

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **202490194** (13) **A1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ**

(43) Дата публикации заявки
2024.03.27

(51) Int. Cl. *A24B 13/00* (2006.01)
A24D 1/20 (2020.01)
A24D 3/06 (2006.01)
B01J 13/02 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2022.07.08

(54) **АРОМАТИЗИРОВАННЫЕ КАПСУЛЫ ТИПА ЯДРО В ОБОЛОЧКЕ С ПЛЕНОЧНЫМ
ПОКРЫТИЕМ С ПОЛИВИНИЛИДЕНХЛОРИДОМ**

(31) **2107521**

(72) Изобретатель:

(32) **2021.07.09**

Годэн Люк (FR)

(33) **FR**

(74) Представитель:

(86) **PCT/FR2022/051375**

Фелицына С.Б. (RU)

(87) **WO 2023/281230 2023.01.12**

(71) Заявитель:

В. МАН ФИС (FR)

(57) Изобретение относится к бесшовной разрушаемой капсуле типа ядро в оболочке, в которой оболочка содержит гидроколлоид, ядро содержит ароматизатор и липофильный растворитель, причем указанная оболочка покрыта слоем пленочного покрытия, который придает ей водостойкость, и указанный слой пленочного покрытия содержит поливинилиденхлорид; изобретение также относится к пакетику для перорального применения, содержащему указанную капсулу; к потребительскому продукту, содержащему указанную капсулу; к устройству для нагревания табака, содержащему указанный потребительский продукт; к способу изготовления указанной капсулы; и к применению указанной капсулы в качестве агента для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора и способу ароматизации пакетика для перорального применения.

A1

202490194

202490194

A1

АРОМАТИЗИРОВАННЫЕ КАПСУЛЫ ТИПА ЯДРО В ОБОЛОЧКЕ С ПЛЕНОЧНЫМ ПОКРЫТИЕМ С ПОЛИВИНИЛИДЕНХЛОРИДОМ

Область техники, к которой относится изобретение

Настоящее изобретение относится к бесшовной разрушаемой капсуле типа ядро в оболочке, где оболочка содержит по меньшей мере один гидроколлоид, причем указанная оболочка покрыта по меньшей мере одним слоем пленочного покрытия из поливинилиденхлорида, который придает ей водостойкость. Капсула предназначена для включения в устройство для нагревания табака или в продукт в пакетике для перорального применения.

Уровень техники

Из-за своих физико-химических свойств ароматические соединения часто представляют собой чувствительные и нестабильные молекулы, которые трудно использовать непосредственно для ароматизации. Инкапсуляция, при которой используются пленкообразующие, абсорбирующие и/или эмульгирующие свойства макромолекул для улавливания или покрытия чувствительных соединений в микрокапсуле, является все более используемой технологией, которая удовлетворяет ряду ожиданий. Действительно, основная цель инкапсуляции — создать барьер между веществом и окружающей его средой. В данном случае инкапсуляция пищевых ароматизаторов представляет собой хорошо известный процесс защиты летучих ароматизирующих веществ от испарения и от разложения, которое может быть вызвано кислородом воздуха, теплом, влажностью или контактом с другими соединениями. Существует два основных типа структур капсул: матричные капсулы, в которых ароматизаторы диспергированы внутри материала носителя, и капсулы типа ядро в оболочке, в которых ароматизаторы заключены внутри оболочки (или мембраны). В последние годы были разработаны многочисленные варианты применения ароматизированных капсул, особенно в устройствах для курения, таких как сигареты и сигары, в устройствах для нагревания табака или в пакетиках для перорального применения (также называемых снюсом). Можно, например, процитировать патентную заявку WO 07/010407, в которой описано устройство для курения в форме сигареты, в фильтре которой находится ароматизированная капсула типа ядро в оболочке. Описанная капсула обладает свойствами твердости и деформируемости, обусловленными количеством добавленного гидроколлоида.

В патентных заявках WO2011042206 и WO2007037962 описаны пакетики для перорального применения, содержащие капсулы и/или микрокапсулы с традиционной матрицей и/или структурой типа ядро в оболочке.

В патентной заявке WO 2011054516 описан пакетик для перорального применения, содержащий капсулы, покрытые двумя различными покрытиями: первое на основе полимера метакриловой кислоты, а второе на основе парафинового воска.

В патентных заявках WO2017198876, WO2017198874 и WO2020089120 описаны устройства для нагревания табака, содержащие по меньшей мере одну капсулу типа ядро в оболочке, содержащую по меньшей мере один ароматизатор. Капсулы, описанные в этих документах, имеют особые характеристики, касающиеся соединений, используемых в ядре указанных капсул с целью улучшения качества образуемого аэрозоля.

Однако, несмотря на свои преимущества, основным недостатком всех этих капсул типа ядро в оболочке из предшествующего уровня техники, в которых оболочка образована из биополимерных соединений, является то, что эти капсулы неустойчивы к воде, в частности, когда эти капсулы полностью погружены в воду. Они не являются водонепроницаемыми, что не позволяет капсулам из предшествующего уровня техники выдерживать очень высокую влажность, присутствующую в устройствах для нагревания табака или даже в пакетиках для перорального применения. Таким образом, перечисленные выше применения ароматизированных капсул не удовлетворяют потребителей. Обычный способ предотвращения порчи капсул из-за влажности заключается в добавлении слоя пленочного покрытия с использованием агента, препятствующего проникновению влаги, такого как воск, в частности карнаубский воск, канделильский воск или пчелиный воск, шеллак (в спиртовом или водном растворе), этилцеллюлоза, гидроксипропилметилцеллюлоза, гидроксипропилцеллюлоза или поливиниловый спирт. Однако, как следует из названия, эти агенты являются барьерами для влаги или называются влагостойкими, что означает, что они позволяют капсуле противостоять определенной влажности в течение определенного времени. Но затем капсула неизбежно распадается.

Неожиданно заявитель обнаружил, что добавление слоя пленочного покрытия на основе поливинилиденхлорида поверх оболочки капсулы позволяет указанной капсуле противостоять воде и, следовательно, быть водонепроницаемой. Капсулы по настоящему изобретению способны выдерживать испытание на погружение при 60°C в течение 6 минут (состояние, встречающееся в устройствах для нагревания табака) или выдерживать испытание на растворение, проводимое в соответствии с фармакопеями США, Германии, Индии и Евросоюза, в течение 20 минут при 37°C. В обоих случаях капсулы с покрытием

из поливинилиденхлорида не распадаются и сохраняют свои свойства устойчивости к разрыву, а также способность издавать слышимый хлопок при разрушении.

Краткое описание сущности изобретения

Настоящее раскрытие улучшает ситуацию.

Таким образом, настоящее изобретение относится к бесшовной разрушаемой капсуле, содержащей оболочку, включающую липофильное ароматизирующее ядро, причем указанная капсула пригодна для включения в потребительский продукт, предназначенный для использования в устройстве для нагревания табака или в пакетике для перорального применения.

Более точно, первый объект изобретения относится к бесшовной разрушаемой капсуле типа ядро в оболочке, где

- оболочка содержит гидроколлоид,

- ядро содержит ароматизатор и липофильный растворитель,

характеризующейся тем, что указанная оболочка покрыта слоем пленочного покрытия, который придает ей водостойкость, причем указанный слой пленочного покрытия содержит поливинилиденхлорид.

Второй объект изобретения относится к пакетику для перорального применения для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора, характеризующемуся тем, что он содержит одну или больше капсул, содержащих указанный ароматизатор по изобретению, причем указанные капсулы помещены внутрь пакетика.

Третий объект заявки относится к потребительскому продукту, содержащему фильтр, и табак, в частности предназначенному для использования в устройстве для нагревания табака, характеризующемуся тем, что указанный фильтр содержит одну или больше капсул по изобретению.

Четвертый объект изобретения относится к устройству для нагревания табака, характеризующемуся тем, что оно содержит потребительский продукт по изобретению.

Пятый объект изобретения относится к способу изготовления бесшовной разрушаемой капсулы, содержащей оболочку и ядро, содержащему следующие этапы:

(А) совместная экструзия гидрофильной внешней жидкой фазы и липофильной внутренней жидкой фазы, причем внешняя жидкая фаза содержит от 4 до 95% по массе гидроколлоида по отношению к общей сухой массе оболочки, а внутренняя жидкая фаза содержит 5 до 70% по массе ароматизаторов по отношению к общей массе ядра;

(В) затвердевание и/или гелеобразование поверхности капсулы, полученной на этапе (А), путем погружения в жидкость с температурой от 1°C до 25°C;

(С) сушка капсулы, полученной на этапе (В);

(D) нанесение на капсулу, полученную на этапе (C), пленочного покрытия с помощью процесса воздушного напыления с использованием раствора пленочного покрытия, содержащего поливинилиденхлорид и воду;

(E) извлечение капсулы, полученной на этапе (D).

Шестой объект изобретения относится к применению капсулы по изобретению в качестве средства для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора, причем указанную капсулу помещают в пакетик для перорального применения или в потребительский продукт, содержащий фильтр и табак, в частности предназначенный для применения в устройстве для нагревания табака.

Седьмой объект изобретения относится к способу ароматизации продукта, содержащегося в пакетике для перорального применения по изобретению, потребителем, содержащему следующие этапы:

- потребитель помещает указанный продукт, содержащийся в пакетике для перорального применения, между десной и щекой или верхней губой, в частности, на период от 5 до 60 минут;

- в любой момент во время потребления потребитель разрывает капсулу (капсулы), содержащиеся в пакетике для перорального применения между зубами, чтобы высвободить ароматизатор, содержащийся в капсуле, в рот.

Краткое описание чертежей

Другие признаки, детали и преимущества станут очевидными после прочтения подробного описания, приведенного ниже, а также после анализа прилагаемых чертежей, на которых:

на фиг. 1 описаны различные композиции капсул типа ядро в оболочке по изобретению перед нанесением пленочного покрытия;

на фиг. 2 описаны различные растворы пленочного покрытия из ПВДХ/ТЭЦ, а также различные сухие покрытия, нанесенные на капсулы по изобретению;

на фиг. 3 описаны результаты определения твердости, деформации и слышимых хлопков капсул до и после испытания на погружение и испытания на растворение;

на фиг. 4 описаны различные композиции капсул типа ядро в оболочке по изобретению перед нанесением пленочного покрытия;

на фиг. 5 описаны различные составы растворов для нанесения пленочного покрытия из ПВДХ/ТЭХ, а также различные сухие осадки, наносимые на капсулы по изобретению;

на фиг. 6 описаны результаты определения твердости, деформации и слышимых хлопков капсул до и после испытания на погружение и испытания на растворение;

на фиг. 7 описаны результаты испытания на растворение капсул, проведенного в Примере 3;

на фиг. 8 описаны результаты испытания на погружение капсул, проведенного в Примере 3;

на фиг. 9 описано влияние размера капсулы на толщину пленочного покрытия;

на фиг. 10 описано влияние размера капсулы на толщину пленочного покрытия;

на фиг. 11 описано влияние размера капсулы на толщину пленочного покрытия;

на фиг. 12 показана сделанная с помощью сканирующего электронного микроскопа фотография части капсулы согласно примеру 1, в которой слой пленочного покрытия был отделен от оболочки;

на фиг. 13 показана сделанная с помощью сканирующего электронного микроскопа фотография части капсулы согласно примеру 1, на которой слой пленки не отделен от оболочки.

Описание воплощений

Согласно изобретению, капсула представляет собой бесшовную разрушаемую капсулу типа ядро в оболочке, где

- оболочка содержит гидроколлоид,

- ядро содержит ароматизатор и липофильный растворитель,

характеризующуюся тем, что указанная оболочка покрыта слоем пленочного покрытия, который придает ей водостойкость, причем указанный слой пленочного покрытия содержит поливинилиденхлорид.

В настоящем изобретении термин «капсула» обозначает систему мембранной инкапсуляции композиции, причем указанная капсула имеет структуру ядро в оболочке, где инкапсулированная композиция составляет «ядро», которое заключено в оболочку (или конверт), изготовленную из материала покрытия.

Капсула по изобретению отличается от матричной системы, в которой композиция диспергирована в непрерывной матрице материала и которую обычно называют термином «микросфера».

Тот факт, что капсула является бесшовной, позволяет избежать наличия излома, расположенного на шве между двумя полуоболочками, образующими капсулу, как в случае так называемых «мягких гелевых» капсул. Таким образом, бесшовная капсула имеет то преимущество, что позволяет избежать утечек, связанных с разрывами швов.

Термин «разрушаемая капсула» относится к капсуле, определенной выше, в которой оболочка может быть разрушена посредством давления, приложенного к внешней поверхности капсулы, когда она зажата между пальцами или зубами.

Преимущество капсул по изобретению состоит в том, что они водостойки или даже водонепроницаемы. Здесь используется термин водостойкость, а не влагостойкость, причем различие между этими двумя свойствами существенно. Действительно, традиционные капсулы, покрытые такими веществами, как этилцеллюлоза, пчелиный воск или подобные материалы, являются влагостойкими, а это означает, что эти капсулы из предшествующего уровня техники выдерживают определенный уровень влажности окружающей среды в течение определенного периода времени. Однако по истечении определенного времени эти капсулы из предшествующего уровня техники в конечном итоге распадаются. Ни при каких обстоятельствах эти капсулы нельзя погружать в горячую воду (при температуре 37°C или 60°C на 20 или 6 минут соответственно), их форма и свойства устойчивости к разрыву при этом не сохраняются.

Поливинилиденхлорид, также называемый ПВДХ, представляет собой виниловый полимер. Он производится из мономера винилиденхлорида путем свободнорадикальной полимеризации винила. Сополимеры поливинилиденхлорида характеризуются хорошей химической водостойкостью и высокой непроницаемостью для паров воды, газов, масел и жиров. По этим причинам ПВДХ традиционно используют в стретч-пленке для защиты пищевых продуктов. Однако, насколько известно заявителю, до настоящего времени он никогда не использовался в качестве средства для пленочного покрытия, особенно в конкретном случае инкапсуляции. ПВДХ, используемый в качестве средства для пленочного покрытия, позволяет капсуле по изобретению проявлять свойства водостойкости, когда она подвергается воздействию определенных условий.

Капсула по изобретению обладает сопротивлением к разрыву (также называемое твердостью или прочностью на разрыв) от 0,5 до 20 кгс (один килограмм-сила соответствует 9,81 Ньютона).

Сопротивление к разрыву измеряется силой раздавливания, необходимой для разрушения капсулы. Более предпочтительно, чтобы капсула имела сопротивление к разрыву от 1 до 8 кгс и еще более предпочтительно от 1 до 4 кгс. Сопротивление капсул к разрыву измеряется анализатором текстуры TA.XT+ на 20 капсулах с поршнем P0,5 при скорости 0,50 мм/с.

Когда капсула раздавливается, она подвергается явлению деформации. Чтобы капсула лопнула со слышимым хлопком, капсула должна деформироваться до определенного предела, до которого капсула не лопнет (она схлопнется сама по себе). Для этого капсула по изобретению должна иметь процент деформации менее 66%. Этот процент соответствует отношению конечного диаметра капсулы при сжатии до предела разрушения к начальному диаметру капсулы, умноженному на 100.

В частности, капсула по изобретению сохраняет свою устойчивость к разрыву после испытания на погружение в деминерализованную воду при температуре 60°C при перемешивании со скоростью 500 об/мин в течение 6 минут. Под термином «сохраняет свою устойчивость к разрыву» понимают тот факт, что устойчивость капсулы к разрыву изменяется не более чем на $\pm 15\%$ по сравнению с ее значением до испытания на погружение.

Следовательно, капсулы по изобретению имеют очень широкую область применения, если требуются свойства водостойкости.

Кроме того, капсула по изобретению сохраняет свою устойчивость к разрыву после испытания на растворение в воде при температуре 37°C в течение 20 минут. Под термином «сохраняет устойчивость к разрыву» здесь понимают тот факт, что устойчивость капсулы к разрыву изменяется не более чем на $\pm 15\%$ по сравнению с ее значением до испытания на растворение. Действительно, неожиданно заявитель также обнаружил, что капсула по изобретению, подвергнутая испытанию на растворение в соответствии с фармакопеями США, Германии, Индии и Евросоюза, сохраняет свои свойства устойчивости к разрыву. Фактически капсула, подвергнутая указанному испытанию в течение 20 минут при температуре 37°C, не растворяется, сохраняет свою сферическую форму и сохраняет свою устойчивость к разрыву, а также свою способность издавать слышимый хлопок при разрыве.

Чтобы получить эти конкретные значения прочности на разрыв в таких условиях (испытание на погружение в воду при 60°C в течение 6 минут и испытание на растворение в воде при 37°C в течение 20 минут), капсулы покрывают слоем, содержащим поливинилиденхлорид. Предпочтительно количество поливинилиденхлорида составляет от 50% до 100% по массе относительно общей сухой массы слоя пленочного покрытия, в частности, от 60% до 99%, в частности, от 70% до 98%, более конкретно от 80% до 97%, еще более конкретно от 90% до 96%. Поливинилиденхлорид наносят с помощью нанесения пленочного покрытия путем воздушного распыления (также называемого «пневматическим распылением») на капсулы раствора, содержащего разбавленный водой поливинилиденхлорид в качестве растворителя.

Согласно первому воплощению, используют один поливинилиденхлорид.

Согласно второму воплощению, поливинилиденхлорид используют в смеси по меньшей мере с одним пластификатором, чтобы компенсировать тот факт, что ПВДХ может, в зависимости от условий, стать хрупким. Пластификаторы могут быть выбраны из триэтилцитрата (ТЭЦ), сахарных спиртов, таких как глицерин, сорбит и мальтит, поливинилового спирта, моно-, ди- и олигосахаридов, триацетина, полиэтиленгликоля или

их смесей. Предпочтительно в качестве пластификатора используют триэтилцитрат, смешанный с поливинилиденхлоридом.

Пластификатор можно использовать в количестве от 0 до 20% по массе по отношению к общей сухой массе слоя пленочного покрытия.

Предпочтительно толщина слоя пленочного покрытия составляет от 1 до 200 мкм, предпочтительно от 3 до 100 мкм и еще более предпочтительно от 3 до 50 мкм.

Одним из преимуществ капсулы по изобретению является то, что она издает слышимый хлопок при разрыве. Это позволяет потребителю быть «проинформированным» о фактическом разрыве капсулы.

Оболочка капсулы по изобретению предпочтительно содержит гидроколлоид. Предпочтительно гидроколлоид по изобретению представляет собой полимер биологического происхождения. Под полимером биологического происхождения понимают синтетический полимер, который частично (обычно >20%) или полностью получен из производных биомассы. Биологическую природу полимера можно определить, в частности, по содержанию в нем C14 в соответствии со стандартом ASTM D6866.

Гидроколлоид оболочки капсулы выбирают из геллановой камеди, желатина (животного или биотехнологического происхождения), коллагена, альгинатов, каррагинанов, агар-агара, хитозана и его производных, пектинов, гуммиарабика, камеди гхатти, пуллулановой камеди, маннановой камеди, растительных белков или их смеси. Количество указанных гидроколлоидов, присутствующих в оболочке, составляет от 4 до 95% по массе, предпочтительно от 4 до 75% по массе и еще более предпочтительно от 20 до 50% по массе по отношению к общей сухой массе оболочки. В предпочтительном воплощении выбранный гидроколлоид представляет собой геллановую камедь, используемую самостоятельно или в сочетании с желатином. В другом предпочтительном воплощении гидроколлоид выбран из каррагинанов.

В состав оболочки также могут быть включены наполнители. Под наполнителем понимают любой подходящий материал, способный увеличить процентное содержание сухого осадка во внешней жидкой фазе и, следовательно, после совместной экструзии, в оболочке полученной капсулы. Увеличение количества сухого осадка в оболочке капсулы приводит к затвердеванию оболочки и повышению ее физической устойчивости. Предпочтительно наполнитель выбирают из группы, содержащей производные крахмала, такие как декстрин, мальтодекстрин, циклодекстрин (альфа, бета или гамма) и производные гидроксипропилкрахмала, или производные целлюлозы, такие как гидроксипропилметилцеллюлоза (ГПМЦ), гидроксипропилцеллюлоза (ГПЦ), метилцеллюлоза (МЦ), карбоксиметилцеллюлоза (КМЦ) или поливиниловый спирт,

полиолы или их смеси. Предпочтительным наполнителем является декстрин. Количество наполнителя в оболочке составляет максимум 98,5%, предпочтительно от 25 до 95%, более предпочтительно от 40 до 80% и еще более предпочтительно от 50 до 60% по массе по отношению к общей сухой массе оболочки.

Оболочка может предпочтительно содержать краситель, который может сделать капсулу, содержащую ароматизирующую композицию, более привлекательной. Краситель предпочтительно выбирают из красителей и пигментов пищевого происхождения. Краситель может находиться внутри корпуса оболочки или наноситься посредством процесса нанесения дополнительного покрытия.

В соответствии с одним воплощением сухая масса оболочки составляет от 5 до 70%, предпочтительно от 8 до 50%, более предпочтительно от 8 до 20% по массе по отношению к общей сухой массе капсулы.

Предпочтительно капсула имеет диаметр от 1 до 6 мм. Более предпочтительно капсула имеет диаметр от 2,5 до 5 мм.

Предпочтительно, толщина оболочки капсулы (без пленочного покрытия) составляет от 10 до 300 мкм, предпочтительно от 20 до 200 мкм и еще более предпочтительно от 30 до 150 мкм.

Существует связь между толщиной слоя пленочного покрытия, диаметром капсулы и устойчивостью капсулы с пленочным покрытием к разрыву. Действительно, заявителем установлено, что определенное соотношение между толщиной слоя пленочного покрытия и диаметром капсулы позволяет обеспечить требуемую устойчивость капсулы с пленочным покрытием к разрыву:

Коэффициент $(R) = (\text{толщина слоя пленочного покрытия} \times 2) / \text{диаметр капсулы}$.

Предпочтительно, вышеуказанное соотношение больше или равно 0,18, предпочтительно больше или равно 0,2, более предпочтительно больше или равно 0,3 и еще более предпочтительно больше или равно 0,4.

Ядро капсулы содержит один или больше липофильных растворителей, традиционно используемых в пищевой промышленности.

В соответствии с предпочтительным воплощением этими липофильными растворителями могут быть триглицериды, в частности триглицериды со средней длиной цепи (МСТ), и, в частности, триглицериды каприловой и каприновой кислот, или смеси триглицеридов, такие как растительное масло, оливковое масло, подсолнечное масло, кукурузное масло, арахисовое масло, масло виноградных косточек, масло зародышей пшеницы, минеральные масла и силиконовые масла или их смеси.

Количество липофильного растворителя в ядре капсулы по изобретению составляет примерно от 0,01% до 90%, предпочтительно от 25% до 75% от общей массы капсулы.

Ядро также может содержать ароматизатор, содержащий одну или больше ароматизирующих молекул, которые обычно используются в составах ароматизирующих композиций. Такие ароматизирующие вещества упоминаются, например, в «Common Fragrance and Flavour Materials», Wiley-VCH, Weinheim, 2006.

Можно назвать, в частности, ароматические, терпеновые и/или сесквитерпеновые углеводороды и, более конкретно, эфирные масла, спирты, альдегиды, фенолы, карбоновые кислоты в их различных формах, ароматические ацетали и простые эфиры, содержащие азот гетероциклы, кетоны, сульфиды, дисульфиды и меркаптаны, которые могут быть ароматическими или неароматическими.

Ядро также может содержать один или больше наполнителей, используемых в ароматизирующих эмульсиях. Примеры включают камедь даммара, древесные смолы типа сложноэфирной камеди, изобутират ацетата сахарозы (SAIB) или бромированные растительные масла. Функция этих наполнителей заключается в регулировании плотности жидкого ядра.

Ядро также может содержать один или больше подсластителей, которые могут быть в форме раствора или суспензии в этаноле. Примерами подходящих подсластителей могут быть, помимо прочего, аспартам, сахарин, NHDC (неогесперидин дигидрохалкон), сукралоза, ацесульфам, неотам, стевия и ее производные и т.д. Ядро также может содержать один или больше «ощущаемых» ароматизаторов, которые обеспечивают либо охлаждающий эффект, либо согревающий эффект во рту. Подходящими охлаждающими агентами могут быть, помимо прочего, ментилсукцинат и его производные, в частности Physcool®. Подходящим согревающим агентом может быть, помимо прочего, ванилилэтиловый эфир или золотой корень.

Примерами подходящих комплексных ароматизаторов являются ваниль, кофе, шоколад, корица и мята.

Если ядро капсулы содержит несколько ароматизаторов, общее количество ароматизирующей смеси составляет от 5% до 60% по массе относительно общей массы ядра капсулы.

Второй объект изобретения относится к пакетику для перорального использования для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора, характеризующемуся тем, что он содержит одну или больше описанных выше капсул, содержащих указанный ароматизатор по изобретению, причем указанные капсулы помещены внутрь пакетика для

перорального использования. Одним из применений капсул согласно изобретению является использование для ароматизации пакетиков для перорального приема (также называемых снюсом), причем указанные пакетики являются пористыми и содержат или не содержат табак. Основное преимущество применения капсул в этих снюс-продуктах заключается в том, что они обеспечивают ароматизацию, высвобождая ароматизатор немедленным и продолжительным образом, в форме «взрыва». Другое преимущество заключается в том, что потребителю предоставляется возможность выбрать точный момент для вскрытия ароматизированной капсулы, содержащейся в пакетике, что позволяет высвободить ароматизирующие вещества. Фактически, потребители снюса привыкли держать пакетик во рту до часа. Таким образом, важно, чтобы потребитель имел возможность разорвать капсулу по изобретению, испытав как слышимый хлопок, так и ощущение того, что указанная капсула лопается между зубами. В результате капсула должна выдерживать пребывание в теплой и влажной среде, образованной слюной (37°C при pH от 6,8 до 7,5) в течение длительного периода времени (в среднем один час), сохраняя при этом достаточную твердость и деформируемость.

В соответствии с первым воплощением пакетик по изобретению содержит табак в форме листьев или в виде молотого табака. Этот тип продукта, содержащегося в пакетике для перорального применения, соответствует обычному снюсу в том смысле, что он содержит табак. Табак, находящийся в пакетиках, имеет очень высокий уровень влажности, поэтому важна водостойкость капсул. Действительно, учитывая влажность табака около 40%, влажность, передаваемую слюной при помещении пакетика в рот, а также температуру во рту, общий уровень влажности может достигать 95%.

В соответствии со вторым воплощением пакетик для перорального применения по изобретению не содержит табака. В этом варианте табак заменен смесью, содержащей волокна ацетата целлюлозы, большое количество увлажнителей и регуляторов pH с никотином или без него. Этот новый тип продукта был разработан в последние годы для обхода правил, запрещающих снюс, содержащий табак. Однако эти продукты, которые воспроизводят эффект обычного снюса, имеют те же недостатки, что и обычный снюс с табаком, в том смысле, что уровень влажности высок из-за присутствующих в пакетике увлажнителей. Кроме того, независимо от того, содержит ли пакетик табак или нет, его упаковывают в небольшие коробки, где влажность чрезвычайно высока, поскольку перед употреблением необходимо убедиться в качестве продукта.

Пакетик по изобретению содержит одну или больше капсул.

В соответствии с одним воплощением пакетик по изобретению дополнительно содержит растительные волокна инкапсулированные или неинкапсулированные ароматизаторы, и/или наполнители, и/или увлажнители, помещенные внутрь пакетика.

Указанный пакетик для перорального применения может также содержать другие ароматизаторы, присутствующие в различных формах, в частности, инкапсулированные или неинкапсулированные.

Третий объект изобретения относится к потребительскому изделию, одна часть которого содержит фильтр, а другая часть содержит табак, характеризующемуся тем, что фильтр содержит одну или больше капсул по изобретению.

Столкнувшись со снижением продаж сигарет, табачная промышленность разработала новые продукты, известные как продукты «сниженного вреда». Эти продукты «сниженного вреда» включают устройства для нагревания табака, которые позволяют электрически нагревать «мини-сигареты» или табак в «капсулах» до температуры от 180° до 350° (по сравнению с 600° до 900° для воспламеняющихся сигарет), чтобы высвободить аэрозоль. Эти устройства, нагревающие табак, не сжигая его, рассеивают никотин без сгорания и дыма, просто путем распыления.

Одним применением капсул по изобретению является их применение для ароматизации аэрозоля (или «дыма»), образующегося при их применении в устройствах для нагревания табака. При применении устройства для нагревания табака образующийся аэрозоль характеризуется высоким содержанием влаги и может достигать температуры от 50°C до 70°C. Тот факт, что капсула выдерживает испытание на погружение в воду при температуре 60°C в течение 6 минут (что соответствует времени потребления устройства), сохраняя при этом свои свойства устойчивости к разрыву, делает ее идеальным кандидатом для этого применения.

Капсулы по изобретению могут быть включены в потребительский продукт, одна часть которого содержит фильтр (сделанный из ацетата целлюлозы, как в обычных сигаретах), и другая часть содержит табак. Капсула по изобретению, помещенная таким образом в фильтр, может быть разорвана потребителем в любой момент, сохраняя при этом требуемые свойства твердости и деформируемости, так что потребитель точно знает, когда он или она разорвет указанную капсулу, чтобы выпустить ее ароматизирующее содержимое в фильтр.

Потребительский продукт включает одну или больше капсул по изобретению.

Предпочтительно, потребительский продукт по изобретению является одноразовым и предназначен для применения в качестве табачного картриджа в устройстве для нагревания табака.

Четвертый объект изобретения относится к устройству для нагревания табака, характеризующемуся тем, что оно содержит потребительский продукт по изобретению. Устройство для нагревания табака, как следует из названия, нагревает табак до температуры от 30 до 300°C, в отличие от обычных сигарет, в которых табак сгорает и достигает температуры от 700 до 800°C. В устройствах этого типа нагретый табак вызывает образование аэрозоля, который можно ароматизировать, в частности, с применением капсулы по изобретению. Потребительский продукт по изобретению вставляют в устройство для курения. Потребитель включает указанное устройство, и затем табак нагревается с помощью указанного устройства. Потребитель может затем в любой момент раздавить капсулу по изобретению, которая находится в фильтре потребительского продукта, и, таким образом, может ароматизировать аэрозоль, образующийся при нагревании табака.

Пятый объект изобретения относится к способу изготовления бесшовной разрушаемой капсулы, содержащей оболочку и ядро, содержащему следующие этапы:

(А) совместная экструзия гидрофильной внешней жидкой фазы и липофильной внутренней жидкой фазы, причем внешняя жидкая фаза содержит от 4 до 95% по массе гидроколлоида по отношению к общей сухой массе оболочки, а внутренняя жидкая фаза содержит 5 до 70% по массе ароматизаторов по отношению к общей массе ядра;

(В) затвердевание и/или гелеобразование поверхности капсулы, полученной на этапе (А), путем погружения в жидкость с температурой от 1°C до 25°C;

(С) сушка капсулы, полученной на этапе (В);

(D) нанесение на капсулу, полученную на этапе (С), пленочного покрытия с помощью способа воздушного напыления с применением раствора пленочного покрытия, содержащего поливинилиденхлорид и воду;

(Е) извлечение капсулы, полученной на этапе (D).

Процесс совместной экструзии представляет собой синхронную экструзию двух жидкостей: гидрофильной внешней жидкой фазы и липофильной внутренней жидкой фазы. Процесс совместной экструзии включает три основных этапа: образование капель, затвердевание оболочки и сбор капсул. Капсулы по изобретению могут быть изготовлены любым подходящим способом совместной экструзии. Предпочтительно капсулы производят с помощью устройства и способа, описанных в EP 513603.

В соответствии с одним воплощением изобретения, после этапа совместной экструзии этап затвердевания осуществляют при сохранении капсул холодными, чтобы обеспечить хорошее гелеобразование оболочки, например, путем помещения их в контакт с холодной жидкостью. Холодная жидкость предпочтительно представляет собой

холодное масло. Под холодной в контексте изобретения понимают температуру от 1 до 25°C, предпочтительно от 2 до 10°C, более предпочтительно от 4 до 6°C. Затем капсулы можно центрифугировать для удаления излишков масла, возможно, промыть органическим растворителем (также для удаления излишков масла) и высушить. В соответствии с одним воплощением изобретения после стадии совместной экструзии и, возможно, стадии затвердевания капсулы центрифугируют.

В соответствии с другим воплощением изобретения капсулы подвергают совместной экструзии, центрифугированию и, возможно, погружению в раствор или эмульсию, содержащие агент, позволяющий укрепить оболочку капсул, или хелатирующий агент.

Хелатирующим агентом может быть этанол или любой другой безводный органический растворитель, обработка происходит при температуре от 0 до 25°C, более конкретно от 10 до 20°C.

Хелатирующим агентом также может быть баня с ионами кальция, например хлоридом кальция, дикальций фосфатом или сульфатом кальция, при pH от 5 до 8. Баня с ионами кальция предпочтительно находится при температуре от 0 до 25°C, предпочтительно от 10 до 20°C.

После этапа (B) погружения капсулы сушат (этап (C)), например, в токе воздуха при контролируемой температуре и влажности. Относительная влажность осушающего воздуха составляет от 20 до 60%, предпочтительно от 30 до 50%; температура осушающего воздуха составляет от 15 до 60°C, предпочтительно от 35 до 50°C. При необходимости масло с поверхности можно удалить с помощью адсорбента, такого как диоксид кремния, или крахмала, добавляемого во время сушки: от 0,1 до 5%, предпочтительно от 0,1 до 2%.

Этап (D) является решающим этапом нанесения пленочного покрытия на капсулы, во время которого на капсулы наносят внешний слой поливинилиденхлорида. Под термином «нанесение пленочного покрытия» понимают процесс, позволяющий осаждать тонкий слой средства для пленочного покрытия на подложке. В данном случае процесс нанесения пленочного покрытия осуществляется путем воздушного распыления раствора средства для нанесения пленочного покрытия (здесь поливинилиденхлорид) для переноса образовавшихся микрокапель на подложку (здесь капсулу). По этим причинам процесс нанесения пленочного покрытия четко отличается от процесса нанесения обычного покрытия, который позволяет нанести покрытие на подложку толстым слоем без использования жидкости-носителя (следовательно, без использования воздуха) и любого другого способа, кроме распыления.

Стадию нанесения пленочного покрытия осуществляют путем воздушного распыления раствора, содержащего по меньшей мере поливинилиденхлорид и воду. В соответствии с первым воплощением поливинилиденхлорид используют в растворе в концентрации от 8 до 50% по массе, разбавленном водой.

Предпочтительно раствор пленочного покрытия содержит поливинилиденхлорид, воду и по меньшей мере один пластификатор, выбранный из триэтилцитрата, многоатомных спиртов, таких как глицерин, сорбит и мальтит, поливинилового спирта, моно-, ди- и олигосахаридов, триацетина и полиэтиленгликоля.

Капсулы, изготовленные с использованием способа по настоящему изобретению, имеют фактически идеально сферическую форму и одинаковый размер.

Шестой объект изобретения относится к применению капсулы по изобретению в качестве средства для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора, причем указанную капсулу помещают в пакетик для перорального применения или в потребительский продукт, содержащий фильтр и табак, в частности предназначенный для применения в устройстве для нагревания табака. В соответствии с этим воплощением, когда капсула разрушается внутри пакетика для перорального применения или потребительского продукта, она издает слышимый хлопок и разрывается, высвобождая содержащийся в ней ароматизатор.

Седьмой объект изобретения относится к способу ароматизации продукта, содержащегося в пакетике для перорального применения по изобретению, потребителем, содержащему следующие этапы:

- потребитель помещает указанный продукт, содержащийся в пакетике для перорального применения, между десной и щекой или верхней губой, в частности, на период от 5 до 60 минут;

- потребитель разрывает капсулу (капсулы), содержащиеся в пакетике для перорального применения, между зубами, чтобы высвободить ароматизатор, содержащийся в капсуле, в рот.

Изобретение проиллюстрировано ниже следующими примерами, которые не следует рассматривать как ограничивающие объем изобретения и которые следует читать со ссылкой на чертежи.

Примеры

Пример 1

1. Композиция капсулы до нанесения пленочного покрытия (таблица 1)

% выражены по массе.

Таблица 1

100	Исходный материал	%
S	Цитрат натрия	0,17%
S	Геллановая камедь	1,53%
S	Желатин из рыбы	1,70%
S	Желатин крупного рогатого скота	1,70%
S	Сорбит	0,85%
S	Глицерин	0,85%
S	НР-крахмал	0,43%
S	Декстрин	7,67%
S	Тартразиновый краситель	0,01%
S	Диоксид кремния	1,50%
S	Вода	1,50%
F	МСТ	70,12%
F	Ментол	4,23%
F	Композиция ароматизаторов	7,72%
	Сумма	100,00%

F = ингредиенты, содержащиеся в ароматизаторе капсулы.

S = ингредиенты, содержащиеся в оболочке капсулы.

Приготовление пленки для капсулы:

- берут навеску воды, цитрата натрия, глицерина и сорбита в химическом стакане, затем смесь перемешивают и нагревают до 85°C,
- берут навеску геллановую камедь взвешивают и помещают в химический стакан,
- берут навеску желатина, декстрина, крахмала и красителей и помещают в химический стакан, и
- смесь перемешивают до растворения ингредиентов, затем оставляют для дегазации.

Процедура совместной экструзии:

- закачивают вышеуказанный раствор для нанесения пленочного покрытия при температуре 85°C в концентрическое сопло,
- отдельно закачивают в концентрическое сопло ароматизированный жидкий раствор основы, состоящий из ментола, эфирного масла мяты и ароматических молекул в МСТ при комнатной температуре,
- одновременно экструдировать два раствора через коаксиальные сопла в МСТ при низкой температуре (прибл. 10°C). Совместная экструзия мгновенно вызывает образование двух капель одна внутри другой, называемых ядром и оболочкой, в соотношении примерно 90/10.
- раствор внешней оболочки образует гель вокруг ароматизированной сердцевины из-за падения температуры,
- собирают желированные влажные капсулы в холодную МСТ и дают им затвердеть при 4°C в течение 1 часа,

- удаляют МСТ центрифугированием,
- перемешивают, затем сушат капсулы в сушилке, используя поток горячего воздуха (около 45°C) и средство для сушки (кремния оксид), а также
- собирают и просеивают высушенные капсулы.

2. Приготовление раствора для нанесения пленочного покрытия (таблица 2)

% выражены по массе.

Таблица 2

Суспензия ПВДХ	35,29%
Триэтилцитрат (ТЭЦ)	2,00%
Вода	62,71%
Сумма	100,00%

Процедура:

- берут навеску воды в химическом стакане,
- берут навеску полимера (ПВДХ) и пластификатора (ТЭЦ),
- вливают при перемешивании раствор полимера и пластификатора и оставляют на 15 мин при комнатной температуре,
- контролируют перемешивание, чтобы избежать образования пены, и
- продолжают осторожно помешивать во время процесса нанесения пленки.

В таблице 3 ниже показаны характеристики раствора для нанесения пленочного покрытия.

Таблица 3

Раствор для нанесения пленочного покрытия	Сухой осадок (% по массе)	20
	вязкость (сП)	1,88
	рН при 20°C	2,1
	плотность (г/см ³)	1,094

3. Процесс нанесения пленочного покрытия

- Вносят капсулы, полученные в конце совместной экструзии, в турбину для нанесения пленочного покрытия.
- Берут навеску раствора пленочного покрытия на весах.
- Устанавливают нужные распылительные форсунки, предварительно загруженные и промытые агентом для нанесения пленочного покрытия, внутри турбины для нанесения пленочного покрытия.
- Вращают турбину с желаемой скоростью вращения.
- Предварительно нагревают входящий воздух до 40°C при желаемой скорости потока.
- Начинают распыление раствора полимера, когда будет достигнута температура капсулы, на которую будет нанесено покрытие (приблизительно 26°C).

- Прекращают распыление, когда будет достигнут желаемый процент отложения сухого осадка (т.е. когда будет достигнута желаемая масса раствора для нанесения пленочного покрытия).

- Выполняют этап стабилизации путем снижения температуры входящего воздуха (приблизительно 20 мин).

4. Анализ капсул до и после нанесения пленочного покрытия, а также после испытания на погружение и испытания на растворение (таблица 4).

Капсулы, покрытые пленочной оболочкой, подвергают испытанию на погружение в воду при температуре 60°C в течение 6 минут по следующему протоколу:

Подготовка:

- Предварительно нагревают воду, которая будет использоваться для испытания.
- Отсчитывают 200 капсул с помощью счетной пластины.
- Чтобы удалить остатки масла или других примесей, погружают капсулы в 200 мл деминерализованной воды при комнатной температуре и перемешивании (250 об/мин) в течение 20 с.

Собирают капсулы через сито и слегка подсушивают их на хлопковой вате.

Испытание на погружение:

- Включают водяную баню, устанавливают температуру 60°C, чтобы внутренняя температура стакана составляла 60°C ± 1°C.
- Взвешивают и переносят в химический стакан 200 г деминерализованной воды.
- Помещают стакан на водяную баню и кладут в него магнитный стержень, начинают перемешивать со скоростью 500 об/мин.
- Высыпают капсулы в стакан.
- Время воздействия 6 мин.
- Через 6 минут отмечают цвет воды и подсчитывают количество капсул, которые лопнули или поднялись на поверхность. Также отмечают возможное наличие запаха (который соответствовал бы ароматизатору).

- Собирают капсулы в сито, раскладывают на вате, чтобы они высохли.

- Наблюдают за их внешним видом и проводят анализы.

Капсулы, покрытые пленочной оболочкой, подвергают испытанию на растворение в воде при температуре 37°C в течение 20 минут по следующему протоколу:

- Нагревают резервуар для воды водяной бани до 39°C.
- Вносят в стакан для испытания воду, отфильтрованную методом обратного осмоса.

- Как только вода достигнет 37°C, измеряют рН, который должен находиться в пределах 6,8–7,5.

- Вносят в ячейку 21 капсулу.

- Устанавливают таймер на 20 минут.

Запускают процедуру:

- Ячейка опускается на 55 мм со скоростью 30 ударов в минуту.

- Капсулы остаются полностью погруженными в воду при температуре 37°C.

- Через 20 минут извлекают капсулы, слегка промакивают их ватой и проводят анализы.

Результаты анализа капсул до и после нанесения пленочного покрытия, а также после испытания на погружение и испытания на растворение (таблица 4).

Таблица 4

Капсула до нанесения пленочного покрытия	Средняя масса (мг)	63,6
	Диаметр (мм)	5049
	Твердость (кгс)	2,44
	Удлинение на разрыв (%)	45
	Звук при разрыве (дБ)	90
Готовая капсула с пленочным покрытием	Средняя масса (мг)	65,3
	Диаметр (мм)	5070
	Твердость (кгс)	2,58
	Удлинение на разрыв (%)	48
	Звук при разрыве (дБ)	84
Готовая капсула с пленочным покрытием после испытания на погружение при температуре 60°C в течение 6 минут	Твердость (кгс)	2,35
	Удлинение на разрыв (%)	52
	Звук при разрыве (дБ)	83
Готовая капсула с пленочным покрытием после испытания на растворение в воде 37°C в течение 20 минут	Твердость (кгс)	2,49
	Удлинение на разрыв (%)	31
	Звук при разрыве (дБ)	88

Из примера 1 можно видеть, что капсула с пленочным покрытием по изобретению сохраняет следующие характеристики:

- сопротивление разрыву (твердость), эквивалентную тому, что было измерено перед испытаниями на погружение и растворение;

- способность издавать слышимый хлопок (более 80 дБ), эквивалентный тому, который был измерен перед испытаниями на погружение и растворение.

Пример 2

Влияние «сухого осадка».

Сухой осадок является фактором, отражающим толщину слоя пленочного покрытия. Его рассчитывают путем определения соотношения (конечная масса капсулы - начальная масса капсулы) / начальная масса капсулы.

В примере 2 капсулы эквивалентного диаметра (приблизительно 3,5 мм) были изготовлены с переменным количеством сухого осадка, чтобы оценить влияние сухого осадка на свойства капсул.

В таблице на фиг. 1 описаны различные композиции капсул типа ядро в оболочке перед нанесением пленочного покрытия.

В таблице на фиг. 2 описаны различные растворы для нанесения пленочного покрытия из ПВДХ/ТЭЦ, а также различные сухие осадки, нанесенные на капсулы в таблице на фиг. 1.

В таблице на фиг. 3 показаны результаты определения твердости, деформации и слышимого хлопка капсул до и после испытаний на погружение и растворение.

Из этих испытаний видно, что капсулы диаметром 3,5 мм с сухим осадком менее 1% (эталонные капсулы 16030/АК3 1%) не выдерживают испытания на погружение в воду при температуре 60°C в течение 6 минут, а также во время испытания на растворение в воде при температуре 37°C в течение 20 минут.

Пример 3

Капсулы изготавливают согласно примеру 1. В таблице на фиг. 4 описаны различные композиции капсул типа ядро в оболочке.

На втором этапе капсулы покрывают пленкой согласно примеру 1. В таблице на фиг. 5 описаны различные составы растворов для нанесения пленочного покрытия с использованием разных средств для нанесения пленочного покрытия и с разными количествами сухого осадка.

Капсулы с пленочным покрытием подвергают испытанию на погружение в воду при температуре 60°C в течение 6 минут и испытанию на растворение в воде при температуре 37°C в течение 20 минут в соответствии с протоколами, описанными в примере 1. Анализы капсулы перед нанесением пленочного покрытия, а также после испытания на погружение и испытания на растворение осуществляют, как описано в примере 1. Результаты суммированы в таблицах 5 и 6 ниже, а также на фиг. 6.

Фиг. 7 и 8 представляют собой графическое представление результатов, описанных в таблицах 5 и 6, и описывают все результаты определения твердости после испытаний на погружение и растворение в зависимости от используемого средства для нанесения пленочного покрытия.

Таблица 5. Твердость и звук при разрыве после испытания на погружение.

Ссылка на капсулу	Размер (мм)	Основа оболочки животная/неживотная	Пленочное покрытие	Твердость (кгс)	SD	Слышимый звук (Да/нет)	Твердость после испытания	SD	Слышимый звук после испытания (Да/нет)
-------------------	-------------	-------------------------------------	--------------------	-----------------	----	------------------------	---------------------------	----	--

							(кгс)		
210158 A1	5	G	Нет	2,44	0,18	Да	0,01	0	Нет
210164	5	G	ПВДХ	2,57	0,2	Да	2,35	0,35	Да
547824	3,5	G	Нет	1,37	0,12	Да	0,01	0	Нет
16030 АК6	3,5	G	ПВДХ	1,64	0,15	Да	1,53	0,23	Да
363086	4,5	G	Нет	3,04	0,28	Да	0,01	0	Нет
15015 E1	4,5	G	Хитозан	3,54	0,32	Да	1,26	0,17	Нет
12044 A1	4,5	G	ГПМЦ	2,48	0,46	Да	0,84	0,43	Нет
10042 B1	4,5	G	Шеллак	1,2	0,44	Да	0,01	0	Нет
10042 F1	4,5	G	Этилцеллюлоза	2,72	0,34	Да	2,15	0,18	Нет
ZG6626	5	V	Нет	2,23	0,4	Да	0,01	0	Нет
210057 A1	5	V	ПВДХ	2,23	0,45	Да	2,12	0,43	Да

G= желатин

V= каррагинан или геллановая камедь

Таблица 6. Твердость и звук при разрыве после испытания на растворение

Ссылка на капсулу	Размер (мм)	Основа оболочки животная/неживотная	Пленочное покрытие	Твердость (кгс)	SD	Слышимый звук (Да/нет)	Твердость после испытания (кгс)	SD	Слышимый звук после испытания (Да/нет)
210158A1	5	G	Нет	2,44	0,18	Да	0	0	Нет
210164	5	G	ПВДХ	2,57	0,2	Да	2,49	0,43	Да
547824	3,5	G	Нет	1,37	0,12	Да	1,35	0,21	Да
16030 АК6	3,5	G	ПВДХ	1,64	0,15	Да	1,68	0,33	Да
363086	4,5	G	Нет	3,04	0,28	Да	0,30	0,20	Нет
15015 E1	4,5	G	Хитозан	3,54	0,32	Да	0,83	0,44	Нет
12044 A1	4,5	G	ГПМЦ	2,48	0,46	Да	0,53	0,09	Нет
10042 B1	4,5	G	Шеллак	1,2	0,44	Да	0,49	0,12	Нет
10042 F1	4,5	G	Этилцеллюлоза	2,72	0,34	Да	2,04	0,21	Да
ZG6626	5	V	Нет	2,23	0,4	Да	0,00	0,00	Нет
210057 A1	5	V	ПВДХ	2,23	0,45	Да	2,08	0,46	Да

G= желатин

V= каррагинан или геллановая камедь

Следует обратить внимание, что все капсулы, покрытые другим полимером, отличным от ПВДХ, не выдерживают испытания на погружение в воду при температуре 60°C в течение 6 минут.

В случае этилцеллюлозы (ЭЦ) следует обратить внимание, что капсулы (номер 10042/F1) выдержали испытание на погружение, однако звук, издаваемый при разрыве капсулы, намного ниже 80 дБ (49 дБ). Эта относительная устойчивость обусловлена не

тем фактом, что этилцеллюлоза обеспечивает это свойство, а тем, что этилцеллюлоза используется в больших количествах (15% сухого осадка, см. таблицу на фиг. 5).

ПВДХ (здесь используется в смеси с ТЭЦ) является единственным агентом пленочного покрытия, который позволяет капсуле выдерживать испытания на погружение и растворение.

Пример 4

G= желатин

Влияние размера капсулы на толщину пленки. Зависимость между толщиной пленочного покрытия и сухим осадком и определение соотношения (толщина слоя пленочного покрытия) $\times 2$ /диаметр капсулы.

В примере 4 капсулы разного диаметра покрыты пленкой согласно примеру 1 из ПВДХ или этилцеллюлозы.

Таблицы на фиг. 9-11 суммируют характеристики пленочного покрытия.

При одинаковых значениях массы сухого осадка толщина слоя пленочного покрытия различна в зависимости от размера капсулы. По мере увеличения сухого осадка толщина слоя пленочного покрытия увеличивается с увеличением размера капсулы.

Например, сухой осадок 3% для капсулы диаметром 3,5 мм не оказывает такого же влияния на толщину слоя пленочного покрытия, как сухой осадок 3% на капсулу диаметром 5 мм. Это соответственно толщина 10,059 мкм и 14,364 мкм.

Соотношение (толщина слоя пленочного покрытия) $\times 2$ /диаметр капсулы остается одинаковым, независимо от размера капсулы; в контексте приведенного выше примера R = 0,575.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Бесшовная разрушаемая капсула типа ядро в оболочке, в которой
 - оболочка содержит гидроколлоид,
 - ядро содержит ароматизатор и липофильный растворитель,характеризующаяся тем, что на указанную оболочку нанесен слой пленочного покрытия, который придает ей водостойкость, причем указанный слой пленочного покрытия содержит поливинилиденхлорид.
2. Разрушаемая капсула по п. 1, которая сохраняет свое сопротивление к разрыву после того, как была подвергнута испытанию на погружение при 60°C в течение 6 минут.
3. Разрушаемая капсула по п. 1 или 2, которая характеризуется сопротивлением к разрыву от 0,5 до 20 кгс после испытания на растворение в воде при температуре 37°C в течение 20 минут.
4. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-3, в которой количество поливинилиденхлорида составляет от 50 до 100% по массе относительно общей сухой массы слоя пленочного покрытия.
5. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-4, в которой слой пленочного покрытия дополнительно содержит пластификатор.
6. Разрушаемая капсула по п. 5, в которой пластификатор выбран из триэтилцитрата, многоатомных спиртов, таких как глицерин, сорбит и мальтит, поливинилового спирта, моно-, ди- и олигосахаридов, триацетина, полиэтиленгликоля или их смеси.
7. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-6, в которой толщина слоя пленочного покрытия составляет от 1 до 200 мкм.
8. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-7, которая издает звуковой хлопок при разрушении.
9. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-8, в которой оболочка содержит гидроколлоид, выбранный из геллановой камеди, желатина, коллагена, альгинатов, каррагинанов, агар-агара, хитозана и его производных, пектинов, гуммиарабика, камеди гхатти, пуллулановой камеди, маннановой камеди, растительных белков или их смеси.
10. Разрушаемая капсула по п. 9, в которой гидроколлоид представляет собой геллановую камедь или геллановую камедь в сочетании с желатином.
11. Разрушаемая капсула по п. 9, в которой гидроколлоид выбран из каррагинанов.
12. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-11, в которой диаметр капсулы составляет от 1 до 6 мм.

13. Разрушаемая капсула по любому из пп. 1-12, в которой толщина оболочки капсулы составляет от 10 до 300 мкм.

14. Пакетик для перорального применения для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора, характеризующийся тем, что он содержит одну или более капсул, содержащих указанный ароматизатор, по любому из пп. 1-13, причем указанные капсулы помещены внутрь пакетика.

15. Пакетик для перорального применения по п. 14, который дополнительно содержит табак в форме листьев или в виде молотого табака, помещенный внутрь пакетика.

16. Пакетик для перорального применения по п. 14, который не содержит табак, помещенный внутрь пакетика.

17. Пакетик для перорального применения по любому из пп. 14-16, дополнительно содержащий растительные волокна и/или инкапсулированные или неинкапсулированные ароматизаторы и/или наполнители и/или увлажнители, помещенные внутрь пакетика.

18. Потребительский продукт, содержащий одну часть, содержащую фильтр, и другую часть, содержащую табак, характеризующийся тем, что фильтр содержит одну или больше капсул по любому из пп. 1-13.

19. Потребительский продукт по п. 18, который является одноразовым и предназначен для применения в качестве табачного картриджа в устройстве для нагревания табака.

20. Устройство для нагревания табака, характеризующееся тем, что оно содержит потребительский продукт по пп. 18 или 19.

21. Способ изготовления бесшовной разрушаемой капсулы, содержащей оболочку и ядро, содержащий следующие этапы, на которых осуществляют:

(А) совместную экструзию гидрофильной внешней жидкой фазы и липофильной внутренней жидкой фазы, причем внешняя жидкая фаза содержит от 4 до 95% по массе гидроколлоида по отношению к общей сухой массе оболочки, а внутренняя жидкая фаза содержит 5 до 70% по массе ароматизаторов по отношению к общей массе ядра;

(В) затвердевание и/или гелеобразование поверхности капсулы, полученной на этапе (А), путем погружения в жидкость с температурой от 1°C до 25°C;

(С) сушку капсулы, полученной на этапе (В);

(D) нанесение на капсулу, полученную на этапе (С), пленочного покрытия с помощью способа воздушного напыления с применением раствора пленочного покрытия, содержащего поливинилиденхлорид и воду;

(Е) извлечение капсулы, полученной на этапе (D).

22. Способ по п. 21, в котором раствор пленочного покрытия дополнительно содержит пластификатор, выбранный из триэтилцитрата, многоатомных спиртов, таких как глицерин, сорбит и мальтит, поливинилового спирта, моно-, ди- и олигосахаридов, триацетина, полиэтиленгликоля или их смеси.

23. Применение капсулы по любому из пп. 1-13 в качестве средства для немедленного и длительного высвобождения ароматизатора, причем указанная капсула помещена в продукт, содержащийся в пакетике для перорального применения, или в потребительский продукт, содержащий фильтр и табак, в частности предназначенный для применения в устройстве для нагревания табака.

24. Применение по п. 23, в котором при разрушении капсулы внутри пакетика для перорального применения или потребительского продукта она издает слышимый хлопок и высвобождает ароматизатор.

		16030/AD2	16030/AK3 1%	16030/AK5 2%	16030/AK5 3%	16030/AK5 4%	16030/AK3 5%
	Исходный материал (%)						
S	Натрия цитрат	0,19%	0,20%	0,20%	0,20%	0,20%	0,20%
S	Геллановая камедь	1,73%	1,78%	1,78%	1,78%	1,78%	1,78%
S	Желатин крупного рогатого скота	3,86%	3,96%	3,96%	3,96%	3,96%	3,96%
S	Сорбит	0,96%	0,99%	0,99%	0,99%	0,99%	0,99%
S	Глицерин	0,96%	0,99%	0,99%	0,99%	0,99%	0,99%
S	Декстрин	10,60%	10,90%	10,90%	10,90%	10,90%	10,90%
S	Гартразиновый краситель	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%	0,01%
S	Синий краситель	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%	0,05%
F	МСТ	57,51%	26,49%	26,49%	26,49%	26,49%	26,49%
F	Масло подсолнечника	0,00%	24,97%	24,97%	24,97%	24,97%	24,97%
F	Ментол	17,47%	20,81%	20,81%	20,81%	20,81%	20,81%
F	Комплексный аромитизатор	3,64%	5,83%	5,83%	5,83%	5,83%	5,83%
F	Кремния диоксид	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%
F	Вода	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%
	Сумма	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%

Фиг. 1

		16030/AD2	16030/AK3 1%	16030/AK5 2%	16030/AK5 3%	16030/AK5 4%	16030/AK3 5%
	Сухой осадок (&)	4	1	2	3	4	5
	Отношение (ПВДХ/ТЭЦ)%	100/0	90/10	90/10	90/10	90/10	90/10
	Сухой осадок приготовления	20,0%	20,0%	20,0%	20,0%	20,0%	20,0%
Суспензия ПВДХ		39,2%	35,3%	35,3%	35,3%	35,3%	35,3%
Триэтилцитрат			2,0%	2,0%	2,0%	2,0%	2,0%
Вода		60,8%	62,7%	62,7%	62,7%	62,7%	62,7%
	Сумма	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%

Фиг. 2

		16030/AD2	16030/AK3 1%	16030/AK5 2%	16030/AK5 3%	16030/AK5 4%	16030/AK3 5%
Раствор для пленочного покрытия	Сухой осадок (%)	20	20,2	20,2	20,2	20,2	20,2
	вязкость (сП)	0,9	2	2	2	2	2
	pH при 20°C	2	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5
	плотность (г/см ³)	1,088	1,088	1,088	1,088	1,088	1,088
Капсула до нанесения пленочного покрытия	Средняя масса (мг)	21,60	21,52	21,52	21,52	21,52	21,52
	Диаметр (мм)	3454	3511	3511	3511	3511	3511
	sd	21	43	43	43	43	43
	Твердость (кгс)	1,43	1,54	1,54	1,54	1,54	1,54
	sd	0,15	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21
	Деформационное отношение (%)	23	23	23	23	23	23
	sd	5	3	3	3	3	3
	Звук при разрыве (дБ)	85	88	88	88	88	88
sd	3	2	2	2	2	2	
Капсула после нанесения пленочного покрытия	Средняя масса (мг)	22,60	21,70	21,70	22,04	22,38	22,68
	Диаметр (мм)	3491	3529	3544	3573	3563	3550
	sd	37	51	53	59	47	42
	Твердость (кгс)	1,44	1,60	1,62	1,64	1,67	1,64
	sd	0,14	0,15	0,16	0,20	0,23	0,17
	Деформационное отношение (%)	29	23	23	23	24	24
	sd	3	2	2	2	3	2
	Звук при разрыве (дБ)	87	87	88	87	86	87
sd	2	3	3	2	3	2	
Готовая капсула после испытания на погружение при температуре 60°C в течение 6 минут	Твердость (кгс)	1,28	0,50	1,60	1,68	1,83	1,97
	sd	0,15	0,20	0,21	0,22	0,18	0,14
	Деформационное отношение (%)	26	89	34	34	35	35
	sd	3	1	4	4	3	2
	Звук при разрыве (дБ)	84	0	86	82	87	88
sd	2	0	2	19	2	2	
Готовая капсула с пленочным покрытием после испытания на растворение в воде 37°C в течение 20 минут	Твердость (кгс)	1,33	0,47	1,33	1,54	1,53	1,82
	sd	0,41	0,18	0,38	0,34	0,15	0,16
	Деформационное отношение (%)	25	89	37	26	25	24
	sd	14	1	26	11	2	2
	Звук при разрыве (дБ)	82	0	76	91	89	90
sd	20	0	25	3	9	1	

Фиг. 3

		16030/АКЗ 5%	12044/А1	10042/В1	10042/Ф1	15015А1	15015/В1	15015/Е1
	Название исходного материала	%	%	%	%	%	%	%
S	Натрия цитрат	0,20%	0,26%	0,26%	0,26%	0,21%	0,21%	0,21%
S	Геллановая камедь	1,78%	2,31%	2,31%	2,31%	1,92%	1,92%	1,92%
S	Свиной желатин		5,13%	5,13%	5,13%	4,80%	4,80%	4,80%
S	Желатин крупного рогатого скота	3,96%						
S	Сорбит	0,99%	1,28%	1,28%	1,28%	1,07%	1,07%	1,07%
S	Глицерин	0,99%	0,64%	0,64%	0,64%	0,53%	0,53%	0,53%
S	Декстрин	10,90%	10,26%	10,26%	10,26%	8,01%	8,01%	8,01%
S	Тартразировый краситель	0,01%						
S	Синий краситель	0,05%						
F	МСТ	26,49%	63,54%	63,54%	63,54%	66,29%	66,29%	66,29%
F	Масло подсолнечника	24,97%						
F	Ментол	20,81%	2,58%	2,58%	2,58%	2,69%	2,69%	2,69%
F	Комплексный аромитизатор	5,83%	11,01%	11,01%	11,01%	11,48%	11,48%	11,48%
S	Кремния диоксид	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%
S	Вода	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%	1,50%
		100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%	100,00%

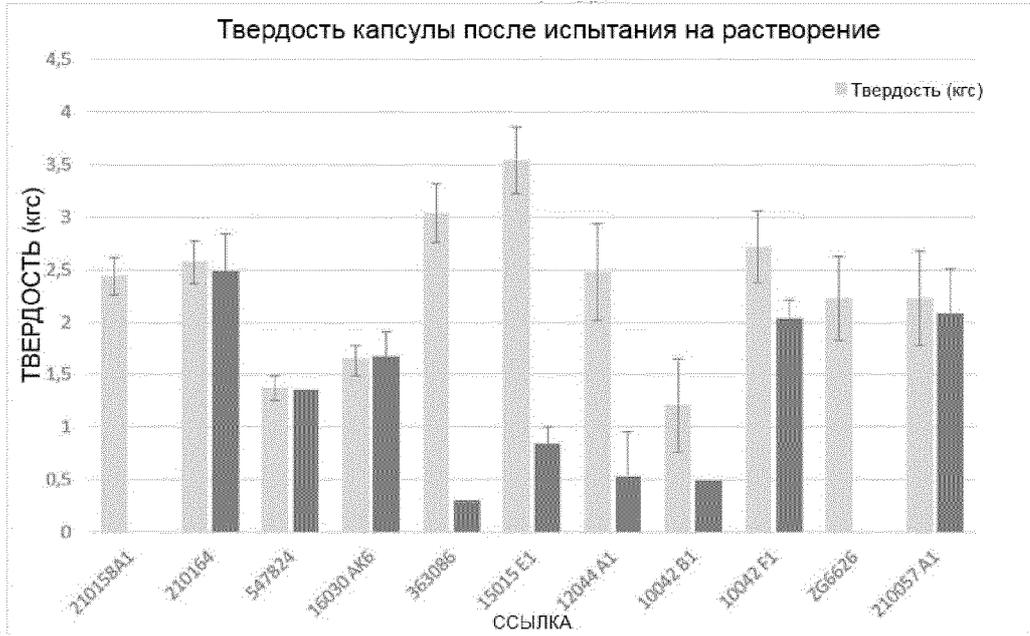
Фиг. 4

		16030/АКЗ 5%	12044/А1	10042/В1	10042/Ф1	15015А1	15015/В1	15015/Е1
	Сухой осадок (%)	5	10	2,5	15	4	4	4
	Отношение (ПВДХ/ТЭЦ)	90/10	na	na	na	na	na	na
	Сухой остаток для приготовления	20,0%	11,0%	12,1%	15,0%	20,0%	20,0%	4,7%
	Суспензия пвдх	35,3%						
	Целлюлоза гпмц		11,0%					
	Водный шеллак			100,0%				
	Этилцеллюлоза				60,0%			
	Щелочной полимер					40,0%		
	Акриловый сополимер						40,0%	
	Хитозан							100,0%
	Триэтилцитрат	2,0%						
	Вода							
	Сумма	62,7%	89,0%	0,0%	40,0%	60,0%	60,0%	0,0%
		100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%	100,0%

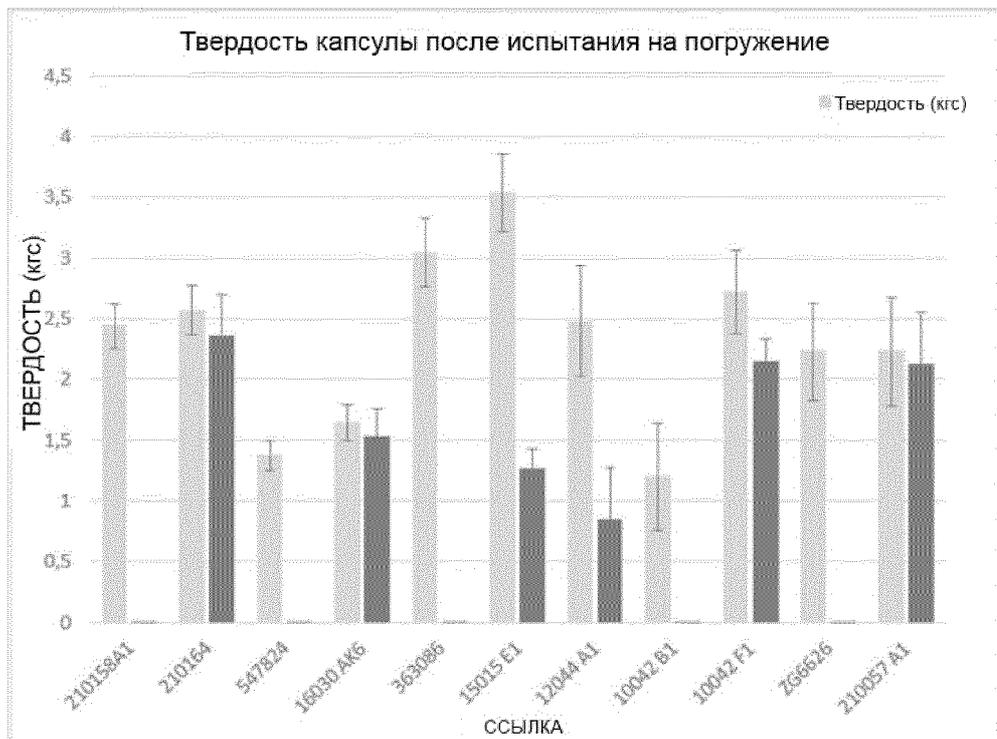
Фиг. 5

		16030/АК3 5%	12044/А1	10042/В1	10042/Р1	15015А1	15015/В1	15015/Е1
Раствор для нанесения пленочного покрытия	Сухой осадок (%)	20,2	11	13,1	14,1	50	50	4,7
	Вязкость (сП)	2	5	3	20	<500	<1000	1000
	рН при 20°С	2,5	7	6,9	10	8	8,5	4
	плотность (г/см ³)	1,088	1,1	1,02	1,1	1,03	1,02	1,05
Капсула до нанесения пленочного покрытия	Средняя масса (мг)	21,52	44,1	35,73	36,3	44,1	44,1	44,1
	Диаметр (мм)	3511	4330	4150	4094	4330	4330	4330
	sd	43	20			20	20	20
	Твердость (кгс)	1,54	3,05	1,71	1,71	3,05	3,05	3,05
	sd	0,21	0,29	0,25	0,25	0,29	0,29	0,29
	Деформационное отношение (%)	22,7	41	28	28	41	41	41
	sd	3	4	4	4	4	4	4
	Звук при разрыве (дБ)	88	90	84	84	90	90	90
	sd	2	1	3	3	1	1	1
Капсула после нанесения пленочного покрытия	Средняя масса (мг)	22,68	40,4	35,8	41,1	45,9	45,7	45,1
	Диаметр (мм)	3550	4293	4157	4358	4443	4403	4351
	sd	42	35	113	41	28	33	30
	Твердость (кгс)	1,64	2,48	1,21	2,73	3,20	2,78	3,52
	sd	0,17	0,46	0,44	0,36	0,55	0,24	0,32
	Деформационное отношение (%)	24	19	12	23	28	33	27
	sd	2	2	4	2	5	3	2
	Звук при разрыве (дБ)	87	92	74	92	94	93	96
sd	2	4	26	2	2	1	1	
Готовая капсула после испытания на погружение при температуре 60°С в течение 6 минут	Твердость (кгс)	1,97	0,84	Не соответствует	2,16	Не соответствует	Не соответствует	1,26
	sd	0,14	0,43		0,19			0,17
	Деформационное отношение (%)	35	81		38			90
	sd	2	13		3			0
	Звук при разрыве (дБ)	88	0		49			0
	sd	2	0		35			0
Готовая капсула с пленочным покрытием после испытания на растворение в воде 37°С в течение 20 минут	Твердость (кгс)	1,82	0,53	0,49	2,04	Не соответствует	2,36	0,53
	sd	0,16	0,09	0,12	0,21		1,15	0,20
	Деформационное отношение (%)	24	89	90	27		62	84
	sd	2	1	0	3		24	12
	Звук при разрыве (дБ)	90	0	0	87		62	0
	sd	1	0	0	4		22	0

Фиг. 6



ФИГ. 7



ФИГ. 8

Характеристика	Мятное покрытие капсулы MINT CAPSCOAT 3500					
	16030/АК3 1%	16030/АК6	16030/АК5	16030/АК1	Экстраполяция	Экстраполяция
Ссылка	ПВДХ	ПВДХ	ПВДХ	ПВДХ		
Пленочное покрытие	ПВДХ	ПВДХ	ПВДХ	ПВДХ		
Средняя масса (мг)	21,52	21,40	21,30	21,37	21,37	21,37
Толщина (мм)	3,511	3,483	3,492	3,436	3,436	3,436
Чистый объем капсулы (мкл)	22,7	22,1	22,3	21,2	21,2	21,2
Параметры нанесения покрытия						
Теоретический сухой осадок (%)	1,00%	2,00%	3,00%	5,00%	15,00%	20,00%
Конечная масса /DD (мг)	21,735	21,828	21,939	22,439	24,576	25,644
Конечная толщина (мм)	3,517	3,496	3,512	3,472	3,552	3,596
Толщина покрытия (мкм)	3,10	6,62	10,06	17,86	57,97	79,76
Отношение (толщина x 2)/размер капсулы	0,18	0,38	0,58	1,02	3,31	4,56

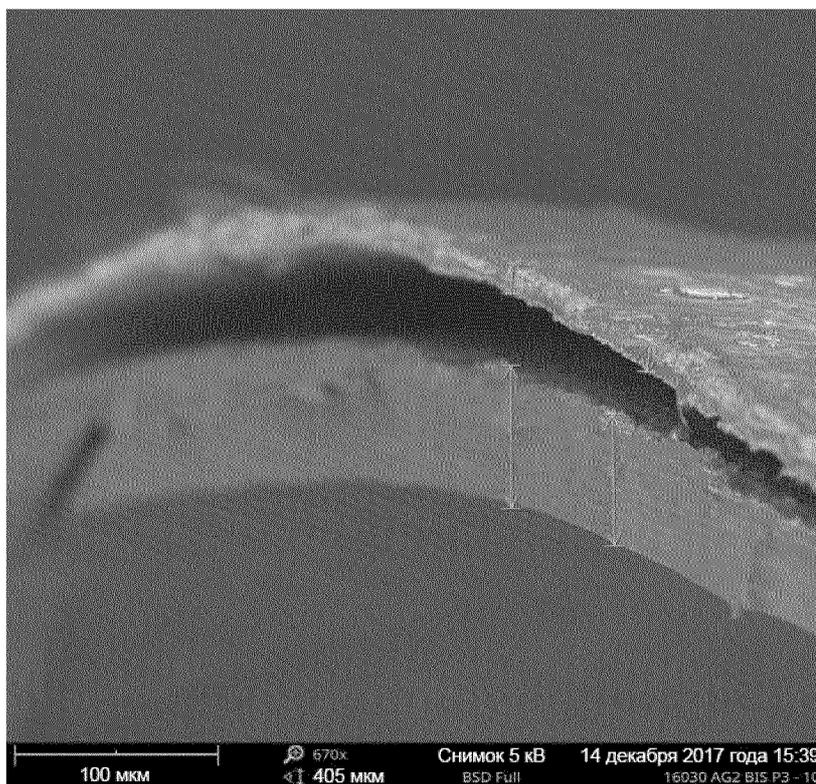
Фиг. 9

Характеристика	Цитроновое покрытие капсулы CITRON CAPSCOAT 5000					
	210164A1	210164	Экстраполяция	Экстраполяция	Экстраполяция	Экстраполяция
Ссылка	ПВДХ	ПВДХ				
Пленочное покрытие	ПВДХ	ПВДХ				
Средняя масса (мг)	63,6	63,6	63,6	63,6	63,6	63,6
Толщина (мм)	5,049	5,049	5,049	5,049	5,049	5,049
Чистый объем капсулы (мкл)	67,4	67,4	67,4	67,4	67,4	67,4
Параметры нанесения покрытия						
Теоретический сухой осадок (%)	1,00%	2,00%	3,00%	5,00%	15,00%	20,00%
Конечная масса /DD (мг)	64,236	64,872	65,508	66,780	73,140	76,320
Конечная толщина (мм)	5,058	5,068	5,078	5,098	5,209	5,269
Толщина покрытия (мкм)	4,43	9,36	14,36	24,60	80,03	110,20
Отношение (толщина x 2)/размер капсулы	0,18	0,37	0,58	0,98	3,20	4,41

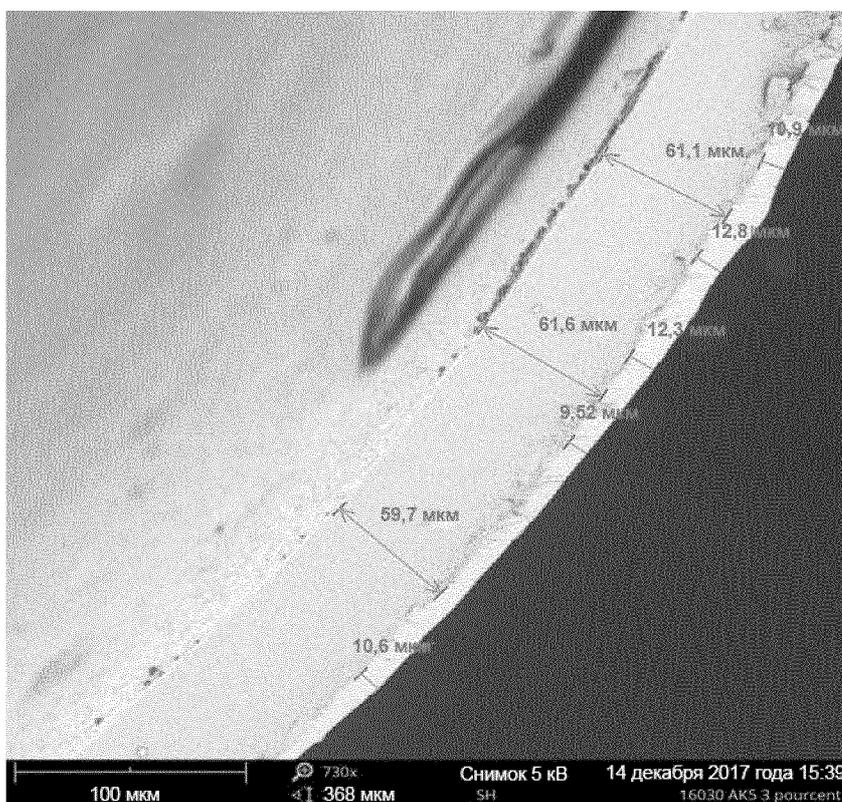
Фиг. 10

Характеристика	Покрытие капсулы с запахом мяты перечной PEPPERMINT CAPSCOAT 4200						
	Экстраполяция	Экстраполяция	Экстраполяция	Экстраполяция	10042/F-1	Экстраполяция	Экстраполяция
Пленочное покрытие					Этилцеллюлоза		
Средняя масса (мг)	36,3	36,3	36,3	36,3	36,3	36,3	36,3
Толщина (мм)	4,094	4,094	4,094	4,094	4,094	4,094	4,094
Чистый объем капсулы (мкл)	35,9	35,9	35,9	35,9	35,9	35,9	35,9
Параметры нанесения покрытия							
Теоретический сухой осадок (%)	1,00%	2,00%	3,00%	5,00%	15,00%	20,00%	39,00%
Конечная масса /DD (мг)	36,663	37,026	37,389	38,115	41,745	43,560	50,457
Конечная толщина (мм)	4,102	4,110	4,119	4,137	4,233	4,285	4,504
Толщина покрытия (мкм)	3,87	8,14	12,49	21,37	69,35	95,41	204,94
Отношение (толщина x 2)/размер капсулы	0,18	0,39	0,59	1,02	3,30	4,54	9,76

Фиг. 11



Фиг. 12



Фиг. 13