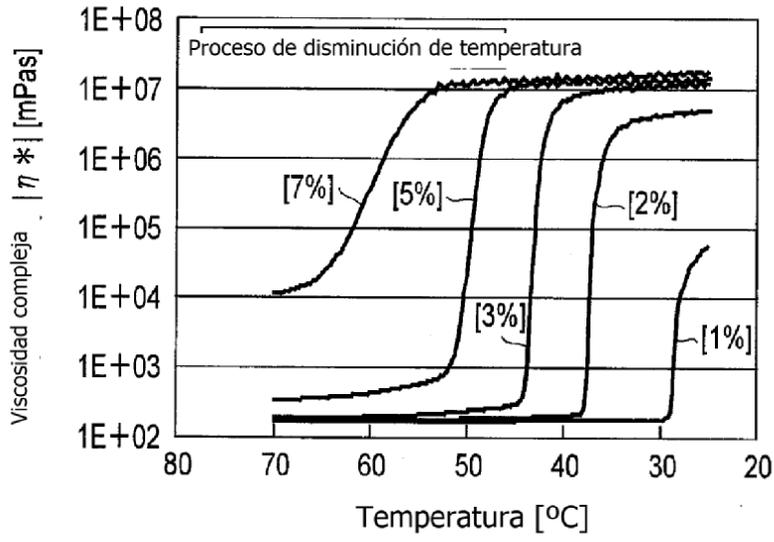


FIG. 8A

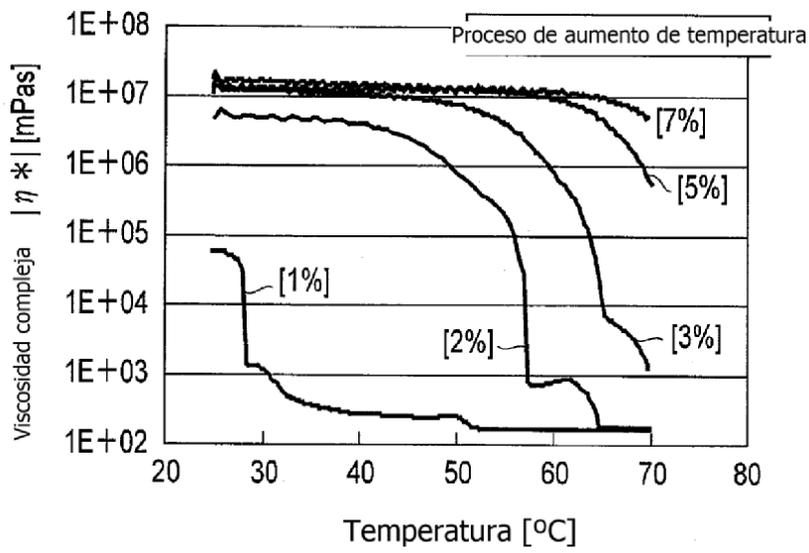


FIG. 8B

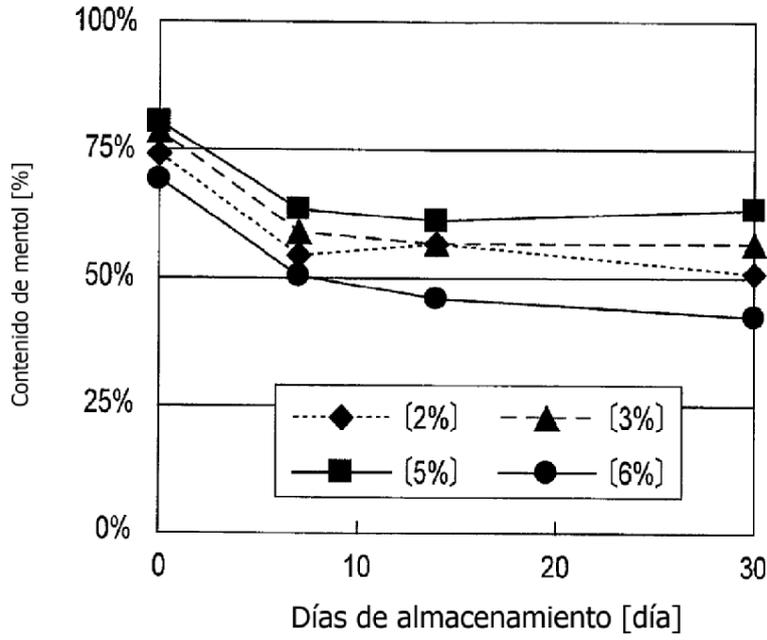


FIG. 8 C

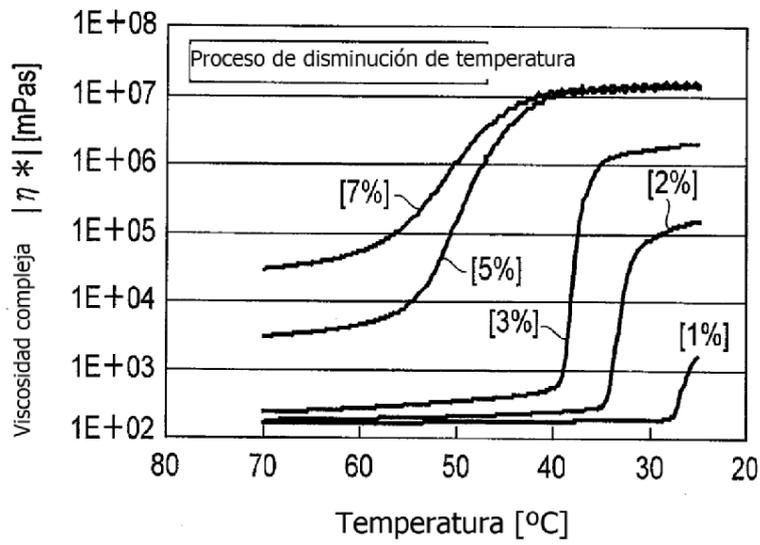


FIG. 8 D

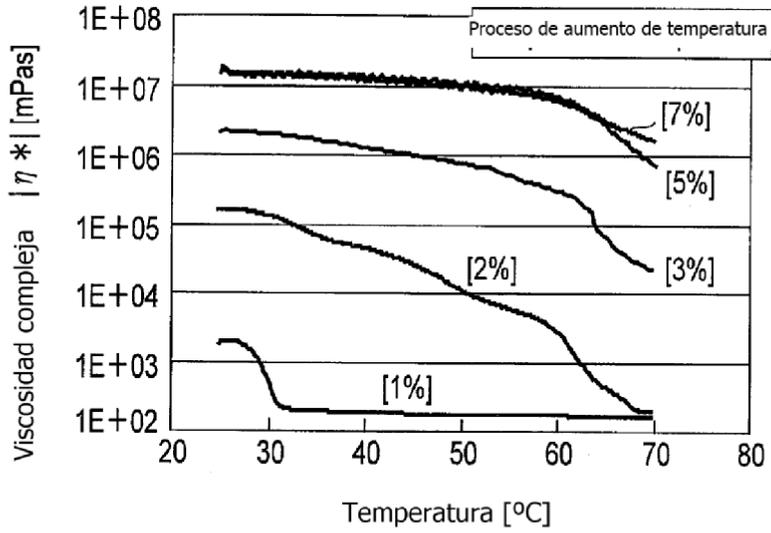


FIG. 8 E

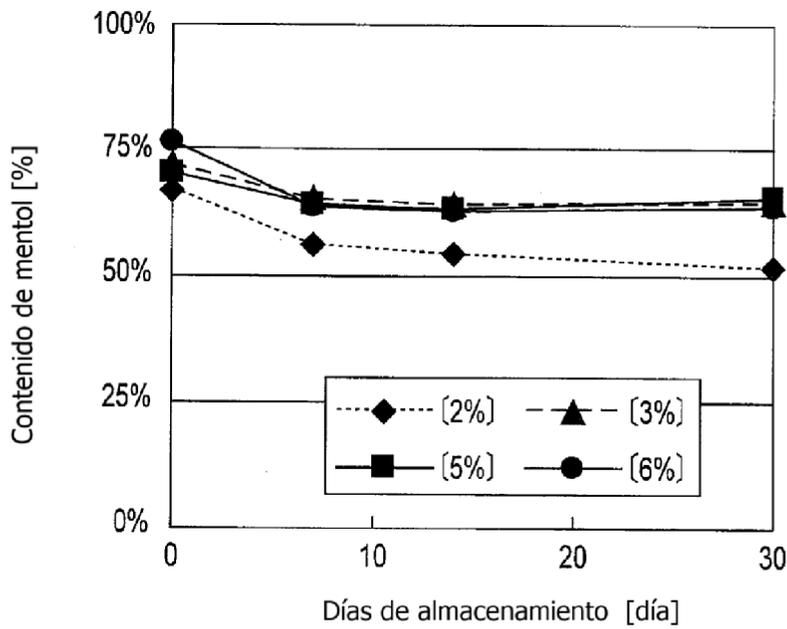


FIG. 8 F

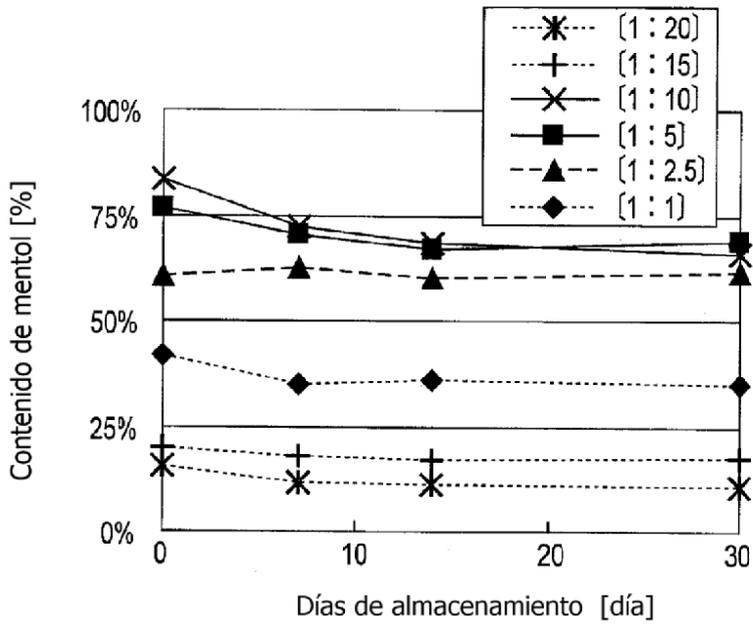


FIG. 9A

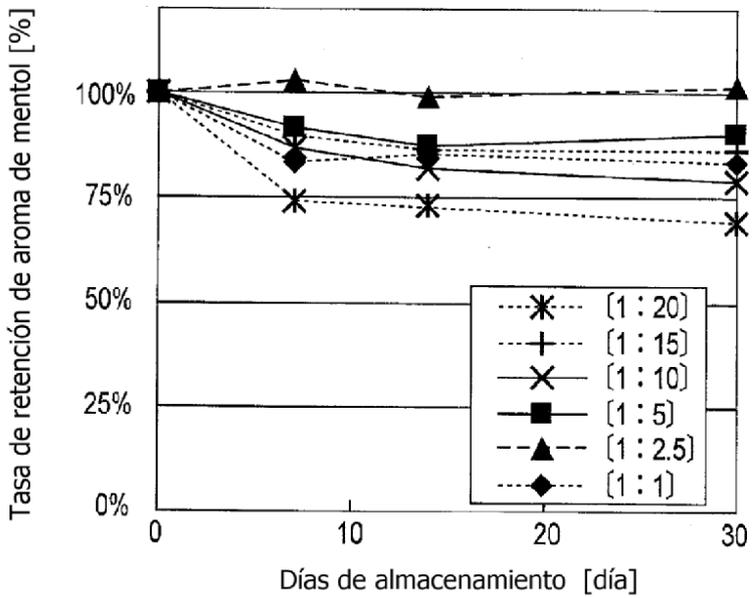


FIG. 9B

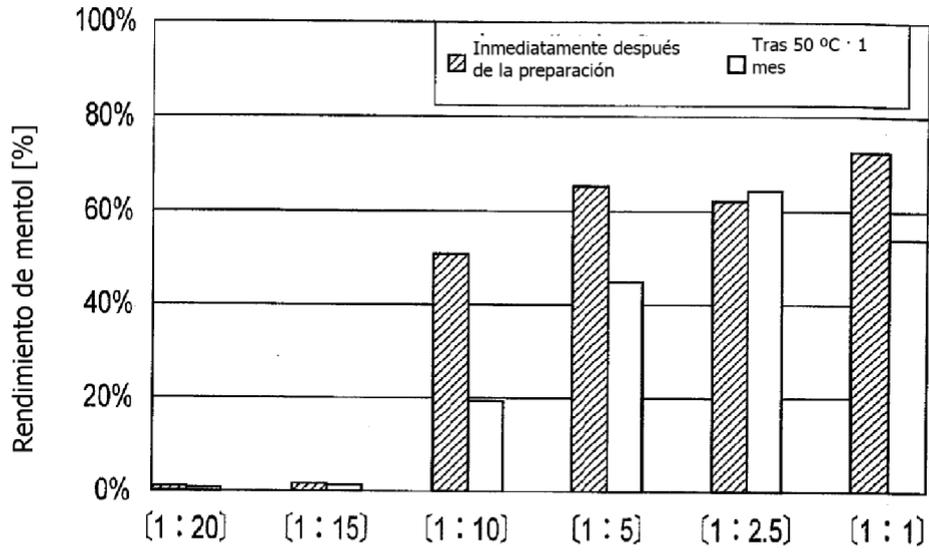


FIG. 9 C

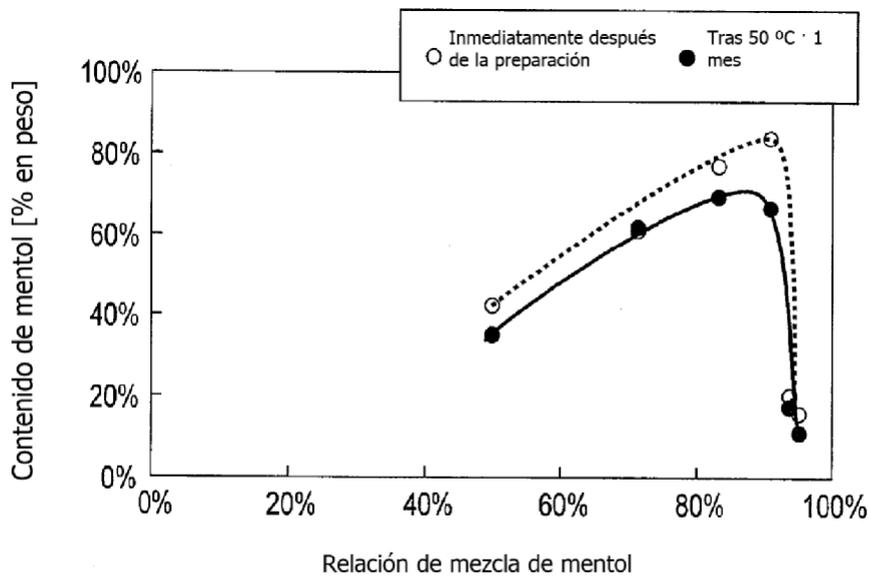


FIG. 9 D

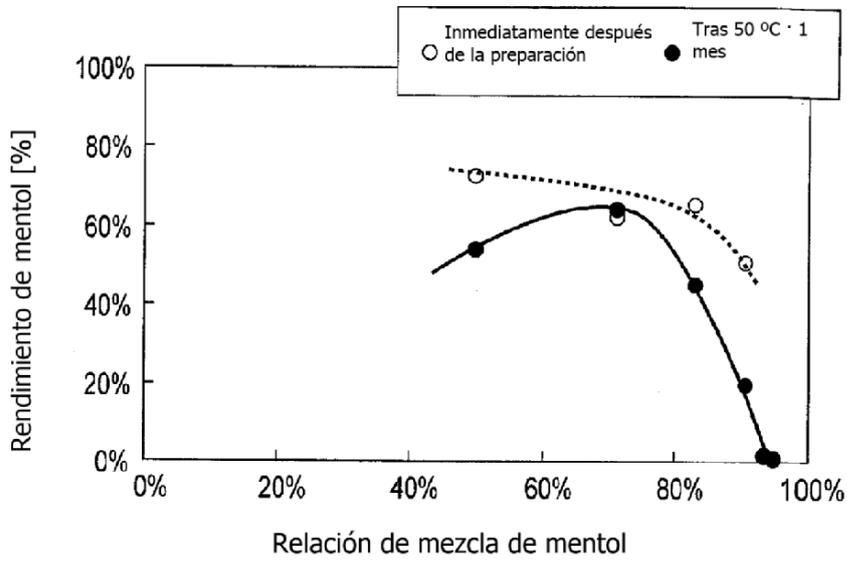


FIG. 9E

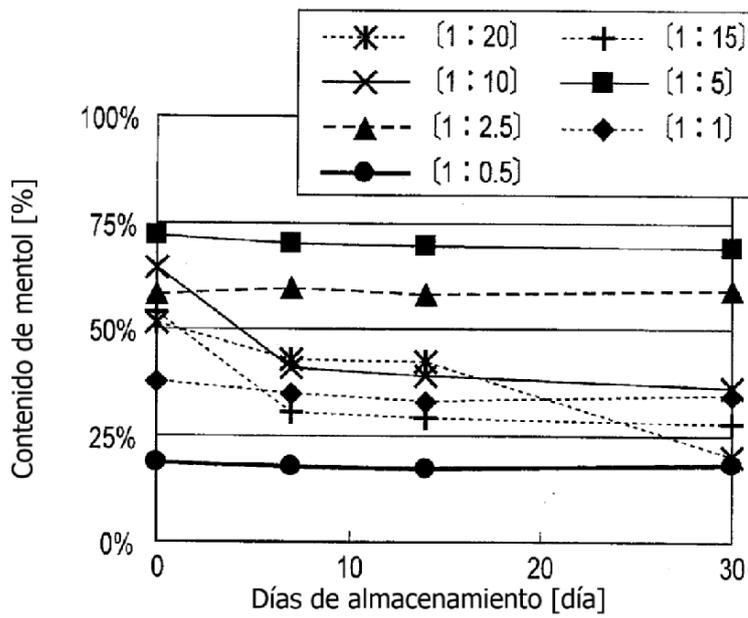


FIG. 9F

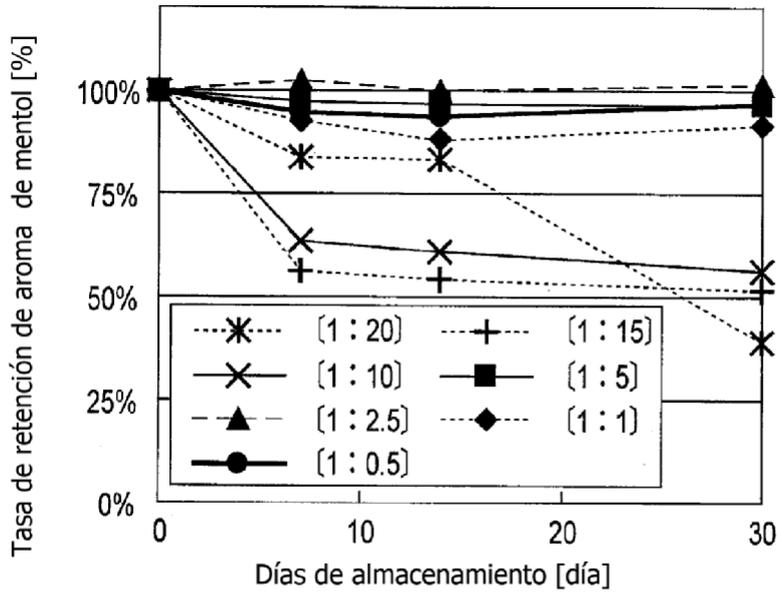


FIG. 9 G

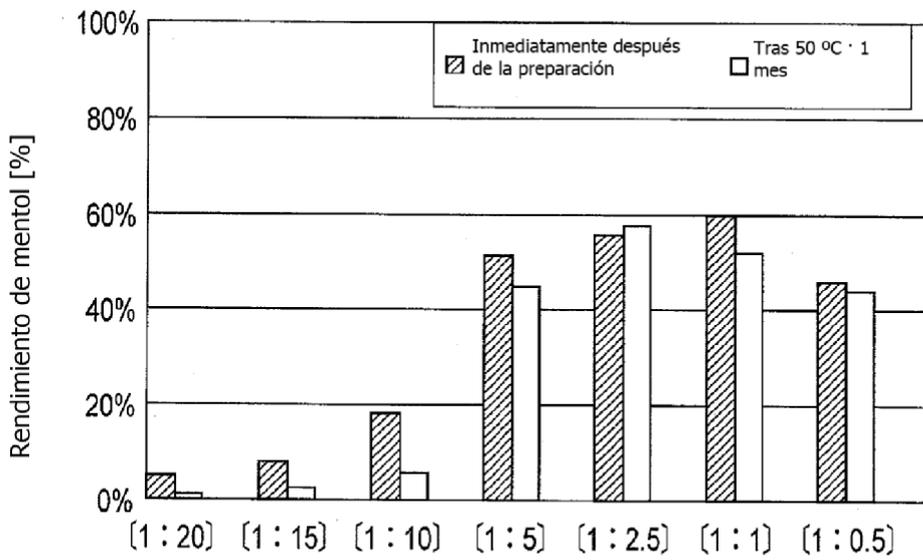


FIG. 9 H

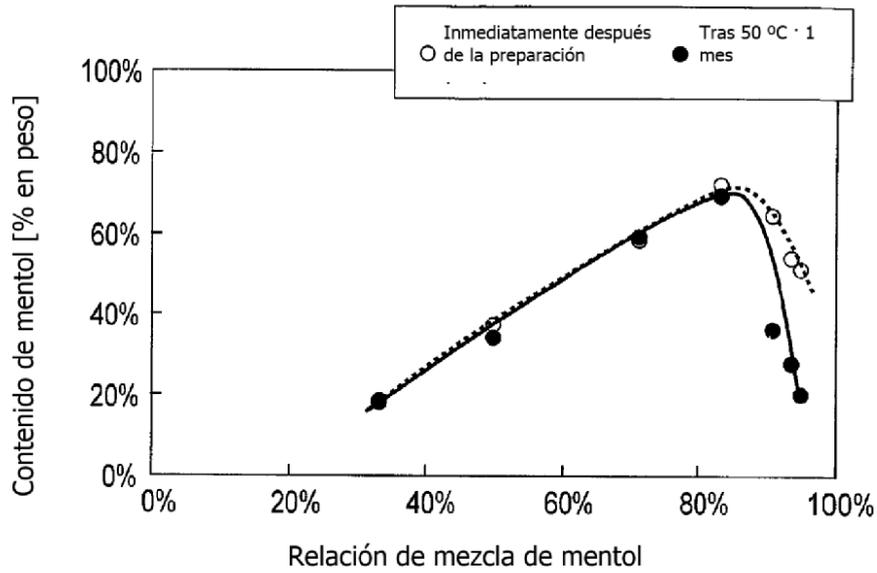


FIG. 9I

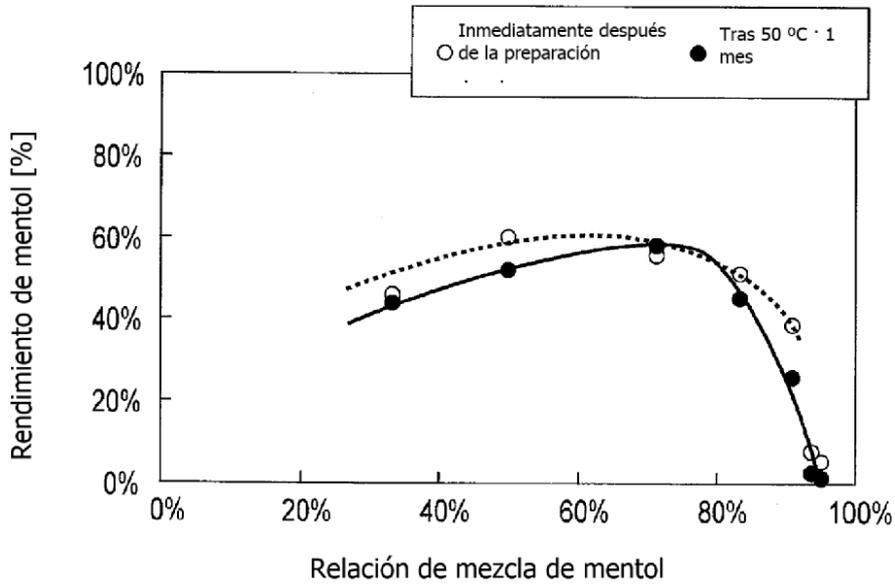


FIG. 9J

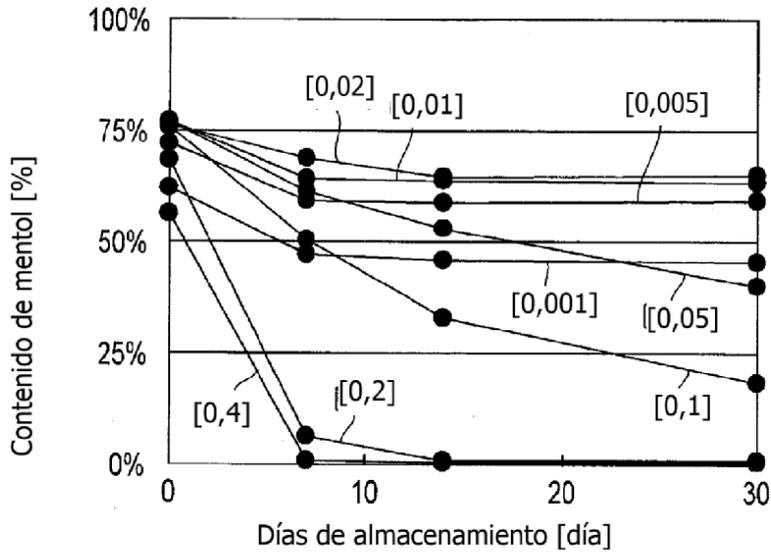


FIG. 10A

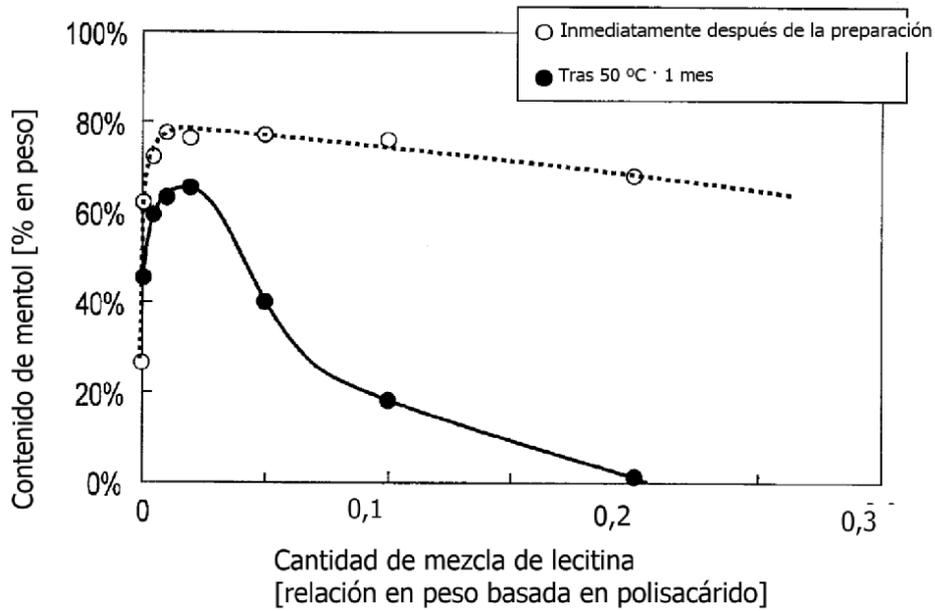


FIG. 10B

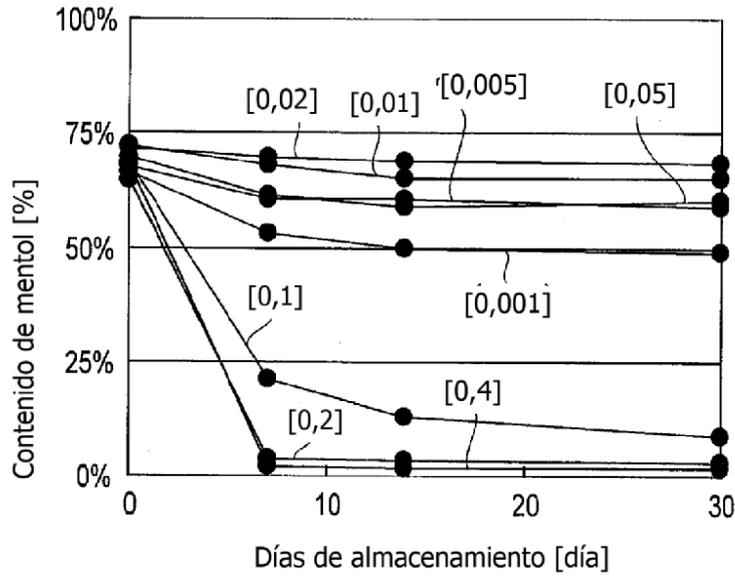


FIG. 10C

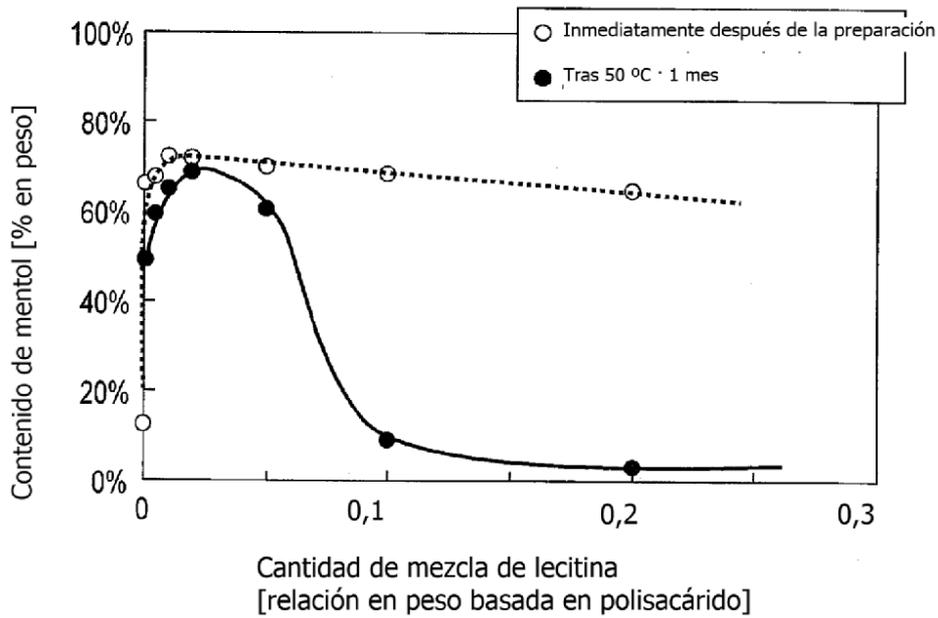


FIG. 10D

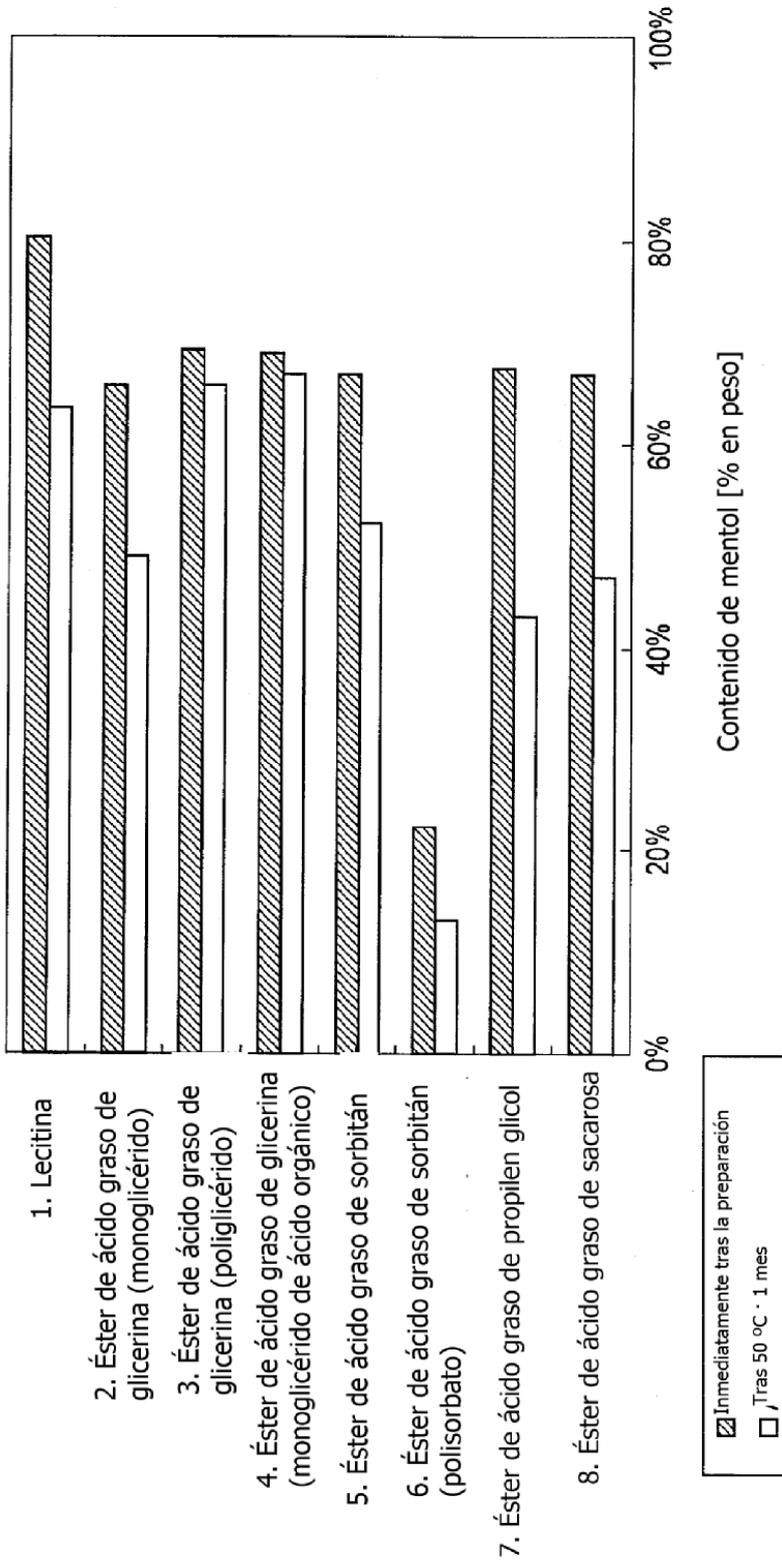


FIG.11A

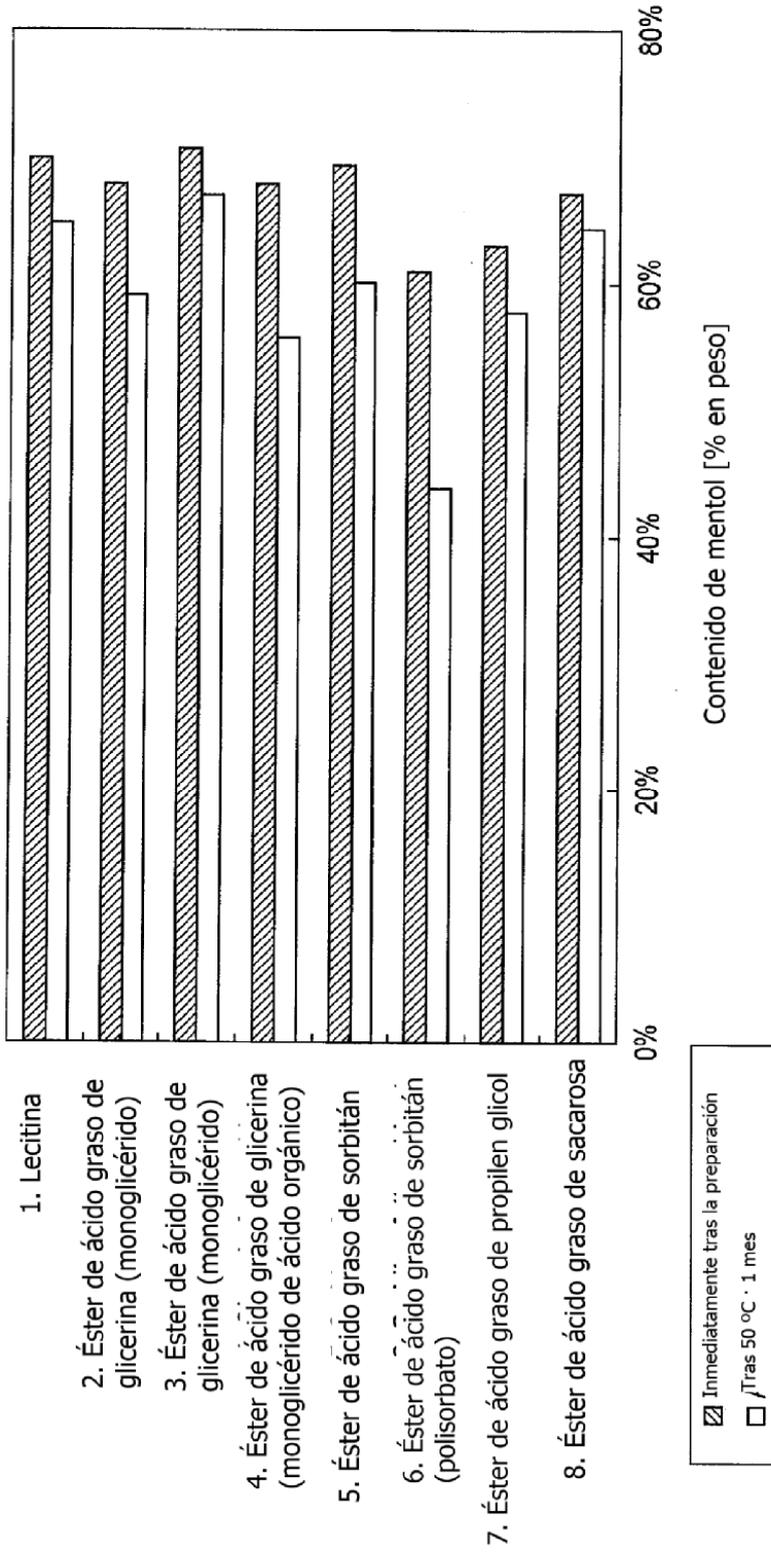


FIG. 11B