



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2013144225/12, 27.02.2012

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
27.02.2012

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:
02.03.2011 JP 2011-045290

(43) Дата публикации заявки: 10.04.2015 Бюл. № 10

(45) Опубликовано: 20.10.2015 Бюл. № 29

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: EP 2279677 A1, 02.02.2011. JP
2001231468 A, 28.08.2001. EP 0840555 A1,
13.05.1998. EP 2289357 A1, 02.03.2011(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 02.10.2013(86) Заявка РСТ:
JP 2012/054827 (27.02.2012)(87) Публикация заявки РСТ:
WO 2012/118033 (07.09.2012)

Адрес для переписки:

129090, Москва, ул. Б. Спасская, 25, строение 3,
ООО "Юридическая фирма Городисский и
Партнеры"

(72) Автор(ы):

ТАНАКА Ясуо (JP),
КУСАКАБЕ Тацуя (JP)

(73) Патентообладатель(и):

ДЖАПАН ТОБАККО ИНК. (JP)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ СОДЕРЖАЩЕГО АРОМАТИЗАТОР ЛИСТА ДЛЯ ИЗДЕЛИЯ ДЛЯ КУРЕНИЯ, ЛИСТ ДЛЯ ИЗДЕЛИЯ ДЛЯ КУРЕНИЯ, СОДЕРЖАЩИЙ АРОМАТИЗАТОР, ПОЛУЧЕННЫЙ ДАННЫМ СПОСОБОМ, И СОДЕРЖАЩЕЕ ЕГО ИЗДЕЛИЕ ДЛЯ КУРЕНИЯ

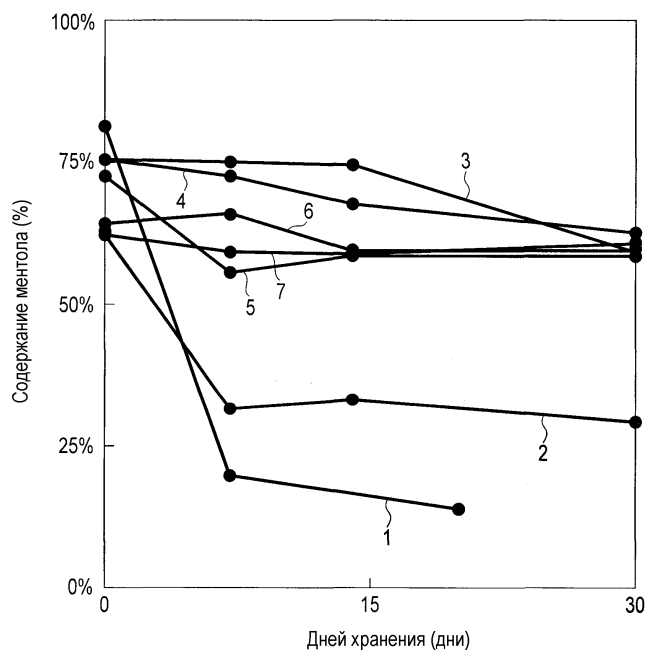
(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к способу получения содержащего ароматизатор листа, применяемого для изделия для курения, содержащему ароматизатор листу для изделия для курения, полученному данным способом, и содержащему его изделию для курения. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения характеризуется тем, что включает стадию нанесения суспензии сырого материала на субстрат, где суспензия содержит полисахарид, содержащий по меньшей мере один из каррагинана и геллановой камеди,

ароматизатор, эмульгатор и 70-95% по весу воды, имеет содержание ароматизатора 100-1000% по весу относительно полисахарида и имеет температуру 60-90°C в коллоидном состоянии; стадию активного охлаждения нанесенной суспензии сырого материала до температуры образца 0-40°C, получая гель; и стадию термосушки, включающую нагревание желатинизированного сырого материала и сушку его при температуре образца 70-100°C. Техническими результатами изобретения являются обеспечение способа получения

содержащего ароматизатор листа для изделия для курения за более короткое время, где лист имеет высокое содержание ароматизатора, высокий выход ароматизатора и хорошую способность сохранять ароматизатор после хранения при введении в изделие для курения и

обеспечение содержащего ароматизатор листа для изделия для курения, который обладает хорошей способностью сохранять ароматизатор после хранения при введении в изделие для курения, и его можно получить за более короткое время. 7 н. и 6 з.п. ф-лы, 5 табл., 12 пр., 11 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2013144225/12, 27.02.2012**(24) Effective date for property rights:
27.02.2012

Priority:

(30) Convention priority:
02.03.2011 JP 2011-045290(43) Application published: **10.04.2015** Bull. № 10(45) Date of publication: **20.10.2015** Bull. № 29(85) Commencement of national phase: **02.10.2013**(86) PCT application:
JP 2012/054827 (27.02.2012)(87) PCT publication:
WO 2012/118033 (07.09.2012)

Mail address:

**129090, Moskva, ul. B. Spasskaja, 25, stroenie 3,
OOO "Juridicheskaja firma Gorodisskij i Partnery"**

(72) Inventor(s):

**TANAKA Jasuo (JP),
KUSAKABE Tatsuja (JP)**

(73) Proprietor(s):

DZhAPAN TOBAKKO INK. (JP)

(54) **METHOD FOR PRODUCTION OF SMOKING PRODUCT SHEET CONTAINING FLAVOURING AGENT, SMOKING PRODUCT SHEET CONTAINING FLAVOURING AGENT PRODUCED BY SAID METHOD AND SMOKING PRODUCT CONTAINING SUCH SHEET**

(57) Abstract:

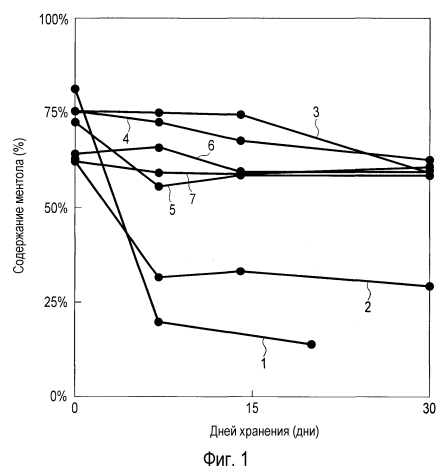
FIELD: tobacco industry.

SUBSTANCE: this invention relates to a method for production of a sheet containing a flavouring agent and applied for a smoking product, to such sheet containing a flavouring agent for a smoking product produced by such method and to a smoking product containing such sheet. Characterisation of the method for production of a sheet containing a flavouring agent for a smoking product is as follows: the method involves a stage of raw material suspension application onto the substrate where the suspension contains a polysaccharide containing at least either of carrageenan and gellan gum, a flavouring agent, an emulsifier and 70-95 wt % of water; the content of the flavouring agent is 100-1,000 wt % of the polysaccharide amount; the temperature in a colloidal state is equal to 60-90°C; there is also a stage of the applied raw material suspension active cooling till the sample temperature

is equal to 0-40°C to produce gel and a stage of thermal drying involving gelated raw material heating and drying at the sample temperature equal to 70-100°C.

EFFECT: provision for a method for production of a sheet containing a flavouring agent for a smoking product within a shorter time where the sheet has a high content of the flavouring agent, a high yield of the flavouring agent and a good capacity to retain the flavouring agent after storage in case of introduction into a smoking product; the sheet has a good capacity to retain the flavouring agent after storage in case of introduction into a smoking product and can be produced within a shorter time.

13 cl, 5 dwg, 12 tbl, 11 ex



Область техники, к которой относится настоящее изобретение

Настоящее изобретение относится к способу получения содержащего ароматизатор листа, применяемого для изделия для курения, содержащему ароматизатор листу для изделия для курения, полученному данным способом, и содержащему его изделию для курения.

Уровень техники настоящего изобретения

Если компонент, являющийся летучим ароматическим веществом, такой как ментол, добавляют к измельченному табаку в растворенном состоянии, ароматический компонент исчезает при длительном хранении, и ароматический эффект не сохраняется.

Решению данной проблемы посвящены следующие публикации.

Патентные документы 1 и 2 описывают, что ароматический компонент помещают в часть фильтра сигареты, причем ароматический компонент покрыт природным полисахаридом для подавления испарения и исчезновения ароматического компонента; и ароматический компонент с покрытием раздавливают сдавливанием его для высвобождения ароматизатора во время курения. Патентный документ 3 описывает, что ароматический компонент помещают в часть фильтра сигареты, причем ароматический компонент покрыт растворимым в воде матриксом, таким как декстрин для подавления испарения и исчезновения ароматического компонента; и растворимый в воде матрикс растворяется влагой дыма, который курильщик вдыхает, высвобождая ароматизатор в момент курения. Таким образом, когда ароматический компонент помещают в часть фильтра, которая является негорящей частью сигареты, имеется задержка до ощущения запаха, поскольку ароматизатор высвобождается сдавливанием части фильтра в момент курения или растворением растворимого в воде матрикса влагой дыма, который курильщик вдыхает.

С другой стороны, патентные документы 4-6 приводят пример, в котором ароматический компонент помещают в горящую часть, то есть измельченный табак или сигаретную бумагу, в которую заворачивают табак.

Патентный документ 4 описывает, что сигаретная бумага, в которую заворачивают табачный наполнитель, покрывают ароматическим материалом, в который введен ароматический компонент в трехмерной сетке глюконовых молекул. Сигарета патентного документа 4 обладает хорошим свойством сохранять ароматизатор, поскольку ароматический компонент фиксирован и удерживается включенным в трехмерной сетке глюконовых молекул. Однако ароматический компонент присутствует в глюконовых молекулах в относительно небольшом количестве (20% по весу или менее). Соответственно, в случае, когда требуется добавлять достаточно большое количество ароматического компонента, такого как ментол, количество в смеси ароматического материала в сигарете становится высоким.

Патентный документ 5 описывает, что "стабилизированное ароматическое вещество, которое является стабильным вплоть до 180°C" получают смешением жидкого ароматизатора с каррагинановым золем; прикапыванием смеси в ионный раствор (раствор, содержащий ионы калия), получая гранулированный гель; и сушкой геля в воздухе. Однако способ патентного документа 5 требует длительного периода времени и больших производственных площадей для того, чтобы получить большое количество материала, поскольку гранулированный гель сушат на воздухе. В дополнение этот способ требует добавления иона металла (гелеобразующий ускоритель) для того, чтобы образовать гель.

Патентный документ 6 сообщает, что лист, содержащий ароматический компонент с покрытием из геля полисахарида, получают сушкой суспензии, содержащей

ароматический компонент, такой как ментол, и полисахарид; и лист нарезают, и нарезанные куски добавляют к измельченному табаку. Согласно данному сообщению, требуется неделя для сушки суспензии при 40°C.

Как описано выше, различные сделаны сообщения в качестве способа подавления испарения ароматического компонента, но еще есть необходимость в простом способе получения ароматического материала, обладающего дополнительно улучшенной способностью сохранять ароматизатор после хранения.

Документы предшествующего уровня техники

Патентный документ

Патентный документ 1: японская патентная заявка КОКАИ публикация № 64-27461.

Патентный документ 2: японская патентная заявка КОКАИ публикация № 4-75578.

Патентный документ 3: международная публикация № 2009-157240.

Патентный документ 4: японская патентная заявка КОКАИ публикация № 9-28366.

Патентный документ 5: японская РСТ национальная публикация № 11-509566.

Патентный документ 6: международная публикация № 2009-142159.

Сущность настоящего изобретения

Проблема, которую будет решать настоящее изобретение

Цель настоящего изобретения заключается в обеспечении способа получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения за более короткое время, где лист имеет высокое содержание ароматизатора, высокий выход ароматизатора и хорошую способность сохранять ароматизатор после хранения при введении в изделие для курения. Кроме того, цель настоящего изобретения заключается в обеспечении содержащего ароматизатор листа для изделия для курения, который обладает хорошей способностью сохранять ароматизатор после хранения при введении в изделие для курения, и его можно получить за более короткое время.

Способы решения данной проблемы

Авторы настоящего изобретения провели исследования для того, чтобы решить данные проблемы. Как результат, они обнаружили, что даже если применяют высокую температуру сушки, можно получить содержащий ароматизатор лист, который имеет высокое содержание ароматизатора и высокий выход ароматизатора и сохраняет высокое содержание ароматизатора даже после хранения, применением каррагинана или геллановой камеди в качестве полисахарида и охлаждением листа один раз перед термосушкой, и затем сушкой его, при получении содержащего ароматизатор листа термосушкой суспензии сырого материала, содержащей полисахарид, ароматизатор и эмульгатор. Таким образом, они завершили настоящее изобретение.

То есть, согласно одному аспекту настоящего изобретения, обеспечивается способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения, характеризующийся тем, что он включает:

стадию нанесения суспензии сырого материала на субстрат, где суспензия содержит полисахарид, содержащий, по меньшей мере, один из каррагинана и геллановой камеди, ароматизатор, эмульгатор и 70-95% по весу воды, имеет содержание ароматизатора 100-1000% по весу относительно полисахарида и имеет температуру 60-90°C в коллоидном состоянии;

стадию охлаждения нанесенной суспензии сырого материала на образце до температуры образца 0-40°C, получая гель; и

стадию термосушки, включающую нагревание желатинизированного сырого материала и сушку его при температуре образца 70-100°C.

Согласно предпочтительному варианту осуществления эмульгатор составляет 0,5-

5% по весу лецитина относительно полисахарида. Альтернативно, согласно предпочтительному варианту осуществления, эмульгатор представляет собой эфир, выбранный из группы, состоящей из эфира жирной кислоты и глицерина, эфира жирной кислоты и полиглицерина, эфира жирной кислоты и сорбита, эфира жирной кислоты и пропиленгликоля, и эфира жирной кислоты и сахарозы.

Согласно предпочтительному варианту осуществления полисахарид содержится в суспензии сырого материала при концентрации 2-5% по весу.

Согласно предпочтительному варианту осуществления ароматизатор представляет собой ментол. Согласно более предпочтительному варианту осуществления содержание ментола находится в диапазоне 250-500% по весу относительно полисахарида.

Согласно другому аспекту настоящего изобретения обеспечивается содержащий ароматизатор лист для изделия для курения, характеризующийся тем, что его получают приведенным выше способом.

Согласно другому аспекту настоящего изобретения обеспечивается изделие для курения, содержащее измельченный табак, характеризующееся тем, что нарезанные куски приведенного выше содержащего ароматизатор листа для изделия для курения смешивают с измельченным табаком.

Эффекты настоящего изобретения

Согласно способу получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения настоящего изобретения, можно получить содержащий ароматизатор лист для изделия для курения за более короткое время, где лист имеет высокое содержание ароматизатора, высокий выход ароматизатора и хорошую способность сохранять ароматизатор после хранения при введении в изделие для курения. Кроме того, содержащий ароматизатор лист для изделия для курения настоящего изобретения обладает хорошей способностью сохранять ароматизатор после хранения при введении в сигарету, и его можно получить за более короткое время.

Краткое описание чертежей

ФИГУРА 1 представляет собой график, показывающий содержание ментола содержащих ментол листов после периодов хранения.

ФИГУРА 2А представляет собой график, показывающий изменение вязкости после понижения температуры водного раствора геллановой камеди.

ФИГУРА 2В представляет собой график, показывающий изменение вязкости после повышения температуры водного раствора геллановой камеди.

ФИГУРА 3А представляет собой график, показывающий температуру образца № 1 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 3В представляет собой график, показывающий температуру образца № 2 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 3С представляет собой график, показывающий температуру образца № 3 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 3D представляет собой график, показывающий температуру образца № 4 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 3Е представляет собой график, показывающий температуру образца № 5 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 3F представляет собой график, показывающий температуру образца № 6 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 3G представляет собой график, показывающий температуру образца № 7 в процессе стадии термосушки.

ФИГУРА 4А представляет собой график, показывающий влияние охлаждения на

содержание ментола после хранения содержащих ментол листов (сравнительные примеры).

ФИГУРА 4В представляет собой график, показывающий влияние охлаждения на содержание ментола после хранения содержащих ментол листов (примеры настоящего изобретения).

ФИГУРА 5 представляет собой график, показывающий взаимосвязь между охлаждающей температурой и содержанием ментола содержащих ментол листов.

ФИГУРА 6 представляет собой график, показывающий взаимосвязь между содержанием влаги содержащих ментол листов и процентом сохранения ментолового ароматизатора.

ФИГУРА 7А представляет собой график, показывающий изменение вязкости после понижения температуры водного раствора каррагинана.

ФИГУРА 7В представляет собой график, показывающий изменение вязкости после повышения температуры водного раствора каррагинана.

ФИГУРА 7С представляет собой график, показывающий температуру образца в процессе стадии термосушки суспензии сырого материала, содержащей каррагинан в качестве полисахарида.

ФИГУРА 7D представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензию сырого материала, содержащую каррагинан в качестве полисахарида.

ФИГУРА. 7Е представляет собой график, показывающий температуру образца в процессе стадии термосушки суспензии сырого материала, содержащей геллановую камедь в качестве полисахарида.

ФИГУРА 7F представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензию сырого материала, содержащую геллановую камедь в качестве полисахарида.

ФИГУРА 7G представляет собой график, показывающий изменение вязкости после понижения температуры водного раствора пектина.

ФИГУРА 7H представляет собой график, показывающий изменение вязкости после повышения температуры водного раствора пектина.

ФИГУРА 7I представляет собой график, показывающий температуру образца в процессе стадии термосушки суспензии сырого материала, содержащей пектин в качестве полисахарида.

ФИГУРА 7J представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензию сырого материала, содержащую пектин в качестве полисахарида.

ФИГУРА 7K представляет собой график, показывающий изменение вязкости после понижения температуры водного раствора конджак-глюкоманнана.

ФИГУРА 7L представляет собой график, показывающий изменение вязкости после повышения температуры водного раствора конджак-глюкоманнана.

ФИГУРА 7M представляет собой график, показывающий температуру образца в процессе стадии термосушки суспензии сырого материала, содержащей конджак-глюкоманнан в качестве полисахарида.

ФИГУРА 7N представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензию сырого материала, содержащую конджак-глюкоманнан в качестве полисахарида.

ФИГУРА 8А представляет собой график, показывающий изменение вязкости после понижения температуры водного раствора каррагинана, имеющего различные

концентрации.

ФИГУРА 8В представляет собой график, показывающий изменение вязкости после повышения температуры водного раствора каррагинана, имеющего различные концентрации.

5 ФИГУРА 8С представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие каррагинан при различных концентрациях.

10 ФИГУРА 8D представляет собой график, показывающий изменения вязкости после понижения температуры водного раствора геллановой камеди, имеющей различные концентрации.

ФИГУРА 8Е представляет собой график, показывающий изменение вязкости после повышения температуры водного раствора геллановой камеди, имеющей различные концентрации.

15 ФИГУРА 8F представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие геллановую камедь при различных концентрациях.

ФИГУРА 9А представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие каррагинан и ментол в различных соотношениях.

20 ФИГУРА 9В представляет собой график, показывающий процент сохранения ментолового ароматизатора содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие каррагинан и ментол в различных соотношениях.

25 ФИГУРА 9С представляет собой график, показывающий выход ментола содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие каррагинан и ментол в различных соотношениях.

ФИГУРА 9D представляет собой график, показывающий взаимосвязь между долей в смеси ментола и содержанием ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является каррагинан).

30 ФИГУРА 9Е представляет собой график, показывающий взаимосвязь между долей в смеси ментола и выходом ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является каррагинан).

35 ФИГУРА 9F представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие геллановую камедь и ментол в различных соотношениях.

ФИГУРА 9G представляет собой график, показывающий процент сохранения ментолового ароматизатора содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие геллановую камедь и ментол в различных соотношениях.

40 ФИГУРА 9H представляет собой график, показывающий выход ментола содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие геллановую камедь и ментол в различных соотношениях.

45 ФИГУРА 9I представляет собой график, показывающий взаимосвязь между долей ментола в смеси и содержанием ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является геллановая камедь).

ФИГУРА 9J представляет собой график, показывающий взаимосвязь между долей в смеси ментола и выходом ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является геллановая камедь).

ФИГУРА 10А представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого материала, содержащие лецитин в различных количествах в смеси (весовое соотношение относительно полисахарида) (случай, когда полисахаридом является каррагинан).

5 ФИГУРА 10В представляет собой график, показывающий взаимосвязь между долей в смеси лецитина и содержанием ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является каррагинан).

ФИГУРА 10С представляет собой график, показывающий содержание ментола после хранения содержащих ментол листов, полученных, применяя суспензии сырого
10 материала, содержащие лецитин в различных количествах в смеси (весовое соотношение относительно полисахарида) (случай, когда полисахаридом является геллановая камедь).

ФИГУРА 10D представляет собой график, показывающий взаимосвязь между долей лецитина в смеси и содержанием ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является геллановая камедь).

15 ФИГУРА 11А представляет собой график, показывающий влияние типа эмульгатора на содержание ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом является каррагинан).

ФИГУРА 11В представляет собой график, показывающий влияние типа эмульгатора на содержание ментола содержащих ментол листов (случай, когда полисахаридом
20 является геллановая камедь).

Варианты осуществления настоящего изобретения

Настоящее изобретение будет объяснено ниже. Следующее объяснение предполагается для описания настоящего изобретения подробно, и не предполагается, что оно ограничивает настоящее изобретение.

25 Ароматизатор, содержащийся в содержащем ароматизатор листе настоящего изобретения, не ограничен, при условии, что его применяют для изделия для курения. Можно применять любой тип ароматизатора. Основные примеры ароматизатора включают ментол, экстракт табачного листа; натуральные растительные ароматизаторы (например, корица, шалфей, трава, ромашка, кудзу (*Pueraria lobata*), лист с приятным
30 запахом гортензии, гвоздика, лаванда, кардамон, гвоздичное дерево, мускатный орех, бергамот, герань, медовая эссенция, розовое масло, лимон, апельсин, кора кассии, тмин, жасмин, имбирь, кориандр, ванильный экстракт, мята, перечная мята, кассия, кофе, сельдерей, кротоновое дерево, сандаловое дерево, какао, иланг-иланг, фенхель, анис, лакрица, хлеб Святого Иоанна, экстракт черносслива и персиковый экстракт), сахараиды
35 (например, глюкоза, фруктоза, изомеризованный сахарид, и карамель), какао (например, порошок и экстракт), сложные эфиры (например, изоамилацетат, линалилацетат, изоамилпропионат и линалилбутират), кетоны (например, ментон, ионон, дамаскенон и этилмалтол), спирты (например, гераниол, линалоол, анетол и эвгенол), альдегиды (например, ванилин, бензальдегид и анисовый альдегид), лактоны (например, γ -ундекалактон и γ -ноналактон); ароматизаторы животного происхождения (например, мускус, амбра, цибетин и кастореум) и углеводороды (например, лимонен и пинен).
40 Можно предпочтительно применять ароматизатор, который легко образует дисперсию в растворителе добавлением эмульгатора, такого как гидрофобный ароматизатор и растворимый в масле ароматизатор. Данный ароматизатор можно применять отдельно
45 или в комбинации.

Далее, настоящее изобретение будет объяснено с помощью примера, где ментол применяют в качестве ароматизатора.

1. Содержащий ментол лист для изделия для курения

В одном варианте осуществления настоящего изобретения содержащий ментол лист для изделия для курения (далее называемый "содержащий ментол лист") получен способом, включающим:

стадию нанесения суспензии сырого материала на субстрат, где суспензия содержит полисахарид, содержащий, по меньшей мере, один из каррагинана и геллановой камеди, ментол и эмульгатор и 70-95% по весу воды, имеет содержание ароматизатора 100-1000% по весу относительно полисахарида и имеет температуру 60-90°C в коллоидном состоянии;

стадию охлаждения нанесенной суспензии сырого материала до температуры образца 0-40°C, получая гель; и

стадию термосушки, включающую нагревание желатинизированного сырого материала и сушка его при температуре образца 70-100°C. Термин "температура образца", применяемый в настоящем изобретении, обозначает температуру на поверхности образца (т.е., суспензии или листа).

(1) Получение суспензии сырого материала

В настоящем изобретении, суспензию сырого материала можно получить способом, включающим: (i) стадию смешения полисахарида, содержащего, по меньшей мере, один из каррагинана и геллановой камеди, с водой и нагревания смеси, получая водный раствор полисахарида; и (ii) стадию добавления ментола и эмульгатора к водному раствору и перемешивания и эмульгирования смеси.

Конкретно, стадию (i) можно проводить добавлением полисахарида к воде в небольших количествах, растворяя его в воде при перемешивании. Температура нагревания на стадии может составлять 60-90°C, предпочтительно, 75-85°C. Стадию (ii) можно проводить любым известным способом эмульгирования, применяя гомогенизатор, поскольку суспензия сырого материала имеет вязкость приблизительно 10000 мПа·с (коллоидное состояние), которая не препятствует эмульгированию, при приведенной выше температуре нагревания.

Полисахарид предпочтительно содержится в суспензии сырого материала при концентрации 2-5% по весу. Например, когда применяют 10 л воды в качестве растворителя для суспензии сырого материала, суспензия сырого материала может содержать 200-500 г полисахарида. Более предпочтительно, полисахарид содержится в суспензии сырого материала при концентрации 3-5% по весу (смотри пример 10 ниже).

Состав суспензии сырого материала может быть следующим:

например, 500 г полисахарида, 500-5000 г ментола и 50-500 мл раствора, содержащего 5% по весу эмульгатора, на 10 л воды.

Содержание влаги суспензии сырого материала составляет 70-95% по весу, предпочтительно, 80-90% по весу.

Соотношение (весовое соотношение) полисахарида и ментола в суспензии сырого материала может быть в диапазоне 1:1-1:10, предпочтительно, 1:2,5-1:5. То есть, доля в смеси ментола может быть в диапазоне 100-1000% по весу относительно полисахарида, предпочтительно, 250-500% по весу относительно полисахарида (смотри пример 11 ниже).

Суспензия сырого материала может содержать или каррагинан или геллановую камедь в качестве полисахарида, или может содержать оба из них. Кроме того, полисахарид может состоять только из каррагинана и/или геллановой камеди, и другой полисахарид, такой как тамариндовая камедь, может добавляться к каррагинану и/или геллановой камеди. В связи с этим, другой полисахарид содержится в суспензии с долей в смеси, меньшей доли в смеси каррагинана и геллановой камеди.

В качестве каррагинана можно применять к-каррагинан.

В настоящем изобретении полисахарид обладает свойством фиксировать мицеллу ментола, покрывая ее, образованием геля при охлаждении после нагревания. Что касается каррагинана и геллановой камеди, обнаружили, что каждый их водный раствор обладает особенно превосходными характеристиками перехода золя в гель под влиянием температуры (смотри примеры 4 и 9 ниже). То есть, когда водный раствор каррагинана и водный раствор геллановой камеди охлаждают и образуется гель, данные растворы обладают характеристиками, заключающимися в способности сохранять гелеобразное состояние, нелегко возвращаясь в коллоидное состояние, даже если температуру повышают впоследствии (смотри фигуры 2В и 7В). Даже если ментол, покрытый каррагинаном или геллановой камедью, охлаждают один раз, и затем подвергают воздействию высокой температуры на стадии термосушки, покрытие из каррагинана или геллановой камеди трудно вернуть в коллоидное состояние из-за данных характеристик, и ментол с покрытием может стабильно сохраняться (смотри фигуры 7D и 7F). Данную способность называют в настоящем изобретении "чувствительными к температуре характеристиками перехода золя в гель".

Таким образом, полисахарид, обладающий чувствительными к температуре характеристиками перехода золя в гель, обладает преимуществом, заключающимся в том, что можно получить превосходную способность сохранять ароматизатор после хранения нанесением на ментол покрытия из него, и также заключающимся в том, что нет необходимости добавлять ионы металла (ускоритель гелеобразования), если применяют чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель для гелеобразования.

В настоящем изобретении l-ментол можно применять в качестве ментола.

В настоящем изобретении встречающийся в природе эмульгатор, такой как лецитин, конкретно SUN LECITHIN A-1 (Taiyo Kagaku Co., Ltd.), можно применять в качестве эмульгатора.

Когда лецитин применяют в качестве эмульгатора, лецитин может содержаться в суспензии в количестве 0,5-5% по весу относительно полисахарида. Когда каррагинан применяют в качестве полисахарида, добавляемое количество лецитина составляет предпочтительно 0,5-2% по весу относительно полисахарида. Когда геллановую камедь применяют в качестве полисахарида, добавляемое количество лецитина составляет предпочтительно 0,5-5% по весу относительно полисахарида, более предпочтительно 0,5-2% по весу относительно полисахарида (смотри пример 12 ниже).

В качестве эмульгатора эфиры, выбранные из группы, состоящей из эфира жирной кислоты и глицерина, эфира жирной кислоты и полиглицерина, эфира жирной кислоты и сорбитана, эфира жирной кислоты и пропиленгликоля и эфира жирной кислоты и сахарозы, можно применять в добавление к лецитину.

Эфир жирной кислоты и глицерина включает, например, моноглицериды жирной кислоты, такие как моноглицеридмоностеарат или моноглицеридсукцинат; эфир жирной кислоты и полиглицерина включает, например, пентаглицеринмоностеарат; эфир жирной кислоты и сорбитана включает, например, сорбитанмоностеарат; эфир жирной кислоты и пропиленгликоля включает, например, пропиленгликольмоностеарат; и эфир жирной кислоты и сахарозы включает, например, эфир стеариновой кислоты и сахарозы (смотри пример 13 ниже). Данные эмульгаторы могут также содержаться в суспензии в количестве 0,5-5% по весу относительно полисахарида.

(2) Нанесение суспензии сырого материала на субстрат

Полученную суспензию сырого материала, имеющую температуру 60-90°C, наносят

на субстрат.

Суспензию сырого материала можно наносить прессованием суспензии сырого материала на субстрат литником или через щелевую головку. В качестве субстрата можно применять любой тип субстрата, при условии, что содержащий ментол лист, полученный сухим формованием, можно снимать с субстрата. Например, можно применять пленку из полиэтилентерефталата (PET) (FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.). Суспензию сырого материала можно наносить так, чтобы толщина после сушки становилась равной приблизительно 0,1 мм, которая является равной толщине стандартного измельченного табака.

(3) Охлаждение перед сухим формованием суспензии

При получении содержащего ментол листа настоящего изобретения нанесенную суспензию сырого материала однократно охлаждают перед сушкой так, чтобы суспензия имела температуру, обеспечивающую достаточное гелеобразование суспензии (40°C или меньше) и избегая разрушения эмульсии в результате замораживания (0°C или более), т.е., температуру 0-40°C, предпочтительно 0-30°C, и более предпочтительно 15-25°C. Суспензия сырого материала перед охлаждением имеет температуру 60-90°C, предпочтительно температуру 75-85°C и находится в коллоидном состоянии.

Предварительное охлаждение можно осуществлять продуванием воздуха или охлажденного воздуха (например, 10°C), генерируемого местным воздухоохладителем (например, Suiden SS-25DD-1), над нанесенной суспензией сырого материала в течение 2-3 минут. Альтернативно, предварительное охлаждение можно осуществлять контактом нанесенной суспензии сырого материала с трубой, через которую проходит охлаждающая среда (например, 10°C), генерируемая генератором охлаждающей воды (холодильник, например, APISTE PCU-1600R) в течение 1-2 минут. Альтернативно, предварительное охлаждение можно осуществлять выдерживанием нанесенной суспензии сырого материала при комнатной температуре.

Как показано в примерах 4 и 9 ниже, когда раствор полисахарида, приведенного выше, охлаждают и образуется гель, раствор способен сохранять гелеобразное состояние без легкого возвращения в коллоидное состояние, даже при температуре перехода в гель, даже если температуру повышают впоследствии. Приведенное выше свойство применяют в настоящем изобретении, и предварительное охлаждение осуществляют перед сушкой суспензии сырого материала. Как результат, полисахарид, содержащийся в суспензии сырого материала после предварительного охлаждения, трудно перевести в золь, даже если температуру повышают во время сушки, и ментол, покрытый полисахаридом, трудно испаряется. Это продемонстрировано в настоящем изобретении.

Когда суспензию сырого материала наносят на субстрат и тут же охлаждают, преимуществом является то, что данную нанесенную суспензию сырого материала тяжело деформировать, даже если подвергнуть ее воздействию высоких температур на последующей стадии сушки.

Влияние охлаждения на свойство сохранения ароматизатора после хранения содержащего ароматизатор листа показано в примере 6 ниже (фигура 4B). Меньшие охлаждающие температуры приводят в результате к большему содержанию ментола, что продемонстрировано в примере 7 ниже (фигура. 5).

(4) Сухое формование суспензии

Термосушку нанесенной и охлажденной суспензии сырого материала можно проводить любым типом термосушки, таким как сушка горячим воздухом или сушка тепловым излучением в ИК области спектра. Далее, "термосушку" суспензии сырого материала называют просто "сушка".

В настоящем изобретении сушка суспензии сырого материала включает сушку нагреванием охлажденной суспензии сырого материала при температуре образца 70-100°C. Предпочтительно температура образца составляет 100°C или менее в течение суммарной продолжительности сушки. Если суспензию сушат при приведенной выше

температуре образца, испарение ментола можно подавить, и содержащий ментол лист можно получить за более короткое время.

Термин "температура образца" обозначает температуру на поверхности образца (т.е., суспензии или листа). Термин "суммарная продолжительность сушки" обозначает период нагревания в сушилке с нагревом. Суммарная продолжительность сушки обычно составляет 20 минут или менее, предпочтительно, 7-20 минут, более предпочтительно, 10-18 минут.

В настоящем изобретении температура образца может быть меньшей чем 70°C на стадии сушки. Однако для того, чтобы сократить время сушки, предпочтительно, сократить период, когда температура образца является меньшей чем 70°C. В настоящем изобретении температура образца может превышать 100°C в процессе стадии сушки. Однако для того, чтобы стабильно сохранять ароматизатор, такой как ментоловый ароматизатор, предпочтительно, сократить период, когда температура образца превышает 100°C. Следовательно, сушку суспензии сырого материала можно, предпочтительно, проводить сушкой охлажденной суспензии сырого материала при температуре образца 70-100°C в течение более чем половины суммарной продолжительности сушки. Предпочтительно, чтобы температура образца составляла 100°C или меньше в течение суммарной продолжительности сушки. Более предпочтительно, сушку суспензии сырого материала можно проводить сушкой охлажденной суспензии сырого материала при температуре образца 70-100°C в течение суммарной продолжительности сушки.

Однако непосредственно после начала термосушки, температура образца в сушилке с нагревом является средней между температурой предварительного охлаждения и требуемой температурой образца (70°C) и не достигает требуемой температуры образца. При выражении в виде "при температуре образца 70-100°C в течение суммарной продолжительности сушки", термин "суммарная продолжительность сушки" обозначает суммарную продолжительность сушки, исключая начальный период, когда температура образца находится в середине повышения до требуемой температуры образца. Например, в примере 5 (фигуры 3A-3G) ниже, температура образца находится в середине повышения до требуемой температуры образца в течение приблизительно 1 минуты после начала термосушки. Таким образом, начальный период исключен из "суммарной продолжительности сушки" при выражении в виде "при температуре образца 70-100°C в течение суммарной продолжительности сушки".

Предпочтительно, сушку суспензии сырого материала можно проводить сушкой суспензии сырого материала так, чтобы получить листовую форму, имеющую содержание влаги меньше чем 10%, в течение суммарной продолжительности сушки 20 минут или менее.

В примере 5 ниже (фигуры 3D-3G) показано, что когда суспензию сырого материала сушили при температуре образца, приведенной выше, лист, полученный сушкой, может приобретать хорошую способность сохранять ароматизатор после хранения.

Далее, будет объяснен случай сушки горячим воздухом. В случае сушки горячим воздухом, для того, чтобы поддерживать температуру образца равной 70-100°C, суспензию сырого материала предпочтительно сушить горячим воздухом, имеющим температуру 100°C или более в течение первоначальной сушки, и затем, горячим

воздухом, имеющим ту же температуру как при первоначальной сушке или температуру, меньшую чем температура первоначальной сушки (предпочтительно 70°C или более и менее 100°C). Соответственно, можно подавлять повышение температуры образца при последующей сушке. Например, можно сохранять температуру образца так, чтобы

5 она не превышала 100°C в течение суммарной продолжительности сушки.

В настоящем изобретении возможно, чтобы полученный содержащий ментол лист имел высокое содержание ментола и высокий выход ментола и сохранял высокое содержание ментола после хранения, когда суспензию сырого материала охлаждают, даже если последующая стадия сушки включает способ сушки, в котором температура

10 образца достигает 70-100°C (например, сушка при высокой температуре горячим воздухом, имеющим температуру 100°C или более).

В случае сушки горячим воздухом, температура горячего воздуха может представлять собой постоянную температуру в течение всего периода стадии сушки или может изменяться в течении стадии сушки. Когда температура горячего воздуха изменяется, сушку суспензии сырого материала предпочтительно проводить первоначальной сушкой

15 при высокой температуре горячим воздухом, имеющим температуру 100°C или более, и последующую сушку при низкой температуре горячим воздухом, имеющим температуру меньше чем 100°C. Термин "первоначальная сушка", применяемый в настоящем изобретении, обозначает первую сушку на стадии сушки горячим воздухом, имеющим температуру 100°C или более, и термин "последующая сушка" обозначает

20 сушку после первоначальной сушки, горячим воздухом, имеющим низкую температуру, меньшую чем 100°C. Таким образом, если первоначальную сушку горячим воздухом, имеющим высокую температуру, проводят в комбинации с последующей сушкой горячим воздухом, имеющим низкую температуру, предпочтительно, чтобы температура

25 образца не становилась слишком высокой. В случае сушки горячим воздухом, температура при сушке является такой же, как температура горячего воздуха.

Более предпочтительно, суспензию сырого материала можно сушить так, что листовую форму, имеющую содержание влаги меньше чем 10%, получают в течение суммарной продолжительности сушки 20 минут или меньше, проведением

30 первоначальной сушки при температуре горячего воздуха 100°C или более в течение четверти или более суммарной продолжительности сушки, и затем проведением последующей сушки при температуре горячего воздуха, меньшей чем 100°C в течение четверти или более суммарной продолжительности сушки.

Таким образом, если первоначальную сушку горячим воздухом, имеющим высокую температуру, проводят в комбинации с последующей сушкой горячим воздухом, имеющим низкую температуру, можно подавлять повышение температуры при

35 последующей сушке. Например, можно поддерживать температуру образца так, чтобы она не превышала 100°C.

Соответственно, возможно, чтобы содержащий ментол лист настоящего изобретения имел высокое содержание ментола после получения листа и также сохранял высокое содержание ментола после хранения (смотри образец № 4 примера 1, образец № 5

40 примера 2 и образец № 6 примера 3 ниже).

Когда суспензию сырого материала сушат сушкой горячим воздухом, первоначальную сушку можно проводить, например, горячим воздухом, имеющим

45 температуру 100-130°C в течение 4-6 минут, и последующую сушку можно проводить, например, горячим воздухом, имеющим температуру 70°C или более и менее чем 100°C в течение 4-6 минут. Объем горячего воздуха можно задать, например, равным 3-20 м/сек. Суммарная продолжительность сушки обычно составляет 20 минут или менее,

предпочтительно, 7-20 минут, более предпочтительно, 10-18 минут.

Условия первоначальной сушки и последующей сушки (температура, продолжительность и объем воздуха) можно подходящим образом задавать, например, в приведенном выше диапазоне. Например, первоначальную сушку проводят при температуре горячего воздуха 100-130°C до того, как испарится влага с поверхности суспензии сырого материала и образуется достаточная пленка на поверхности суспензии. Затем, температуру горячего воздуха немедленно заменяют на температуру в диапазоне 70°C или более и менее чем 100°C, и можно проводить последующую сушку.

Температура горячего воздуха в процессе первоначальной сушки может быть постоянной, или ее можно изменять так, чтобы затем снизить ее до диапазона 100-130°C. Температура горячего воздуха в процессе последующей сушки может быть постоянной, или ее можно изменять так, чтобы затем снизить ее до диапазона 70°C или более и менее чем 100°C. Например, сушилка горячим воздухом, применяемая в примерах ниже, имеет три сушильные камеры, и каждый образец перемещают по порядку через первую, вторую и третью камеру ленточным конвейером. Таким образом, первую и вторую камеры можно применять для первоначальной сушки при одинаковых или отличных температурах (100°C или более), и третью камеру можно применять для последующей сушки (меньше чем 100°C). Альтернативно, первую камеру применяют для первоначальной сушки (100°C или более), и вторую и третью камеры можно применять для последующей сушки при тех же или отличных температурах (меньше чем 100°C).

В настоящем изобретении сушку проводят до тех пор, пока содержащий ментол лист не становится высушенным в достаточной степени, чтобы лист можно было легко снимать с субстрата и можно было нарезать на последующей стадии разрезания. Конкретно, сушку проводят до тех пор, пока содержание влаги содержащего ментол листа не станет меньшим чем 10% по весу, предпочтительно, 3-9% по весу, более предпочтительно, 3-6% по весу (смотри пример 8 ниже). Термин "содержание влаги", применяемый в настоящем изобретении, обозначает величину, измеренную согласно способу измерения, описанному в следующих примерах.

Непосредственно после получения содержание ментола содержащего ментол листа настоящего изобретения, предпочтительно, составляет 45% по весу или более, более предпочтительно, 55-75% по весу. После хранения (при 50°C в течение 30 дней) содержание ментола содержащего ментол листа настоящего изобретения предпочтительно составляет 45% по весу или более, более предпочтительно 48-63% по весу. Термин "содержание ментола", применяемый в настоящем изобретении, обозначает величину, измеренную согласно способу измерения, описанному в следующих примерах.

2. Изделие для курения

Содержащий ментол лист настоящего изобретения нарезают, например, до размера, равного размеру стандартного измельченного табака и, таким образом, нарезанные куски можно смешивать с измельченным табаком для изделия для курения. Нарезанные куски содержащего ментол листа можно добавлять в количестве 2-10 г на 100 г измельченного табака. Нарезанные куски содержащего ментол листа предпочтительно распределяют в измельченном табаке и смешивают с ним.

Содержащий ментол лист настоящего изобретения можно смешивать с измельченным табаком для любого типа изделий для курения, например, изделия для курения горящего типа, в котором курильщик чувствует запах дыма сжиганием табачных листьев, в частности, сигареты. В частности, содержащий ментол лист настоящего изобретения можно смешивать с измельченным табаком сигареты, содержащей сигаретный стержень, который содержит измельченный табак и сигаретную бумагу, в которую завернут

табак.

Примеры

[Пример 1]

(1) Получение суспензии сырого материала (10 л масштаб)

вода 10 л

геллановая камедь (KELCOGEL, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 150 г

тамариндовая камедь (BISTOP D-2032, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 150 г

лецитин (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 120 мл (5% водный раствор)

ментол (Takasago International Corporation.) 1500 г

Воду (10 л) выдерживали при 80°C, и геллановую камедь (150 г) и тамариндовую камедь (150 г) добавляли и растворяли в ней небольшими порциями так, чтобы не образовывались комки (требуемое время: приблизительно 20 минут) при перемешивании их смесителем (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженным ротором для перемешивания раствора/2000 об/мин), и добавляли ментол (1500 г).

Мешалку с вращающимися лопатками заменяли на гомогенизатор (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженный головкой типа ротор-статор/4000 об/мин), и смесь эмульгировали в течение 10 минут. Затем, добавляли к смеси лецитин (120 мл 5% водного раствора), с последующим эмульгированием в течение 10 минут, получая суспензию сырого материала.

(2) Сухое формование

Полученную суспензию сырого материала наносили на пленочную основу через щелевую головку. После этого, холодный воздух, генерируемый местным охладителем (Suiden SS-25DD-1) (10°C), продували над суспензией сырого материала в течение 2-3 минут так, чтобы охладить суспензию сырого материала до приблизительно 20°C.

После этого, ее сушили горячим воздухом перенесением ее на ленточный конвейер в сушилке горячим воздухом, получая содержащий ментол лист в пленочной форме. Подробности эксперимента будут описаны ниже.

Щелевая головка: вертикальная щелевая головка (которая нагрета до 60°C и сохраняется нагретой), 900 мкм в толщину и 20 см в ширину

Пленочная основа: PET пленка (которая обработана коронным разрядом), 50 мкм в толщину

Сушилка горячим воздухом: тип устройства для сухого формования с горячим воздухом, имеющий следующую конфигурацию

Сушильное отделение: три камеры (длина каждой зоны: 2,5 м, суммарная длина: 7,5 м)

Объем воздуха и форма горячего воздуха:

Первая камера: перфорированная плита, объем воздуха: 5 м/сек.

Вторая камера: перфорированная плита, объем воздуха: 10 м/сек.

Третья камера: инжектор для перевода в «плавающее состояние», объем воздуха: 20 м/сек.

В первой и второй камерах, горячий воздух продували над содержащим ментол листом, который подается на ленте, через перфорированную плиту, которая функционирует как плита для регулирования расхода. В третьей камере, горячий воздух продували над содержащим ментол листом, который подавали в «плавающем состоянии» вместе с пленочной основой восходящей и нисходящей вентиляции.

Условия сушки горячим воздухом изменяли, как описано в таблице 1 ниже, получая содержащие ментол листы образцов № 1-4. Температура, приведенная в таблице, представляет собой температуру горячего воздуха. Продолжительность сушки

устанавливали так, чтобы содержащий ментол лист был высушен в достаточной степени, его можно было легко снимать с пленочной основы и можно было нарезать на последующей стадии разрезания. Содержание влаги содержащих ментол листов, полученных в данном примере, составляло приблизительно 3%.

5 (3) Исследование сухого состояния содержащего ментол листа

Содержание влаги содержащего ментол листа измеряли GC-TCD следующим образом.

Взвешивали 0,1 г содержащего ментол листа (нарезанного на 1×10 мм куски). 10 мл метанола (новый реагент особого качества или высшего качества дозировали в условиях без воздействия воздуха для устранения влияния поглощения воды из воздуха) добавляли
10 к нарезанным кускам в 50 мл закрытом контейнере (пробирка с закручивающейся пробкой), с последующим встряхиванием при 200 об/мин в течение 40 минут. Полученную в результате смесь оставляли на ночь, снова встряхивали при 200 об/мин в течение 40 минут и оставляли. Супернатант применяли в качестве раствора для измерения (без разбавления для GC измерения).

15 Раствор для измерений анализировали GC-TCD и определяли количество способом с градуировочной кривой.

GC-TCD; 6890 газовый хроматограф, полученный Hewlett Packard

Колонка; HP Polapack Q (упакованная колонка) режим с постоянным потоком 20,0 мл/мин

20 Введение; 1,0 мкл

Впускной клапан; ЕРС впускной клапан для продувки упакованной колонки

Нагревательное устройство; 230°C

Газ; He

Суммарный поток; 21,1 мл/мин

25 Сушилка; 160°C (выдерживание в течение 4,5 минут)→(60°C/мин)→220°C (выдерживание в течение 4,0 минут)

Детектор; TCD детектор

Газ сравнения (He)

скорость потока; 20 мл/мин

30 Вспомогательный газ (He) 3,0 мл/мин

Скорость передачи сигнала; 5 Гц

Концентрации растворов калибровочной кривой; шесть точек 0, 1, 3, 5, 10 и 20 [mg-H₂O/10 мл]

(4) Измерение содержания ментола в содержащем ментол листе

35 Содержание ментола в содержащих ментол листах измеряли GC-FID следующим способом.

Взвешивали 0,1 г содержащего ментол листа (нарезанного на 1×10 мм куски). 10 мл метанола (новый реагент особого качества или высшего качества дозировали в условиях без воздействия воздуха для устранения влияния поглощения воды из воздуха) добавляли
40 к нарезанным кускам в 50 мл закрытом контейнере (пробирка с закручивающейся пробкой), с последующим встряхиванием при 200 об/мин в течение 40 минут. Полученную в результате смесь оставляли на ночь, снова встряхивали при 200 об/мин в течение 40 минут и оставляли. Супернатант применяли в качестве раствора для измерений (10-кратным разбавлением его метанолом для GC измерения).

45 Раствор для измерений анализировали GC-FID и определяли количество способом с градуировочной кривой

GC-FID; 6890N газовый хроматограф, полученный Agilent

Колонка; DB-WAX 30 м×530 мкм×1 мкм

Режим с постоянным давлением 5,5 пси (скорость; 50 см/сек)

Введение; 1,0 мкл

Впускной клапан; Spritless режим 250°C 5,5 пси

Сушилка; 80°C→(10°C/мин)→170°C (выдерживание в течение 6,0 минут) [максимум 220°C]

Детектор; FID детектор 250°C (H₂; 40 мл/мин воздух; 450 мл/мин)

Скорость передачи сигнала; 20 Гц

Концентрации растворов калибровочной кривой; восемь точек 0, 0,01, 0,05, 0,1, 0,3, 0,5, 0,7 и 1,0 [мг-ментол/мл]

Измеряли содержание ментола (мг) полученного содержащего ментол листа и содержание ментола (мг) содержащего ментол листа, хранимого в форсированных условиях. Результаты показаны в таблице 1 как "первоначальное содержание ментола (%)" и "содержание ментола после хранения (%)".

Первоначальное содержание ментола (%)={измеренная величина содержания ментола (мг)/вес содержащего ментол листа (мг)}×100

Содержание ментола после хранения (%)={измеренная величина содержания ментола (мг)/вес содержащего ментол листа (мг)}×100

Форсированные условия были следующими.

Приблизительно 5 г содержащего ментол листа (нарезанного на 1×10 мм куски) помещали в открытый контейнер, и его хранили в течение максимум 30 дней в термостате (сушильный шкаф DX600, Yamato Scientific Co., Ltd.), установленном на 50°C.

Процент сохранения ментолового ароматизатора рассчитывали из величины содержания ментола, применяя следующее уравнение, и оценивали способность сохранять ароматизатор содержащего ментол листа.

Процент сохранения ментолового ароматизатора (%)={ (содержание ментола после хранения)/(первоначальное содержание ментола)}×100

(5) Результаты

Содержащие ментол листы образцов № 1-4 получали с сушилкой с горячим воздухом в условиях сушки горячим воздухом, описанных в таблице 1. Содержание влаги и первоначальное содержание ментола содержащих ментол листов измеряли согласно приведенному выше способу. Результаты показаны в таблице 1. Содержание ментола листа, хранящегося в течение 30 дней, показано в таблице 1. Содержание ментола листа, хранящегося в течение 7 дней, 14 дней и 30 дней, показано на фигуре. 1. Номера позиций 1-7 на фигуре 1 представляют образцы № 1-7.

Таблица 1				
Образец №	1	2	3	4
Условия сушки горячим воздухом				
Первая камера	70°C • 4 мин	120°C • 2 мин	70°C • 20 мин	120°C • 2,5 мин
Вторая камера	80°C • 4 мин	130°C • 2 мин	70°C • 20 мин	120°C • 2,5 мин
Третья камера	120°C • 4 мин	176°C • 2 мин	70°C • 20 мин	70°C • 2,5 мин
Скорость ленты	0,6 м/мин	1,3 м/мин	0,13 м/мин	1,0 м/мин
Содержание влаги	3,1%	3,2%	3,1%	3,4%
Первоначальное содержание ментола	81,5%	62,4%	75,8%	75,7%
Содержание ментола после хранения	13,6% (через 20 дней)	29,2% (через 30 дней)	59,2% (через 30 дней)	62,4% (через 30 дней)
Процент сохранения ароматизатора	17%	47%	78%	82%

Образец № 1

Когда суспензию сырого материала наносят и сушат сушилкой с горячим воздухом,

получая листовую форму, во многих случаях, сушку горячим воздухом начинают при низкой температуре (приблизительно 70°C) так, чтобы не образовывалось покрытие поверхности в первой части сушки, и сушку горячим воздухом продолжают при высокой температуре (приблизительно 120°C) так, чтобы достичь полного высушивания во второй половине сушки. Согласно данному способу сушки, получали содержащий ментол лист образца № 1, и как результат, в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 3,1%) можно получить для суммарной продолжительности сушки 12 минут. "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 81,5%, но "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 20 дней) в форсированных условиях составляло только 13,6%. Таким образом, лист образца № 1 имеет проблемы со свойством сохранения ароматизатора после хранения.

Образец № 2

В образце № 2 высокие температуры сушки применяли для того, чтобы сделать продолжительность сушки более короткой, чем продолжительность примера № 1. Как результат, в образце № 2 в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 3,2%) можно получить для суммарной продолжительности сушки 6 минут. "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 62,4%, но "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 30 дней) в форсированных условиях составляло только 29,2%. Таким образом, лист образца № 2 имеет проблемы со свойством сохранения ароматизатора после хранения.

Образец № 3

В образце № 3 температуру горячего воздуха устанавливали на 70°C в течение всего периода стадии сушки. Как результат, в образце № 3 в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 3,1%) можно получить для суммарной продолжительности сушки 60 минут. "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 75,8%, и "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 30 дней) в форсированных условиях составляло вплоть до 59,2%. Таким образом, и способность сохранять ароматизатор после получения листа и способность сохранять ароматизатор после хранения были превосходными. Однако требуемое время для сушки составляло до 60 минут.

Образец № 4

В образце № 4, в отличие от образцов № 1 и 2, в которых низкотемпературную сушку заменяли на высокотемпературную сушку, первоначальную сушку (в первой и второй камерах) проводили горячим воздухом при высокой температуре (120°C), и последующую сушку (в третьей камере) проводили горячим воздухом при низкой температуре (70°C). В образце № 4 суммарная продолжительность сушки была такой короткой как 7,5 минут, тем не менее, можно получить в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 3,4%). "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 75,7%, и "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 30 дней) в форсированных условиях составляло вплоть до 62,4%. Таким образом, и способность сохранять ароматизатор после получения листа и способность сохранять ароматизатор после хранения были превосходными. Результаты показывают, что можно получить лист, обладающий превосходной способностью сохранять ароматизатор, за относительно короткий период времени, если применять первоначальную высокотемпературную сушку и последующую низкотемпературную сушку.

[Пример 2]

Содержащий ментол лист образца № 5 получали способом, аналогичным способу

примера 1, за исключением того, что суспензию сушили в условиях сушки горячим воздухом, описанных в таблице 2 ниже, и измеряли содержание влаги и содержание ментола. Результаты показаны в таблице 2.

Таблица 2

Образец №	5
Условия сушки горячим воздухом	
Первая камера	120°C • 4 мин [Инжектор для перевода в «плавающее состояние» 20 м/с]
Вторая камера	70°C • 4 мин [Инжектор 20 м/с]
Третья камера	70°C • 4 мин [Инжектор 10 м/с]

Скорость ленты	0,6 м/мин
Содержание влаги	3,1%
Первоначальное содержание ментола	72,7%
Содержание ментола после хранения	58,5%
Процент сохранения ароматизатора	80%

В образце № 5 объем горячего воздуха увеличивали по сравнению с объемами образцов № 1-4. В первой камере горячий воздух продували над содержащим ментол листом, который подавали в «плавающем состоянии» восходящей и нисходящей вентиляцией. Во второй и третьей камерах горячий воздух продували над содержащим ментол листом, который подавали на ленте вентиляции.

В образце № 5 первоначальную сушку (в первой камере) проводили горячим воздухом при высокой температуре (120°C) в течение 4 минут и последующую сушку (во второй и третьей камерах) проводили горячим воздухом при низкой температуре (70°C) в течение 8 минут. В образце № 5 в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 3,1%) можно получить для суммарной продолжительности сушки 12 минут. "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 72,7%, и "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 30 дней) в форсированных условиях составляло вплоть до 58,5%. Таким образом, и способность сохранять ароматизатор после получения листа и способность сохранять ароматизатор после хранения были превосходными. Результаты показывают, что можно получить лист, обладающий превосходной способностью сохранять ароматизатор за относительно короткий период времени, если применять первоначальную высокотемпературную сушку и последующую низкотемпературную сушку.

[Пример 3]

Содержащие ментол листы образцов № 6 и 7 получали способом, аналогичным способу примера 1, за исключением того, что суспензию сушили, применяя сушилку горячим воздухом, содержащую четыре камеры сушильного отделения в условиях сушки горячим воздухом, описанных в таблице 3 ниже, и измеряли содержание влаги и содержание ментола. Результаты показаны в таблице 3.

Таблица 3

Образец №	6	7
Условия сушки горячим воздухом		
Первая камера	110°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/сек]	100°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/с]
Вторая камера	100°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/сек]	100°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/с]
Третья камера	100°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/сек]	100°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/с]
Четвертая камера	80°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/сек]	100°C • 2,2 мин [Инжектор, 10 м/с]

Скорость ленты	0,9 м/мин	0,9 м/мин
Содержание влаги	5%	4,9%
Первоначальное содержание ментола	63,5%	61,9%
Содержание ментола после хранения	59,9% (через 30 дней)	60,8% (через 30 дней)
Процент сохранения ароматизатора	94%	98%

В образцах № 6 и 7 содержащие ментол листы получали, применяя сушилку горячим воздухом, имеющую четыре камеры сушильного отделения.

В образце № 6 первоначальную сушку (в первой-третьей камерах) проводили горячим воздухом при высокой температуре ($110^{\circ}\text{C} \rightarrow 100^{\circ}\text{C}$) в течение 6,6 минут, и последующую сушку (в четвертой камере) проводили горячим воздухом при низкой температуре (80°C) в течение 2,2 минут. В образце № 6 в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 5%) можно получить для суммарной продолжительности сушки 8,8 минут. "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 63,5%, и "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 30 дней) в форсированных условиях составляло вплоть до 59,9%. Таким образом, и способность сохранять ароматизатор после получения листа и способность сохранять ароматизатор после хранения были превосходными. Результаты показывают, что можно получить лист, обладающий превосходной способностью сохранять ароматизатор за относительно короткий период времени, применяя первоначальную высокотемпературную сушку и последующую низкотемпературную сушку, хотя температуру горячего воздуха впоследствии снижают с 110°C до 100°C в процессе первоначальной сушки.

В образце № 7 температуру горячего воздуха устанавливали на 100°C в течение всего периода стадии сушки, независимо от первоначальной сушки и последующей сушки.

В образце № 7 последующую сушку при низкой температуре не применяли, но предполагается, что температура образца не становится слишком высокой в процессе сушки суспензии из-за наличия влаги в образце, аналогично образцам № 4-6. Конкретно, в образце № 7 в достаточной степени высушенный образец (содержание влаги: 4,9%) можно получить для суммарной продолжительности сушки 8,8 минут. "Первоначальное содержание ментола" после получения листа составляло вплоть до 61,9%, и "содержание ментола после хранения" после хранения (в течение 30 дней) в форсированных условиях составляло вплоть до 60,8%. Таким образом, и способность сохранять ароматизатор после получения листа и способность сохранять ароматизатор после хранения были превосходными. Результаты показывают, что можно получить лист, обладающий превосходной способностью сохранять ароматизатор за относительно короткий период времени, аналогично случаям образцов № 4-6, хотя применяли ту же температуру горячего воздуха (100°C) в течение всего периода стадии сушки.

[Пример 4]

В данном примере исследовали чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель полисахаридного раствора (суспензии).

Вода 0,1 л

Геллановая камедь (KELCOGEL, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 5 г

Воду (0,1 л) выдерживали при 70°C , и геллановую камедь (5 г) добавляли и растворяли в ней небольшими порциями так, чтобы не образовывались комки при перемешивании ее, применяя высокоэффективный смеситель DMM (ATEC Japan Co., Ltd.), и получали полисахаридный раствор (суспензию).

Температуру полученной суспензии (70°C) понижали до 25°C в течение приблизительно 900 секунд ($0,05^{\circ}\text{C}/\text{с}$). Затем, температуру повышали до 70°C в течение

приблизительно 900 секунд. Фигуры 2А и 2В показывают, как вязкость (текучесть) суспензии изменялась с изменением температуры.

Как показано на фигуре 2А, если температуру суспензии уменьшали до 25°C (охлаждение), вязкость была низкой вплоть до температуры 50°C (текучесть была высокой). Однако, вязкость неожиданно увеличивалась при 40°C или меньше (эффект гелеобразования). Если повышали температуру полученного геля, гель нелегко возвращался в коллоидное состояние, даже если температура превышала температуру гелеобразования (40°C), как показано на фигуре 2В. Таким образом, гелеобразное состояние сохранялось вплоть до весьма высокой температуры.

Результат показывает, что когда суспензию, содержащую полисахарид, охлаждают и образуется гель, суспензию трудно вернуть в коллоидное состояние, даже если впоследствии повышали температуру и, таким образом, можно сохранять гелеобразное состояние. Приведенное выше свойство полисахарида применяют в настоящем изобретении, и предварительное охлаждение проводят перед сушкой суспензии сырого материала. Как результат, ожидают, что полисахарид, содержащийся в суспензии сырого материала после предварительного охлаждения, трудно превратить в золь, даже если температуру повышали во время сушки, и ментол, покрытый полисахаридом, трудно испаряется.

[Пример 5]

В данном примере листы образцов № 1-7 получали, как описано в примерах 1-3, и температуру образцов измеряли в процессе стадии сушки. Относительно условий сушки горячим воздухом образцов № 1-7, можно сослаться на таблицы 1-3.

Измерение температуры образца проводили прямым измерением каждого образца (суспензии) в середине стадии сушки, применяя бесконтактный термометр (PT-7LD, полученный OPTEX CO., LTD).

Результаты измерений образцов № 1-7 показаны на фигурах 3А-3Г, соответственно. На фигурах 3А-3Г термин "охлаждение" обозначает образец, полученный продувкой холодного воздуха (10°C) над суспензией перед стадией сушки и охлаждением до приблизительно 20°C, тогда как термин "без охлаждения" обозначает образец, полученный поливом суспензии и немедленной сушкой ее без проведения охлаждения. Результаты фигур 3А-3Г показывают, что охлаждение суспензии не влияет на температуру каждого образца в процессе стадии сушки.

В образце № 1 применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 70°C в течение 4 минут, при температуре горячего воздуха 80°C в течение 4 минут и при температуре горячего воздуха 120°C в течение 4 минут. Температура образца повышалась после повышения температуры горячего воздуха. Наконец, она превышала 100°C и достигала приблизительно 120°C (фигура 3А). Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 1 составляло только 13,6% (таблица 1). Предполагается, что внутренняя структура листа разрушается при высокой температуре образца и, таким образом, снижается содержание ментола после хранения.

В образце № 2 применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 120°C в течение 2 минут, при температуре горячего воздуха 130°C в течение 2 минут и при температуре горячего воздуха 176°C в течение 2 минут. Температура образца повышалась после повышения температуры горячего воздуха. Наконец, она превышала 100°C и достигала приблизительно 140°C (фигура 3В). Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 2 составляло только 29,2% (таблица 1). Предполагается, что внутренняя структура листа разрушается

при высокой температуре образца и, таким образом, снижается содержание ментола после хранения.

В образце № 3 применяли сушку горячим воздухом при температуре горячего воздуха 70°C в течение 60 минут в качестве условий сушки горячим воздухом. Фигура 3C показывает температуру образца с начала сушки до 14 минут после сушки. Температура образца не превышала 70°C в течение продолжительности всей сушки. Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 3 составляло вплоть до 59,2% (таблица 1). Предполагается, что лист образца № 3 не достигал высокой температуры в течение продолжительности всей сушки и, таким образом, высокое содержание ментола можно сохранять после хранения в форсированных условиях. Однако лист образца № 3 сушили при температуре образца, меньшей чем 70°C и, таким образом, для сушки было необходимо 60 минут.

В образце № 4 применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 120°C в течение 5 минут и при температуре горячего воздуха 70°C в течение 2,5 минут. Температура образца достигала вплоть до 95°C при температуре горячего воздуха 120°C и снижалась до 72°C при температуре горячего воздуха 70°C (фигура 3D). Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 4 составляло вплоть до 62,4% (таблица 1). Предполагается, что лист образца № 4 выдерживали при температуре образца, меньшей чем температуры образцов № 1 и 2 в течение продолжительности всей сушки и, таким образом, высокое содержание ментола можно сохранять после хранения в форсированных условиях.

В образце № 5 применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 120°C в течение 4 минут и при температуре горячего воздуха 70°C в течение 8 минут. Температура образца достигала вплоть до 95°C при температуре горячего воздуха 120°C и снижалась до 70°C при температуре горячего воздуха 70°C (фигура 3E). Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 5 составляло вплоть до 58,5% (таблица 2). Предполагается, что лист образца № 5 выдерживали при температуре образца, меньшей чем температуры образцов № 1 и 2 в течение продолжительности всей сушки и, таким образом, высокое содержание ментола можно сохранять после хранения в форсированных условиях.

В образце № 6 применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,2 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 4,4 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,2 минут. Температуру образца поддерживали в диапазоне приблизительно 80-90°C (фигура 3F). Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 6 составляло вплоть до 59,9% (таблица 3). Предполагается, что лист образца № 6 выдерживали при температуре образца, меньшей чем температуры образцов № 1 и 2 в течение продолжительности всей сушки и, таким образом, можно сохранять высокое содержание ментола после хранения в форсированных условиях.

В образце № 7 сушку горячим воздухом при температуре горячего воздуха 100°C в течение 8,8 минут применяли в качестве условий сушки горячим воздухом. Температуру образца поддерживали в диапазоне приблизительно 80-90°C (фигура 3G). Как показано, "содержание ментола после хранения" листа образца № 7 составляло вплоть до 60,8% (таблица 3). Предполагается, что лист образца № 7 выдерживали при температуре образца, меньшей чем температуры образцов № 1 и 2 в течение продолжительности всей сушки и, таким образом, можно сохранять высокое содержание ментола после хранения в форсированных условиях.

Приведенные выше результаты показывают, что если суспензию сушат при

температуре образца, которая не превышает 100°C в течение продолжительности всей сушки, то можно сохранять высокое "содержание ментола после хранения". Кроме того, обнаружено, что если суспензию сушат при температуре образца 70-100°C в течение продолжительности всей сушки (за исключением периода в течение

5 приблизительно 1 минуты при начале сушки), то можно получить содержащий ментол лист за более короткое время.

[Пример 6]

В данном примере показано, что охлаждение суспензии перед стадией сушки влияет на "содержание ментола после хранения" содержащих ментол листов. Конкретно, листы

10 образцов № 1-7 получали, как описано в примерах 1-3. В каждом из листов образцов № 1-7 "содержание ментола после хранения" листа, полученного охлаждением суспензии, сравнивали с "содержанием ментола после хранения" листа, полученного без охлаждения суспензии. Как описано в примере 1, каждый лист хранили в термостате, установленном на 50°C, в течение 7, 14 и 30 дней.

Результаты измерений образцов № 1-3 показаны на фигуре 4А и результаты измерений образцов № 4-7 показаны на фигуре. 4В. На фигурах 4А и 4В термин "охлаждение" обозначает образец, полученный продуванием холодного воздуха (10°C) над суспензией перед стадией сушки и охлаждением до приблизительно 20°C, тогда как термин "без

15 охлаждения" обозначает образец, полученный поливом суспензии и немедленной сушкой ее без проведения охлаждения. В образцах "без охлаждения", температура суспензии была не меньшей чем 50°C в процессе полива и сушки суспензии.

Данные "охлаждения" на фигурах 4А и 4В являются такими же, как данные на фигуре 1.

В листах образцов № 1 и 2 содержание ментола после хранения в течение 30 дней было низким, не достигая 30%, независимо от присутствия или отсутствия охлаждения.

25 В листах образца № 3 содержание ментола после хранения в течение 30 дней было большим чем 50%, независимо от присутствия или отсутствия охлаждения. Однако продолжительность сушки 60 минут была необходима для получения листа образца № 3.

В листах образца № 4 содержание ментола после хранения в течение 30 дней уменьшалось до 18% в случае "без охлаждения", тогда как содержание ментола после хранения в течение 30 дней сохранялось равным 62% в случае "охлаждения".

30 В листах образца № 5 содержание ментола после хранения в течение 30 дней уменьшалось до 20% в случае "без охлаждения", тогда как содержание ментола после хранения в течение 30 дней сохранялось равным 59% в случае "охлаждения".

В листах образца № 6 содержание ментола после хранения в течение 30 дней уменьшалось до 20% в случае "без охлаждения", тогда как содержание ментола после хранения в течение 30 дней сохранялось равным 60% в случае "охлаждения".

35 В листах образца № 7 содержание ментола после хранения в течение 30 дней уменьшалось до 12% в случае "без охлаждения", тогда как содержание ментола после хранения в течение 30 дней сохранялось равным 61% в случае "охлаждения".

Приведенные выше результаты показывают, что когда суспензию сырого материала один раз охлаждают и сушат при температуре образца 70-100°C, получая содержащий ментол лист, можно получить лист за более короткое время и сохранять высокое

45 содержание ментола после хранения.

[Пример 7]

В данном примере исследовали взаимосвязь между охлаждающей температурой суспензии и "первоначальным содержанием ментола" содержащих ментол листов.

Конкретно, для листа образца № 6, описанного в примере 3, охлаждающую температуру суспензии изменяли на 20°C, 30°C, 40°C, 50°C и 60°C, и получали различные листы. Измеряли содержание ментола листа непосредственно после получения, т.е., "первоначальное содержание ментола".

Результаты измерений показаны на фигуре 5. Из результатов фигуры 5, наблюдали, что содержание ментола листа увеличивается по мере снижения охлаждающей температуры. Конкретно, листы показывали следующее первоначальное содержание ментола: 64% при охлаждающей температуре 20°C, 61% при охлаждающей температуре 30°C, 57% при охлаждающей температуре 40°C, 52% при охлаждающей температуре 50°C и 43% при охлаждающей температуре 60°C.

В примере 4, описано выше, показано, что суспензия образует гель при охлаждающей температуре 40°C или меньше, и что когда суспензию, содержащую полисахарид, охлаждали и образовывался гель, суспензию было трудно вернуть в коллоидное состояние, даже если температуру впоследствии повышали. Кроме того, общеизвестно, что если температура эмульсии является меньшей чем 0°C, эмульсия замерзает и разрушается.

На основании данных результатов обнаружили, что температуры охлаждения, предпочтительно, составляют 0-40°C, более предпочтительно, 0-30°C.

[Пример 8]

В данном примере исследовали взаимосвязь между содержанием влаги содержащих ментол листов и процентом сохранения ментолового ароматизатора. Конкретно, для листа образца № 6, описанного в примере 3, суммарную продолжительность сушки суспензии изменяли на 8,16 минут, 7,92 минут, 7,64 минут, 7,44 минут и 7,08 минут увеличением скорости подачи ленты в установке для сушки горячим воздухом и получали листы, имеющие различное содержание влаги. Содержание влаги полученных листов измеряли. Условия получения и содержание влаги листов показаны в таблице 4 ниже.

Таблица 4					
Образец №	8-1	8-2	8-3	8-4	8-5
Скорость подачи ленты	1,13 м/мин	1,07 м/мин	1,04 м/мин	1,01 м/мин	0,98 м/мин
Суммарная продолжительность сушки	7,08 мин	7,44 мин	7,64 мин	7,92 мин	8,16 мин
Содержание влаги после сушки	22,6% по весу	14,6% по весу	11,2% по весу	8,6% по весу	6,1% по весу

Полученные листы хранили в термостате, установленном на 50°C, в течение 30 дней, как описано в примере 1. Содержание ментола измеряли для листов непосредственно после получения и листов после хранения. Результаты измерений показаны в таблице 5 ниже как "первоначальное содержание ментола" и "содержание ментола листов непосредственно после получения". Процент сохранения ментолового ароматизатора рассчитывали из величин содержания ментола, применяя уравнение ниже.

Процент сохранения ментолового ароматизатора (%) = $\{(\text{содержание ментола после хранения})/(\text{первоначальное содержание ментола})\} \times 100$

Результаты показаны на фигуре 6 как "форсированное хранение непосредственно после получения".

Кроме того, листы оставляли на 2 месяца после получения, и их хранили в термостате, установленном на 50°C, в течение 30 дней, как описано в примере 1. Содержание ментола измеряли для листов непосредственно после получения и листов после хранения. Результаты измерений показаны в таблице 5 ниже как "первоначальное содержание ментола" и "содержание ментола листов, хранимых в течение 2 месяцев после получения".

Процент сохранения ментолового ароматизатора рассчитывали приведенным выше уравнением. Результаты показаны на фигуре 6 как "форсированное хранение через 2 месяца после получения".

Таблица 5					
Образец №	8-1	8-2	8-3	8-4	8-5
Содержание влаги после сушки	22,6% по весу	14,6% по весу	11,2% по весу	8,6% по весу	6,1% по весу
Первоначальное содержание ментола	51,0%	56,5%	59,5%	62,2%	61,0%
Содержание ментола хранящихся листов немедленно после получения	3,0%	35,6%	51,9%	56,3%	56,8%
Содержание ментола хранящихся листов через 2 месяца после получения	3,9%	4,4%	18,1%	50,2%	56,8%

Содержание ментола листов непосредственно после получения составляло приблизительно 50-60% во всех случаях образцов № 8-1 - 8-5.

В экспериментах, в которых листья непосредственно после получения хранили в форсированных условиях, показали следующие результаты: лист (образец № 8-5), имеющий содержание влаги приблизительно 6%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 93%, лист (образец № 8-4), имеющий содержание влаги приблизительно 9%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 90%, лист (образец № 8-3), имеющий содержание влаги приблизительно 11%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 87%, лист (образец № 8-2), имеющий содержание влаги приблизительно 15%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 63%, и лист (образец № 8-1), имеющий содержание влаги приблизительно 23%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 6%.

В экспериментах, в которых листья после получения хранили в форсированных условиях через 2 месяца после получения, показали следующие результаты: лист (образец № 8-5), имеющий содержание влаги приблизительно 6%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 95%, лист (образец № 8-4), имеющий содержание влаги приблизительно 9%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 87%, лист (образец № 8-3), имеющий содержание влаги приблизительно 11%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 32%, лист (образец № 8-2), имеющий содержание влаги приблизительно 15%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 8%, и лист (образец № 8-1), имеющий содержание влаги приблизительно 23%, имел процент сохранения ментолового ароматизатора 8%.

Данные результаты показывают, что если содержание влаги листа становится высоким, процент сохранения ментолового ароматизатора неожиданно снижается и, таким образом, лист предпочтительно сушить так, чтобы содержание влаги листа было меньшим чем 10%, предпочтительно 9% или меньше. В частности, обнаружено, что даже если лист через 2 месяца после получения дополнительно хранить в форсированных условиях, можно сохранять высокий процент сохранения ментолового ароматизатора снижением содержания влаги листа до приблизительно 9% или меньше.

Когда содержание влаги листа снижается до меньше чем 3%, процент сохранения ментолового ароматизатора является превосходным. Однако в данном случае наблюдается "образование трещин" или "расслоение" на листе. Таким образом, содержание влаги листа после сушки предпочтительно составляет 3% или более.

[Пример 9]

В данном примере, исследовали влияние типа полисахарида на содержание ментола после хранения содержащих ментол листов. В качестве полисахарида применяли каррагинан, геллановую камедь, пектин и конджак-глюкоманнан.

9-1. Способ (чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель)

В данном эксперименте исследовали чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель каждого водного раствора полисахарида.

(1) Водный раствор каррагинана

вода 0,1 л

к-каррагинан (CARRAGEENAN CS-530/San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 5 г

(2) Водный раствор геллановой камеди

Как описано в примере 4.

(3) Водный раствор пектина

вода 0,1 л

пектин (для химического применения, полученный из цитрусовых, Wako Pure 15 Chemical Industries, Ltd.) 3 г

(4) Водный раствор конджак-глюкоманнана

вода 0,1 л

конджак-глюкоманнан (Konjak raw material commerce & industry cooperative society in Gunma prefecture) 1 г

Водный раствор полисахарида, имеющий приведенный выше состав, получали согласно способу примера 4.

Температуру водного раствора полисахарида уменьшали до 25°C в течение приблизительно 900 секунд. Затем, температуру повышали в течение приблизительно 900 секунд. Изменения вязкости (текучести) водного раствора полисахарида после понижения и повышения температуры измеряли реометром (RheoStress 1, полученный Thermo-Нааке). Результаты водного раствора каррагинана показаны на фигурах 7А и 7В, результаты водного раствора геллановой камеди показаны на фигурах 2А и 2В, результаты водного раствора пектина показаны на фигурах 7Г и 7Н, и результаты водного раствора конджак-глюкоманнана показаны на фигурах 7К и 7Л.

9-2. Результаты (чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель)

Как показано на фигуре 7А, если температуру водного раствора каррагинана уменьшали до 25°C, вязкость становилась низкой (приблизительно 1000 мПа•с или меньше) вплоть до температуры приблизительно 50°C, которая представляла собой температуру перехода золя в гель. Однако вязкость неожиданно увеличивалась при температуре, меньшей температуры перехода, и вязкость достигала 10000000 мПа•с (гелеобразование). Как показано на фигуре 7В, если температуру полученного геля повышали, гель нелегко возвращался в коллоидное состояние, даже если его грели при температуре, превышающей температуру перехода. Таким образом, можно сохранять гелеобразное состояние.

Как показано на фигурах 2А и 2В, при охлаждении водного раствора геллановой камеди и образовании геля, его трудно вернуть в коллоидное состояние, даже если его греть при температуре, превышающей температуру перехода впоследствии. Таким образом, можно сохранять гелеобразное состояние (смотри пример 4).

Как описано выше, водный раствор каррагинана и водный раствор геллановой камеди обладает "чувствительными к температуре характеристиками перехода золя в гель".

С другой стороны, водный раствор пектина не обладал "чувствительными к температуре характеристиками перехода золя в гель", как показано на фигурах 7Г и 7Н.

Кроме того, водный раствор конджак-глюкоманнана не обладал "чувствительными к температуре характеристиками перехода золя в гель", как показано на фигурах 7К и

7L.

9-3. Способ (получение листа)

В данном эксперименте содержащие ментол листы получали, применяя каждый из водных растворов полисахарида, и температуру образцов измеряли в процессе стадии термосушки.

Получение листа проводили согласно тому же способу, как в примере 1.

(1) Получение содержащего каррагинан листа

Вода 10 л

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

5% водный раствор лецитина (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 200 мл

Ментол (Takasago International Corporation.) 2500 г

500 г (5 частей по весу) κ-каррагинана добавляли к 10 л (100 частей по весу) воды (нагретой и выдерживаемой при 80°C) и растворяли в ней небольшими порциями так, чтобы не образовывались комки (требуемое время: приблизительно 20 минут), при перемешивании их смесителем (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженным ротором для перемешивания раствора/2000 об/мин). Добавляли при той же температуре 2500 г (25 частей по весу) l-ментола. Мешалку с вращающимися лопатками заменяли на гомогенизатор (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/ снабженный головкой типа ротор-статор/4000 об/мин), и смесь эмульгировали в течение 10 минут. Затем, добавляли к ней 200 мл (2 частей по весу) 5% водного раствора лецитина, и их перемешивали. Ментол диспергировали в водном растворе каррагинана.

Диспергированную суспензию поливали на субстрат (PET пленка, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) так, чтобы получить толщину 1 мм (влажное состояние). Затем, суспензию охлаждали до приблизительно 20°C, применяя холодный воздух с температурой приблизительно 10°C, генерируемый местным охладителем (Suiden SS-25DD-1).

Затем, охлажденную суспензию подвергали сухому формованию, применяя сушилку горячим воздухом согласно тому же способу, как в примере 1 так, чтобы получить содержание влаги приблизительно 6%, и посредством этого получали содержащий каррагинан лист. Содержание влаги измеряли GC-TCD (смотри пример 1). Применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 3 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 6 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 3 минут (суммарная продолжительность сушки: 12 минут).

Контрольный лист (без охлаждения) получали сухим формованием политой суспензии без проведения охлаждения. Условия сушки горячим воздухом контрольного листа были следующими: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,5 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 5 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,5 минут (суммарная продолжительность сушки: 10 минут).

Измерение температуры образца проводили, применяя бесконтактный термометр, способом, аналогичным способу примера 5. Фигура 7C показывает изменение температуры образца в процессе стадии сушки. На фигуре 7C "охлаждение" представляет собой образец, который охлаждали до приблизительно 20°C продуванием холодного воздуха (10°C) над ним перед стадией сушки, тогда как "без охлаждения" представляет собой образец, который сушили непосредственно после полива суспензии без проведения охлаждения. Фигура 7C показывает, что охлаждение суспензии не влияет на температуру каждого образца в процессе стадии сушки.

(2) Получение содержащего геллановую камедь листа

Вода 10 л

Геллановая камедь (KELCOGEL, San-Ei Gen F.F.I., Inc.) 300 г

5% водный раствор лецитина (SUN LECITHIN A-I, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 120 мл

ментол (Takasago International Corporation.) 1500 г

300 г (3 части по весу) геллановой камеди добавляли к 10 л (100 частей по весу) воды (нагретой и выдерживаемой при 80°C) и растворяли в ней небольшими порциями так, чтобы не образовывались комки (требуемое время: приблизительно 20 минут), при перемешивании их смесителем (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженным ротором для перемешивания раствора/2000 об/мин). Добавляли при той же температуре 1500 г (15 частей по весу) l-ментола. Мешалку с вращающимися лопатками заменяли на гомогенизатор (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженный головкой типа ротор-статор/4000 об/мин), и смесь эмульгировали в течение 10 минут. Затем, добавляли к ней 120 мл (1,2 части по весу) 5% водного раствора лецитина, и их перемешивали. Ментол диспергировали в водном растворе геллановой камеди.

Диспергированную суспензию поливали на субстрат (PET пленка, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) так, чтобы получить толщину 1 мм (влажное состояние). Затем, суспензию охлаждали до приблизительно 20°C, применяя холодный воздух с температурой приблизительно 10°C, генерируемый местным охладителем (Suiden SS-25DD-1).

Затем, охлажденную суспензию подвергали сухому формованию, применяя сушилку горячим воздухом согласно тому же способу, как в примере 1 так, чтобы получить содержание влаги приблизительно 6%, и посредством этого получали содержащий геллановую камедь лист. Содержание влаги измеряли GC-TCD (смотри пример 1). Применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,8 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 5,5 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,8 минут (суммарная продолжительность сушки: 11 минут).

Контрольный лист (без охлаждения) получали сухим формованием политой суспензии без проведения охлаждения. Условия сушки горячим воздухом контрольного листа были следующими: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,3 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 4,5 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,3 минут (суммарная продолжительность сушки: 9 минут).

Измерение температуры образца проводили, применяя бесконтактный термометр, способом, аналогичным способу примера 5. Фигура 7Е показывает изменение температуры образца в процессе стадии сушки. На фигуре 7Е "охлаждение" представляет собой образец, который охлаждали до приблизительно 20°C продуванием холодного воздуха (10°C) над ним перед стадией сушки, тогда как "без охлаждения" представляет собой образец, который сушили непосредственно после полива суспензии без проведения охлаждения. Фигура 7Е показывает, что охлаждение суспензии не влияет на температуру каждого образца в процессе стадии сушки.

(3) Получение содержащего пектин листа

вода 10 л

пектин (химическое применение, полученный из цитрусовых, Wako Pure Chemical Industries, Ltd.) 300 г

5% водный раствор лецитина (SUN LECITHIN A-I, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 120 мл

Ментол (Takasago International Corporation.) 1500 г

300 г (3 части по весу) пектина добавляли к 10 л (100 частей по весу) воды (нагретой и выдерживаемой при 80°C) и растворяли в ней небольшими порциями так, чтобы не

образовывались комки (требуемое время: приблизительно 20 минут), при перемешивании их смесителем (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженным ротором для перемешивания раствора/2000 об/мин). Добавляли при той же температуре 1500 г (15 частей по весу) I-ментола. Мешалку с вращающимися лопатками заменяли на
 5 гомогенизатор (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженный головкой типа ротор-статор/4000 об/мин), и смесь эмульгировали в течение 10 минут. Затем, добавляли к ней 120 мл (1,2 части по весу) 5% водного раствора лецитина, и их перемешивали. Ментол диспергировали в водном растворе пектина.

Диспергированную суспензию поливали на субстрат (PET пленка, FE2001, FUTAMURA
 10 CHEMICAL CO., LTD.) так, чтобы получить толщину 1 мм (влажное состояние). Затем, суспензию охлаждали до приблизительно 20°C, применяя холодный воздух с температурой приблизительно 10°C, генерируемый местным охладителем (Suiden SS-25DD-1).

Затем, охлажденную суспензию подвергали сухому формованию, применяя сушилку
 15 горячим воздухом согласно тому же способу, как в примере 1 так, чтобы получить содержание влаги приблизительно 6%, и посредством этого получали содержащий пектин лист. Содержание влаги измеряли GC-TCD (смотри пример 1). Применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,8 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 5,5 минут и при
 20 температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,8 минут (суммарная продолжительность сушки: 11 минут).

Контрольный лист (без охлаждения) получали сухим формованием политой суспензии без проведения охлаждения. Условия сушки горячим воздухом контрольного листа были следующими: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,5 минут, при
 25 температуре горячего воздуха 100°C в течение 5 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,5 минут (суммарная продолжительность сушки: 10 минут).

Измерение температуры образца проводили, применяя бесконтактный термометр, способом, аналогичным способу примера 5. Фигура 7I показывает изменение температуры образца в процессе стадии сушки. На фигуре 7I "охлаждение" представляет
 30 собой образец, который охлаждали до приблизительно 20°C продуванием холодного воздуха (10°C) над ним перед стадией сушки, тогда как "без охлаждения" представляет собой образец, который сушили непосредственно после полива суспензии без проведения охлаждения. Фигура 7I показывает, что охлаждение суспензии не влияет на температуру каждого образца в процессе стадии сушки.

35 (4) Получение содержащего конджак-глюкоманнан листа

Вода 10 л

конджак-глюкоманнан (Konjak raw material commerce & industry cooperative society in
 Gunma prefecture) 100 г

5% водный раствор лецитина (SUN LECITHIN A-1, Taiyo Kagaku Co., Ltd.) 40 мл

40 ментол (Takasago International Corporation.) 500 г

100 г (1 часть по весу) конджак-глюкоманнана добавляли к 10 л (100 частей по весу) воды (нагретой и выдерживаемой при 80°C) и растворяли в ней небольшими порциями так, чтобы не образовывались комки (требуемое время: приблизительно 20 минут), при перемешивании их смесителем (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/снабженным
 45 ротором для перемешивания раствора/2000 об/мин). Добавляли при той же температуре 500 г (5 частей по весу) I-ментола. Мешалку с вращающимися лопатками заменяли на гомогенизатор (PRIMIX T.K. AUTO MIXER Model 40/ снабженный головкой типа ротор-статор/4000 об/мин), и смесь эмульгировали в течение 10 минут. Затем, добавляли к

ней 40 мл (0,4 части по весу) 5% водного раствора лецитина, и их перемешивали. Ментол диспергировали в водном растворе конджак-глюкоманнан.

Диспергированную суспензию поливали на субстрат (PET пленка, FE2001, FUTAMURA CHEMICAL CO., LTD.) так, чтобы получить толщину 1 мм (влажное состояние). Затем, суспензию охлаждали до приблизительно 20°C, применяя холодный воздух с температурой приблизительно 10°C, генерируемый местным охладителем (Suiden SS-25DD-1).

Затем, охлажденную суспензию подвергали сухому формованию, применяя сушилку горячим воздухом согласно тому же способу, как в примере 1 так, чтобы получить содержание влаги приблизительно 6%, и посредством этого получали содержащий конджак-глюкоманнан лист. Содержание влаги измеряли GC-TCD (смотри пример 1). Применяли следующие условия сушки горячим воздухом: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 3 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 6 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 3 минут (суммарная продолжительность сушки: 12 минут).

Контрольный лист (без охлаждения) получали сухим формованием политой суспензии без проведения охлаждения. Условия сушки горячим воздухом контрольного листа были следующими: при температуре горячего воздуха 110°C в течение 2,5 минут, при температуре горячего воздуха 100°C в течение 5 минут и при температуре горячего воздуха 80°C в течение 2,5 минут (суммарная продолжительность сушки: 10 минут).

Измерение температуры образца проводили, применяя бесконтактный термометр, способом, аналогичным способу примера 5. Фигура 7М показывает изменение температуры образца в процессе стадии сушки. На фигуре 7М "охлаждение" представляет собой образец, который охлаждали до приблизительно 20°C продуванием холодного воздуха (10°C) над ним перед стадией сушки, тогда как "без охлаждения" представляет собой образец, который сушили непосредственно после полива суспензии без проведения охлаждения. Фигура 7М показывает, что охлаждение суспензии не влияет на температуру каждого образца в процессе стадии сушки.

9-4. Способ (измерение содержания ментола)

Измеряли содержание ментола листа непосредственно после получение (первоначальное содержание ментола) и содержание ментола листа, хранимого в форсированных условиях (содержание ментола после хранения). Форсированные условия были, как описано в примере 1. Измерение содержания ментола проводили согласно тому же способу, как в примере 1. Результаты для содержащего каррагинан листа показаны на фигуре 7D, результаты для содержащего геллановую камедь листа показаны на фигуре 7F, результаты для содержащего пектин листа показаны на фигуре 7J и результаты для содержащего конджак-глюкоманнан листа показаны на фигуре 7N.

9-5. Результаты (содержание ментола)

В случае содержащего каррагинан листа, как показано на фигуре 7D, когда суспензию охлаждали перед стадией сушки, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 80% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло 60% по весу или более (процент сохранения ментолового ароматизатора=приблизительно 80%). С другой стороны, когда суспензию не охлаждали перед стадией сушки, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 80% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло приблизительно 45% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=приблизительно 60%).

В случае содержащего геллановую камедь листа, как показано на фигуре 7F, когда

суспензию охлаждали перед стадией сушки, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 70% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло приблизительно 65% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=приблизительно 90% или более). С другой стороны, когда суспензия не охлаждали перед стадией сушки, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 55% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло приблизительно 35% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=приблизительно 65%).

В случае содержащего пектин листа, как показано на фигуре 7J, независимо от того, охлаждали суспензию или нет перед стадией сушки, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 60% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло приблизительно 30% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=от приблизительно 55% до приблизительно 65%).

В случае содержащего конджак-глюкоманнан листа, как показано на фигуре 7N, независимо от того, охлаждали суспензию или нет перед стадией сушки, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 30% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло приблизительно 15% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=приблизительно 50%).

Приведенные выше результаты показывают, что когда каррагинан или геллановую камедь применяют в качестве полисахарида, и суспензию охлаждают перед стадией сушки, и затем сушат, полученный лист имеет высокое содержание ментола и высокий выход ментола, и также сохраняет высокое содержание ментола после хранения.

Следовательно, в следующих примерах, каррагинан или геллановую камедь применяли в качестве полисахарида, и суспензию охлаждали перед стадией сушки, и затем сушили.

[Пример 10]

В данном примере, исследовали влияние концентрации полисахарида на содержание ментола после хранения содержащих ментол листов.

10-1. Способ (чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель)
В данном эксперименте исследовали чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель суспензий сырого материала (раствор для получения листа), содержащих полисахарид при различных концентрациях. В качестве полисахарида применяли 1 часть по весу (1%), 2 части по весу (2%), 3 части по весу (3%), 5 частей по весу (5%) и 7 частей по весу (7%) каррагинана относительно воды (100 частей по весу). Кроме того, применяли 1 часть по весу (1%), 2 части по весу (2%), 3 части по весу (3%), 5 частей по весу (5%) и 7 частей по весу (7%) геллановой камеди относительно воды (100 частей по весу). В следующем описании и на фигурах 8A-8F концентрация полисахарида представлена в процентах по весу (%) относительно воды.

Суспензии сырого материала, содержащие каррагинан, и суспензии сырого материала, содержащие геллановую камедь, получали согласно описанию колонки 9-3 примера 9. В зависимости от концентраций полисахарида, ментол добавляли в 5-кратном количестве относительно полисахарида (весовое соотношение), и 5% водный раствор лецитина добавляли в количестве две пятых относительно полисахарида (весовое соотношение).

Температуру суспензий сырого материала, содержащих полисахариды при различных концентрациях, уменьшали с 70°C до 25°C в течение приблизительно 900 секунд. Затем, температуру повышали до 70°C в течение приблизительно 900 секунд. Изменения вязкости (текучести) суспензий после понижения и повышения температуры измеряли реометром (RheoStress 1, полученным Thermo-Haake). Результаты для содержащей

каррагинан суспензии показаны на фигурах 8А и 8В, и результаты содержащей геллановую камедь суспензии показаны на фигурах 8D и 8E.

10-2. Результаты (чувствительные к температуре характеристики перехода золя в гель)

5 Как показано на фигурах 8А и 8В, в случае суспензии сырого материала, содержащей 1% по весу каррагинана, даже если суспензию охлаждали до 25°C, она была желатинизированной не в достаточной степени. Когда температуру данного сырого материала увеличивали впоследствии, было трудно поддерживать гелеобразное состояние. В случае суспензии сырого материала, содержащей 7% по весу каррагинана, 10 вязкость увеличивалась на ранней стадии процесса понижения температуры (с 70 до 60°C), и было трудно поддерживать коллоидное состояние. Соответственно, было сложно диспергировать ментол во время получения данной суспензии сырого материала.

Следовательно, предпочтительно, чтобы каррагинан содержался в суспензии сырого материала при концентрации 2-5% по весу.

15 Как показано на фигурах 8D и 8E, в случае суспензии сырого материала, содержащей 1% по весу геллановой камеди, даже если суспензию охлаждали до 25°C, она была желатинизированной в недостаточной степени. Когда температуру данного сырого материала увеличивали впоследствии, было трудно поддерживать гелеобразное состояние. В случае суспензии сырого материала, содержащей 7% по весу геллановой 20 камеди, вязкость увеличивалась на ранней стадии процесса понижения температуры (с 70 до 60°C), было трудно поддерживать коллоидное состояние. Соответственно, было трудно диспергировать ментол во время получения данной суспензии сырого материала.

Следовательно, предпочтительно, чтобы геллановая камедь содержалась в суспензии сырого материала при концентрации 2-5% по весу.

25 10-3. Способ (получение листа и измерение содержания ментола)

Содержащие каррагинан листы и содержащие геллановую камедь листы получали, применяя суспензии сырого материала, содержащие полисахариды при различных концентрациях (смотри колонку 10-1). Получение листа проводили согласно тому же способу, как в примере 9.

30 Измеряли содержание ментола листа непосредственно после получения (первоначальное содержание ментола) и содержание ментола листа, хранимого в форсированных условиях (содержание ментола после хранения). Форсированные условия была, как описано в примере 1. Измерение содержания ментола проводили согласно тому же способу, как в примере 1. Результаты для содержащего каррагинан 35 листа показаны на фигуре 8С, и результаты содержащего геллановую камедь листа показаны на фигуре 8F.

10-4. Результаты (содержание ментола)

В любом из случаев с 3% по весу или 5% по весу содержащего каррагинан листа, как показано на фигуре 8С, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 40 80% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло приблизительно 60% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора= приблизительно 80%). В случае 2% по весу каррагинана, первоначальное содержание ментола составляло 74% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 45 дней превышало 50% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=68%). В случае 6% по весу каррагинана, первоначальное содержание ментола составляло 69% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло 43% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=62%).

В любом из случаев с 3% по весу или 5% по весу содержащего геллановую камедь

листа, как показано на фигуре 8F, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 70% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней было близким к 70% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора= приблизительно 90%). В случае 2% по весу геллановой камеди, первоначальное содержание ментола составляло приблизительно 70% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней превышало 50% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=78%). В случае 6% по весу геллановой камеди, первоначальное содержание ментола составляло 76% по весу, и содержание ментола после хранения в течение 30 дней составляло 63% по весу (процент сохранения ментолового ароматизатора=83%).

Данные результаты показывают, что каррагинан или геллановая камедь содержатся в суспензии сырого материала при концентрации предпочтительно, 2-6% по весу, более предпочтительно, 3-5% по весу.

[Пример 11]

В данном примере исследовали влияние доли в смеси ментола, содержащегося в суспензии сырого материала, на содержание ментола после хранения и выход ментола содержащих ментол листов.

11-1. Способ (получение листа и измерение содержания ментола)

Содержащие каррагинан листы и содержащие геллановую камедь листы получали, применяя суспензии сырого материала, содержащие различные доли в смеси ментола. Получение листа проводили согласно тому же способу, как в примере 9.

Что касается содержащих каррагинан листов, ментол добавляли в количестве, эквивалентном 1, 2,5, 5, 10, 15 и 20 кратному весу 5% по весу каррагинана (в суспензии сырого материала). Что касается содержащих геллановую камедь листов, ментол добавляли в количестве, эквивалентном 0,5, 1, 2,5, 5, 10, 15 и 20 кратному весу 3% по весу геллановой камеди (в суспензии сырого материала).

Измеряли содержание ментола листа непосредственно после получения (первоначальное содержание ментола) и содержание ментола листа, хранимого в форсированных условиях (содержание ментола после хранения). Форсированные условия были, как описано в примере 1. Измерение содержания ментола проводили согласно тому же способу, как в примере 1. Результаты для содержащего каррагинан листа показаны на фигурах 9A-9E, и результаты для содержащего геллановую камедь листа показаны на фигурах 9F-9J. На данных рисунках, выражение [1:x] представляет собой весовые соотношения полисахарида и ментола в суспензии сырого материала. Например, выражение [1:5] представляет собой то, что ментол содержится в суспензии сырого материала в количестве, эквивалентном 5 кратному весу полисахарида. На данных рисунках, термин "непосредственно после получения" обозначает лист непосредственно после получения, и термин "после 1 месяца при 50°" обозначает лист после хранения при 50°C в течение 30 дней.

11-2. Результаты

(1) Содержащий каррагинан лист

Что касается содержащих каррагинан листов, как показано на фигуре 9A, "первоначальное содержание ментола" была самым большим в случае листа, содержащего ментол в 10-кратном количестве по весу, вторым самым большим в случае листа, содержащего ментол в 5-кратном количестве по весу, третьим самым большим в случае листа, содержащего ментол в 2,5-кратном количестве по весу, и четвертым самым большим в случае листа, содержащего ментол в 1-кратном количестве по весу. Данные результаты показывали, что первоначальное содержание ментола зависело от

доли в смеси ментола. С другой стороны, в случаях листов, содержащих ментол в 15-кратном и 20-кратном количестве по весу, "первоначальное содержание ментола" составляло только 20% по весу или меньше. Во всех случаях долей в смеси ментола, "содержание ментола после хранения" крайне незначительно снижено относительно первоначального содержания ментола. Таким образом, как показано на фигуре 9В, процент сохранения ментолового ароматизатора после хранения в течение 30 дней превышал 70% во всех случаях долей в смеси ментола. Среди них, лист, содержащий ментол в 2,5-кратном количестве по весу обладал процентом сохранения ментолового ароматизатора приблизительно 100%.

Соотношение содержания ментола в листе к доле ментола, добавляемой к суспензии сырого материала, рассчитывали как "выход ментола (%)", применяя уравнение ниже.

Выход ментола(%)={ (измеренная величина содержания ментола в листе)/(доля в смеси ментола)}×100

Как показано на фигуре 9С, "выход ментола" непосредственно после получения листа показывал величину, превышающую 50% во всех случаях образцов, в которых доля в смеси ментола составляла 1-10-кратное количество по весу. "Выход ментола" после хранения показывал наибольшую величину в случае листа, содержащего ментол в 2,5-кратном количестве по весу. Лист, содержащий ментол в 5-кратном или 10-кратном количестве по весу, показывал более низкий "выход ментола" после хранения, чем лист, содержащий ментол в 2,5-кратном количестве по весу, но содержание ментола в листе (абсолютное количество) было большим (смотри фигуру 9А).

Фигуры 9D и 9Е показывают взаимосвязь между долей в смеси (%) ментола и содержанием ментола (%) и взаимосвязь между долей в смеси (%) ментола и выходом ментола (%), соответственно. На данных рисунках, доля в смеси ментола (%)

представлена формулой: {доля в смеси ментола/(доля в смеси ментола+доля в смеси каррагинана)}×100.

Как показано на фигуре 9D, листья, в которых доля в смеси ментола составляла 2,5-10-кратное количество по весу (т.е., доля в смеси ментола составляла 71-91%), показывали высокое содержание ментола после хранения. Как показано на фигуре 9Е, листья, в которых доля в смеси ментола составляла 1-5-кратное количество по весу (т.е., доля в смеси ментола составляет 50-83%), показывали высокий выход ментола после хранения.

Результаты фигур 9А - 9Е показывают, что доля в смеси ментола относительно каррагинана предпочтительно составляет 1-10-кратное количество по весу, более предпочтительно 2,5-5-кратное количество по весу.

(2) Содержащий геллановую камедь лист

Что касается содержащих геллановую камедь листов, как показано на фигуре 9F, "первоначальное содержание ментола" было наибольшим в случае листа, содержащего ментол в 5-кратном количестве по весу, наименьшим в случае листа, содержащего ментол в 0,5-кратном количестве по весу, и зависит от доли в смеси ментола в листах, в которых доля в смеси ментола составляла 0,5-5-кратное количество по весу. В образцах, в которых доля в смеси ментола составляла 0,5-5-кратное количество по весу, "содержание ментола после хранения" снижалось крайне незначительно относительно первоначального содержания ментола. Однако, в листах, в которых доля в смеси ментола составляла 10-кратное количество по весу или более, содержание ментола снижалось с увеличением дней хранения. Таким образом, как показано на фигуре 9G, процент сохранения ментолового ароматизатора после хранения в течение 30 дней превышал 90% в листах, в которых доля в смеси ментола составляла 0,5-5-кратное

количество по весу. Однако процент сохранения ментолового ароматизатора составлял приблизительно 50% в листьях, в которых доля в смеси ментола составляла 10-кратное количество по весу или более. Как описано выше, листья, в которых доля в смеси ментола составляла 0,5-5-кратное количество по весу, имели высокий процент сохранения ментолового ароматизатора. Среди них, лист, содержащий ментол в 2,5-кратном количестве по весу, обладал процентом сохранения ментолового ароматизатора приблизительно 100%.

Как показано на фигуре 9H, "выход ментола" непосредственно после получения листа показывал величину, превышающую 50% в случаях листов, содержащих ментол в 1-, 2,5- и 5-кратном количестве по весу. "Выход ментола" после хранения составлял наибольшую величину в случае листа, содержащего ментол в 2,5-кратном количестве по весу. Лист, содержащий ментол в 5-кратном количестве по весу, имел меньший "выход ментола" после хранения, чем лист, содержащий ментол в 2,5-кратном количестве по весу, но содержание ментола в листе (абсолютное количество) является большим (смотри фигуру 9F).

Фигуры 9I и 9J показывают взаимосвязь между долей в смеси (%) ментола и содержанием ментола (%) и взаимосвязь между долей в смеси (%) ментола и выходом ментола(%), соответственно. На рисунках, доля в смеси ментола (%) представлена формулой: $\{ \text{доля в смеси ментола} / (\text{доля в смеси ментола} + \text{доля в смеси геллановой камеди}) \} \times 100$.

Как показано на фигуре 9I, листья, в которых доля в смеси ментола составляла 2,5-5-кратное количество по весу (т.е., доля в смеси ментола составляет 71-83%), имели высокое содержание ментола после хранения. Как показано на фигуре 9J, листья, в которых доля в смеси ментола составляла 1-5-кратное количество по весу (т.е., доля в смеси ментола составляет 50-83%) имели высокий выход ментола после хранения.

Результаты фигур 9F-9J показывают, что доля в смеси ментола относительно геллановой камеди предпочтительно составляет 1-10-кратное количество по весу, более предпочтительно 2,5-5-кратное количество по весу.

[Пример 12]

В данном примере исследовали влияние доли в смеси лецитина, содержащегося в суспензии сырого материала, на содержание ментола после хранения содержащих ментол листов.

12-1. Способ (получение листа и измерение содержания ментола)

Содержащие каррагинан листья и содержащие геллановую камедь листья получали, применяя суспензии сырого материала, содержащие различные доли в смеси лецитина. Получение листа проводили согласно тому же способу, как в примере 9.

Что касается содержащих каррагинан листов, лецитин добавляли в количестве, эквивалентном 0,001, 0,005, 0,01, 0,02, 0,05, 0,1, 0,2 и 0,4-кратным количествам по весу 5% по весу каррагинана (в суспензии сырого материала). Ментол добавляли в количестве, эквивалентном 5-кратному количеству по весу каррагинана.

Аналогично, что касается содержащих геллановую камедь листов, ментол добавляли в количестве, эквивалентном 0,001, 0,005, 0,01, 0,02, 0,05, 0,1, 0,2 и 0,4-кратному количеству по весу 3% по весу геллановой камеди (в суспензии сырого материала). Ментол добавляли в количестве, эквивалентном 5-кратному количеству по весу геллановой камеди.

Измеряли содержание ментола листа непосредственно после получения (первоначальное содержание ментола) и содержание ментола листа, хранимого в форсированных условиях (содержание ментола после хранения). Форсированные

условия были, как описано в примере 1. Измерение содержания ментола проводили согласно тому же способу, как в примере 1. Результаты для содержащего каррагинан листа показаны на фигурах 10A и 10B, и результаты для содержащего геллановую камедь листа показаны на фигурах 10C и 10D. На фигурах 10A и 10C числовые величины в фигурных скобках представляют собой весовые соотношения лецитина относительно полисахарида. Например, выражение [0,01] представляет собой то, что лецитин содержится в суспензии сырого материала в количестве, эквивалентном 0,01-кратному количеству по весу полисахарида. На фигурах 10B и 10D термин "непосредственно после получения" обозначает лист непосредственно после получения, и термин "через 1 месяц при 50°C" обозначает лист после хранения при 50°C в течение 30 дней.

12-2. Результаты

(1) Содержащий каррагинан лист

Что касается содержащих каррагинан листов, как показано на фигуре 10A, содержание ментола было в значительной степени снижено после хранения в случае, когда доля в смеси лецитина относительно каррагинана составляла 0,1-0,4-кратное количество по весу.

Фигура 10B показывает взаимосвязь между долей в смеси лецитина (весовое соотношение относительно каррагинана) и содержанием ментола (%). Как показано на фигуре 10B, высокое содержание ментола сохранялось после хранения в листах, в которых доля в смеси лецитина относительно каррагинана составляла 0,005-0,02-кратное количество по весу.

(2) Содержащий геллановую камедь лист

Что касается содержащих геллановую камедь листов, как показано на фигуре 10C, содержание ментола было в значительной степени снижено после хранения в случае, когда доля в смеси лецитина относительно геллановой камеди составляла 0,1-0,4-кратное количество по весу.

Фигура 10D показывает взаимосвязь между долей в смеси лецитина (весовое соотношение относительно геллановой камеди) и содержанием ментола (%). Как показано на фигуре 10D, высокое содержание ментола сохранялось после хранения листов, в которых доля в смеси лецитина относительно геллановой камеди составляла 0,005-0,05-кратное количество по весу.

Из результатов фигур 10A-10D найдено, что доля в смеси лецитина относительно полисахарида, предпочтительно, составляет 0,5-5% по весу. Конкретно, когда каррагинан применяют в качестве полисахарида, доля в смеси лецитина относительно полисахарида предпочтительно составляет 0,5-2% по весу. Когда геллановую камедь применяют в качестве полисахарида, доля в смеси лецитина относительно полисахарида, предпочтительно, составляет 0,5-5% по весу, более предпочтительно, 0,5-2% по весу.

[Пример 13]

В данном примере исследовали влияние типа эмульгатора на содержание ментола после хранения содержащих ментол листов.

13-1. Способ (получение листа и измерение содержания ментола)

Содержащие каррагинан листы и содержащие геллановую камедь листы получали, применяя суспензии сырого материала, содержащие различные типы эмульгаторов. Получение листа проводили согласно тому же способу, как в примере 9. Ментол добавляли в количестве, эквивалентном 5-кратному количеству по весу полисахарида, и каждый эмульгатор добавляли в количестве, эквивалентном 0,02-кратному количеству по весу полисахарида.

Восемь типов эмульгаторов ниже применяли в качестве эмульгатора. Номера 1-8,

данные эмульгаторам ниже, соответствуют номерам фигур 11А и 11В.

1. Лецитин

(SUN LECITHIN A-1, полученный Taiyo Kagaku Co., 10 Ltd.)

2. Эфир жирной кислоты и глицерина (моноглицерид)

(Exel S-95, полученный Kao Corporation)

Название соединения: липофильный глицеринмоностеарат

3. Эфир жирной кислоты и глицерина (полиглицерид)

(SunSoft A-181E, полученный Taiyo Kagaku Co., Ltd.)

Название соединения: пентаглицеринмоностеарат

4. Эфир жирной кислоты и глицерина (моноглицерид органической кислоты)

(Step SS, полученный Kao Corporation)

Название соединения: сукцинат моноглицерида

5. Эфир жирной кислоты и сорбитана

(Emasol S-10V, полученный Kao Corporation)

Название соединения: сорбитанмоностеарат

6. Эфир жирной кислоты и сорбитана (полисорбат)

(Emasol S-120V, полученный Kao Corporation)

Название соединения: моностеарат полиоксиэтиленсорбитана

7. Эфир жирной кислоты и пропиленгликоля

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

Название соединения: моностеарат пропиленгликоля

8. Эфир жирной кислоты и сахарозы

(Ryoto sugar ester S-1570, полученный Mitsubishi-Kagaku Foods Corporation)

Название соединения: эфир стеариновой кислоты и сахарозы

Измеряли содержание ментола листа непосредственно после получения (первоначальное содержание ментола) и содержание ментола листа, хранимого в форсированных условиях (содержание ментола после хранения). Форсированные условия были, как описано в примере 1. Измерение содержания ментола проводили согласно тому же способу, как в примере 1. Результаты для содержащего каррагинан листа показаны на фигуре 11А, и результаты содержащего желлановую камедь листа показаны на фигуре 11В. На фигурах 11А и 11В термин "непосредственно после получения" обозначает лист непосредственно после получения, и термин "через 1 месяц при 50°C" обозначает лист после хранения при 50°C в течение 30 дней.

13-2. Результаты

Результаты фигур 11А и 11В показывают, что можно применять различные эмульгаторы в добавление к лецитину. Что касается содержащих каррагинан листов, особенно предпочтительно применять 1. лецитин, 3. эфир жирной кислоты и глицерина (полиглицерид) и 4. эфир жирной кислоты и глицерина (моноглицерид органической кислоты) в качестве эмульгаторов. Что касается содержащих желлановую камедь листов, особенно предпочтительно применять 1. лецитин, 2. эфир жирной кислоты и глицерина (моноглицерид), 3. эфир жирной кислоты и глицерина (полиглицерид), 4. эфир жирной кислоты и глицерина (моноглицерид органической кислоты), 5. эфир жирной кислоты и сорбитана, 7. эфир жирной кислоты и пропиленгликоля и 8. эфир жирной кислоты и сахарозы в качестве эмульгаторов.

Формула изобретения

1. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения, характеризующийся тем, что включает:

стадию нанесения суспензии сырого материала на субстрат, где суспензия содержит полисахарид, содержащий по меньшей мере один из каррагинана и геллановой камеди, ароматизатор, эмульгатор и 70-95% по весу воды, имеет содержание ароматизатора 100-1000% по весу относительно полисахарида и имеет температуру 60-90°C в коллоидном состоянии;

стадию активного охлаждения нанесенной суспензии сырого материала до температуры образца 0-40°C, получая гель; и

стадию термосушки, включающую нагревание желатинизированного сырого материала и сушку его при температуре образца 70-100°C.

2. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.1, характеризующийся тем, что эмульгатор составляет 0,5-5% по весу лецитина относительно полисахарида.

3. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.1, характеризующийся тем, что эмульгатор представляет собой эфир, выбранный из группы, состоящей из эфира жирной кислоты и глицерина, эфира жирной кислоты и полиглицерина, эфира жирной кислоты и сорбитана, эфира жирной кислоты и пропиленгликоля и эфира жирной кислоты и сахарозы.

4. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.1, характеризующийся тем, что полисахарид содержится в суспензии сырого материала при концентрации 2-6% по весу.

5. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.1, характеризующийся тем, что ароматизатор представляет собой ментол.

6. Способ получения содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.5, характеризующийся тем, что содержание ментола находится в диапазоне 250-500% по весу относительно полисахарида.

7. Лист для изделия для курения, содержащий ароматизатор, характеризующийся тем, что его получают способом по любому из пп.1-4.

8. Лист для изделия для курения, содержащий ароматизатор, характеризующийся тем, что его получают способом по п.5 или 6.

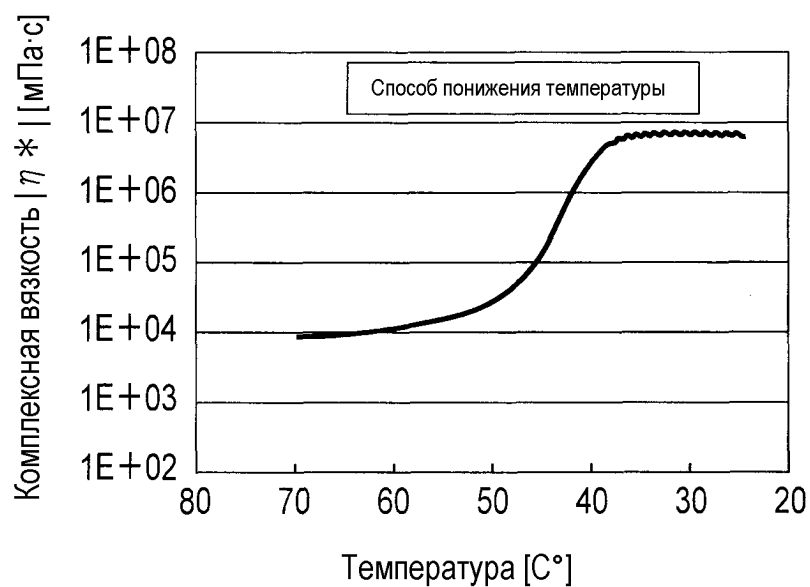
9. Лист для изделия для курения по п.8, характеризующийся тем, что содержание ментола листа после получения составляет 45% по весу или более, и содержание ментола листа после хранения при 50°C в течение 30 дней составляет 45% по весу или более.

10. Изделие для курения, содержащее измельченный табак, характеризующееся тем, что нарезанные куски содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.7 смешивают с измельченным табаком.

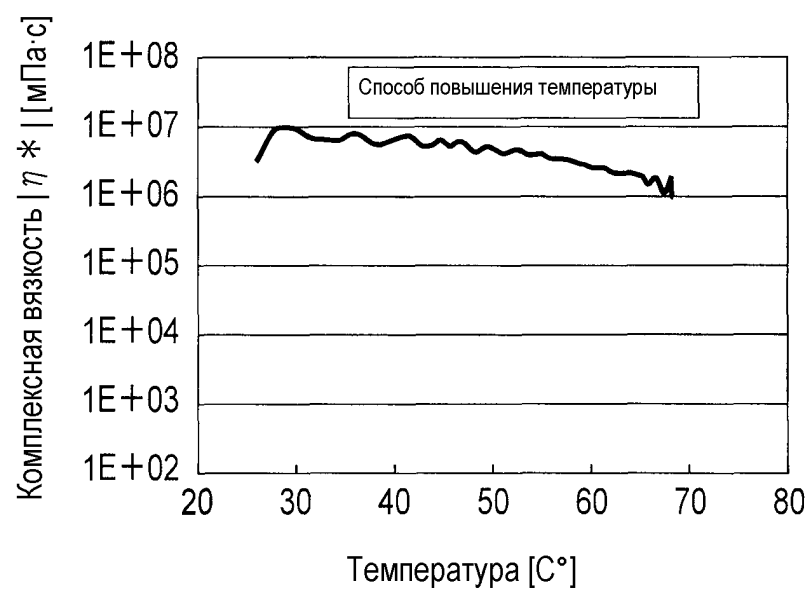
11. Изделие для курения, содержащее измельченный табак, характеризующееся тем, что нарезанные куски содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.8 смешивают с измельченным табаком.

12. Сигарета, содержащая сигаретный стержень, который содержит измельченный табак и сигаретную бумагу, в которую завернут измельченный табак, характеризующаяся тем, что нарезанные куски содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.7 смешивают с измельченным табаком.

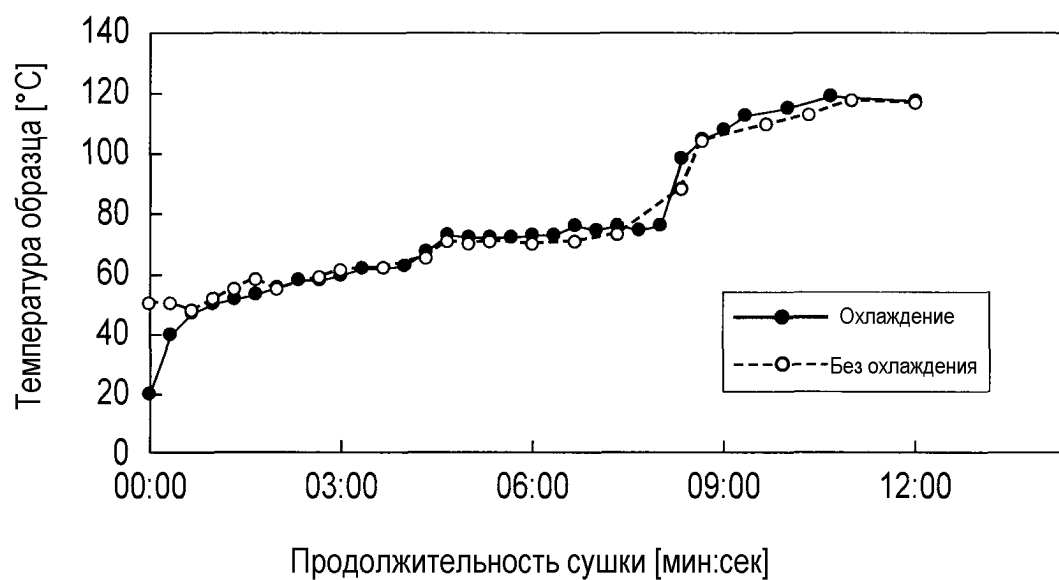
13. Сигарета, содержащая сигаретный стержень, который содержит измельченный табак и сигаретную бумагу, в которую завернут измельченный табак, характеризующаяся тем, что нарезанные куски содержащего ароматизатор листа для изделия для курения по п.8 смешивают с измельченным табаком.



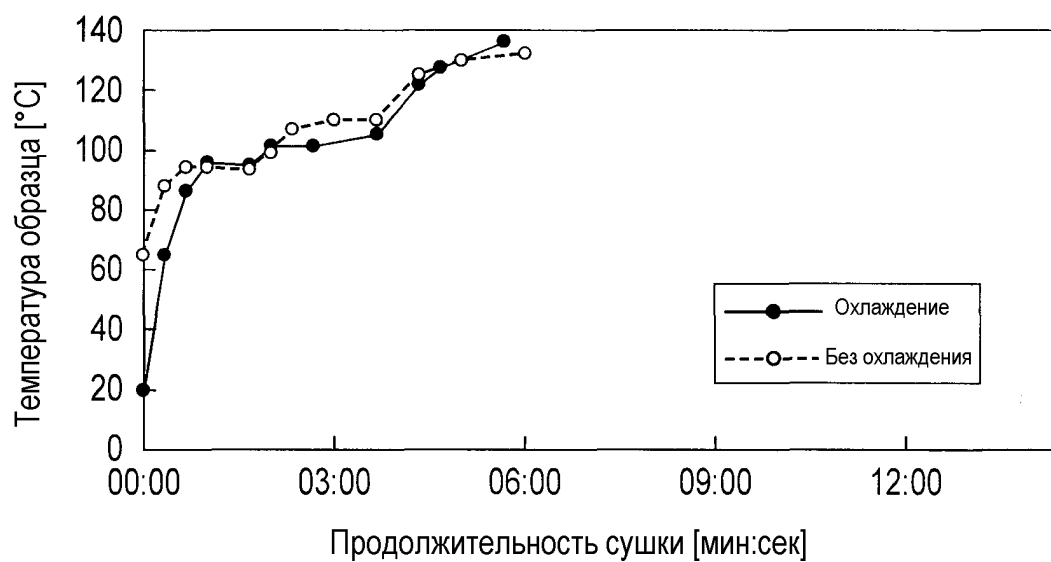
Фиг. 2А



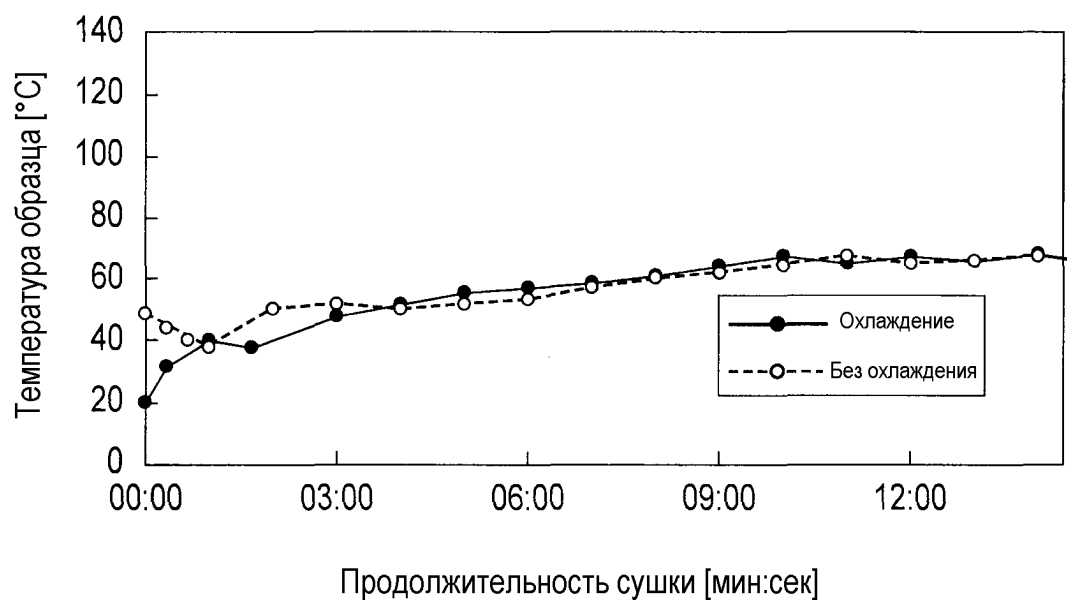
Фиг. 2В



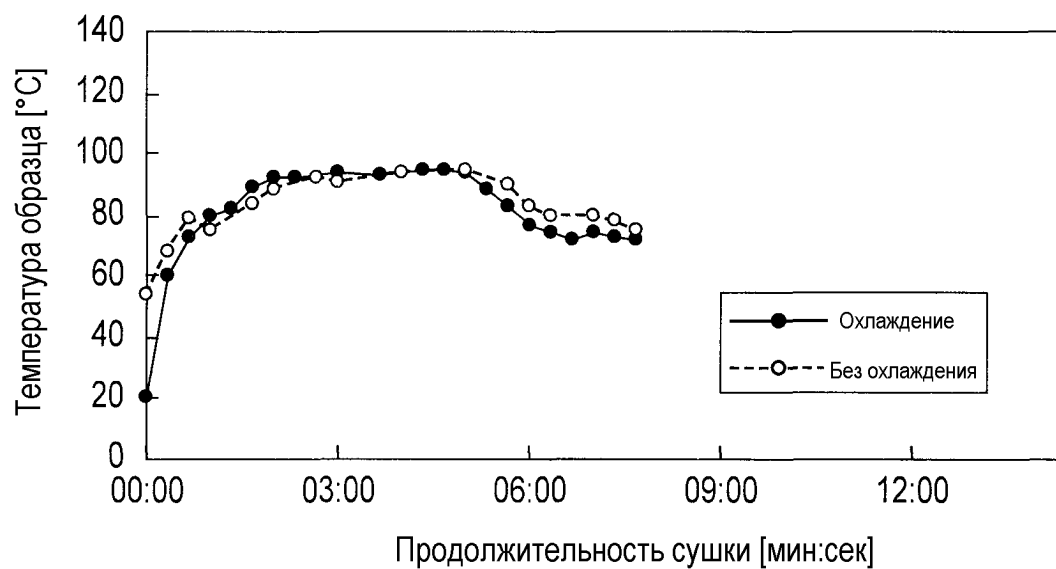
Фиг. 3А



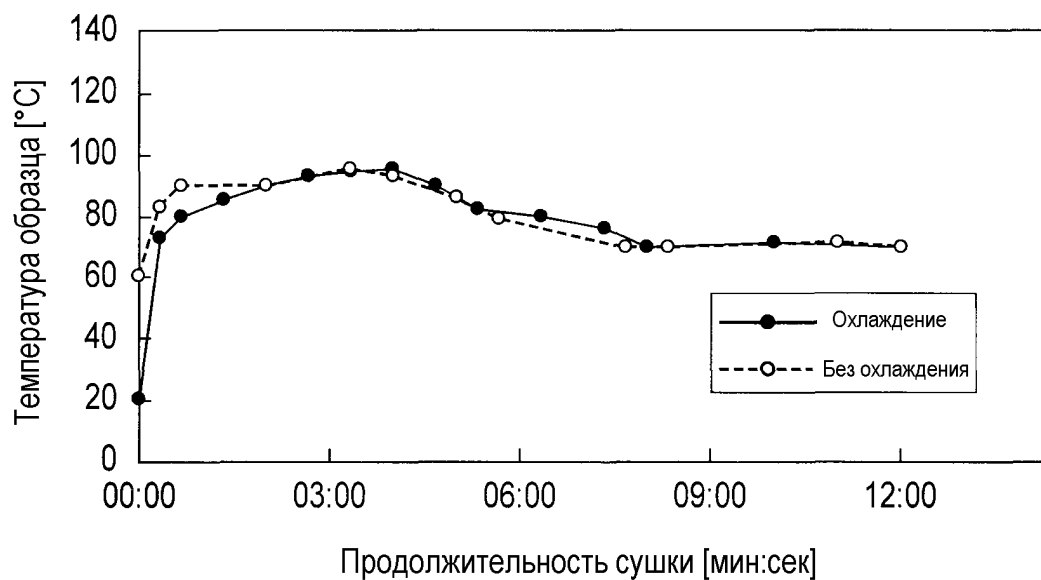
Фиг. 3В



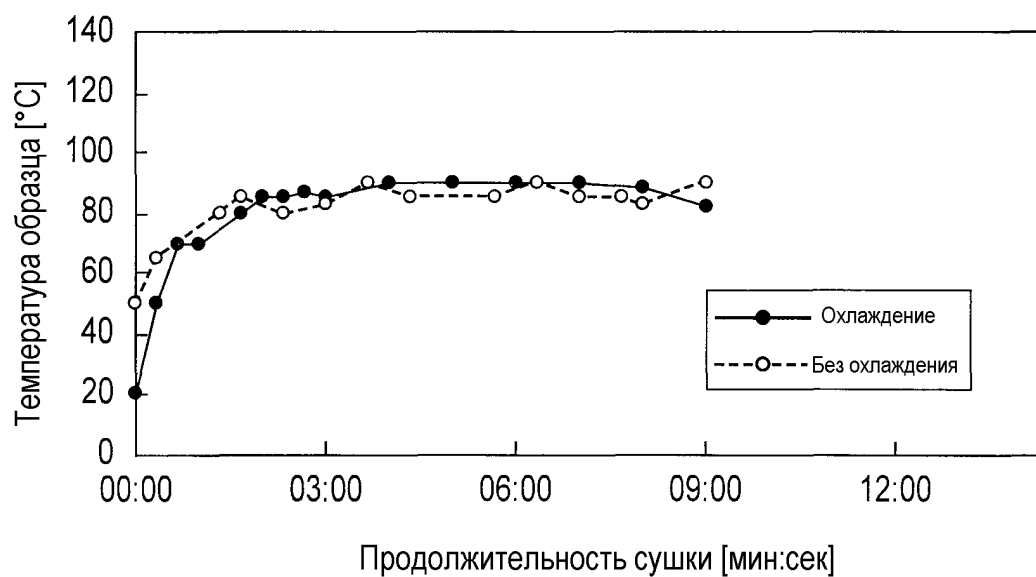
Фиг. 3С



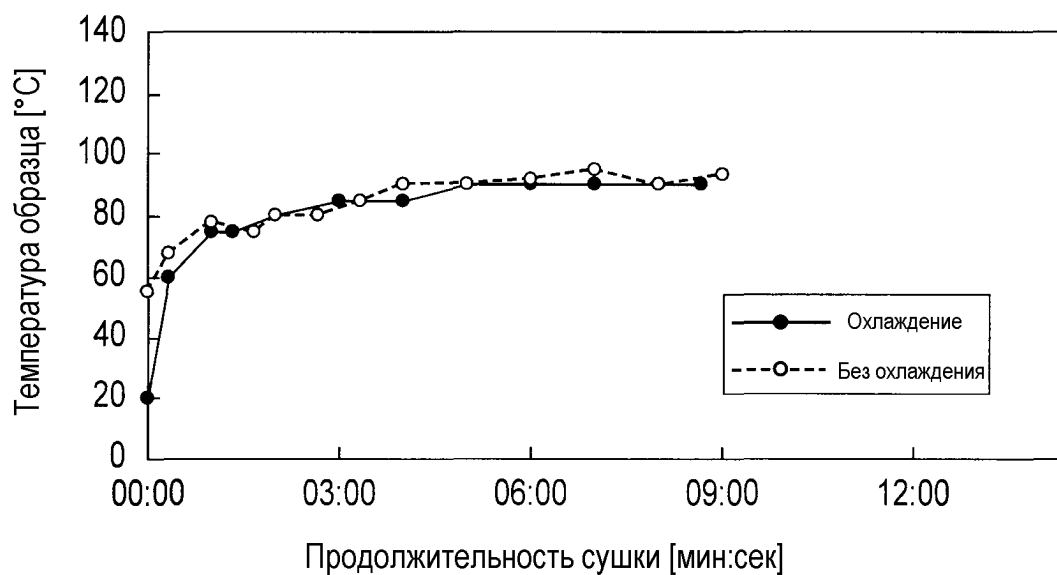
Фиг. 3D



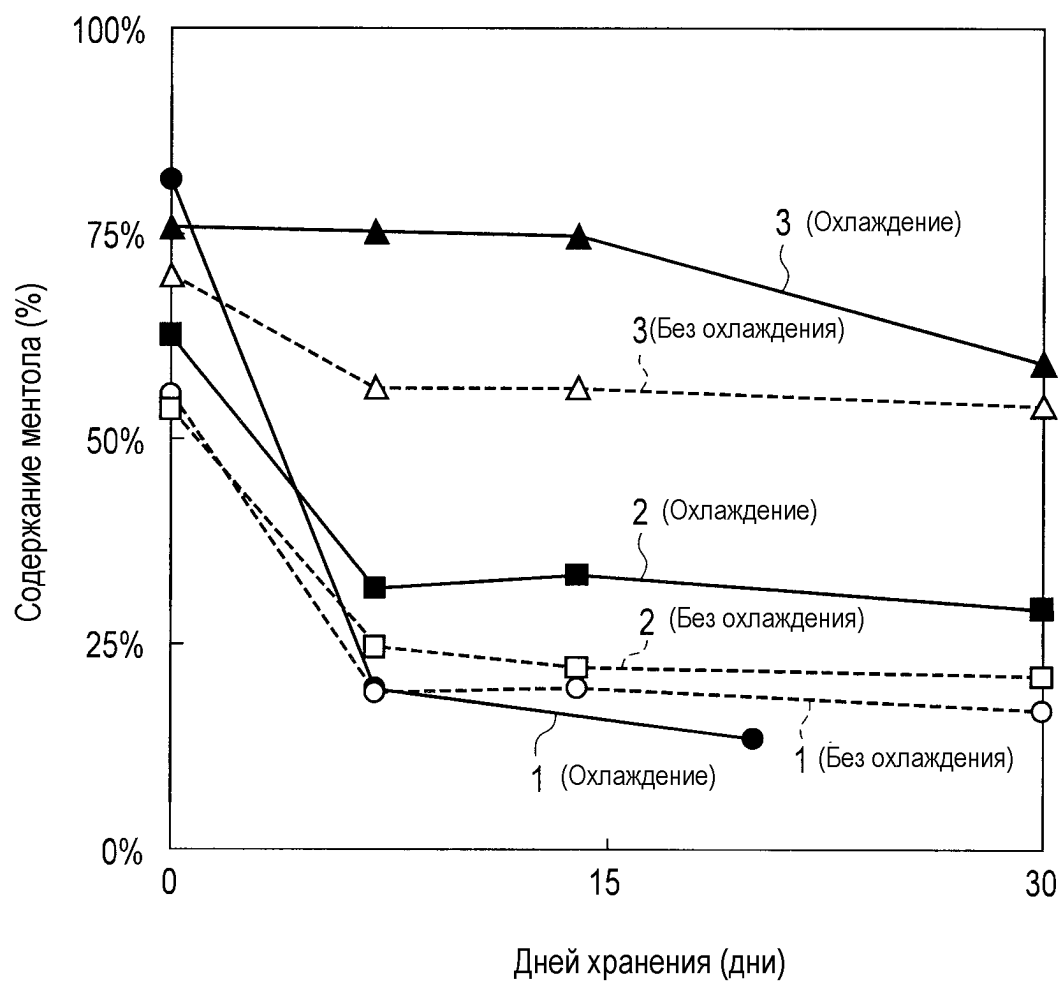
Фиг. 3Е



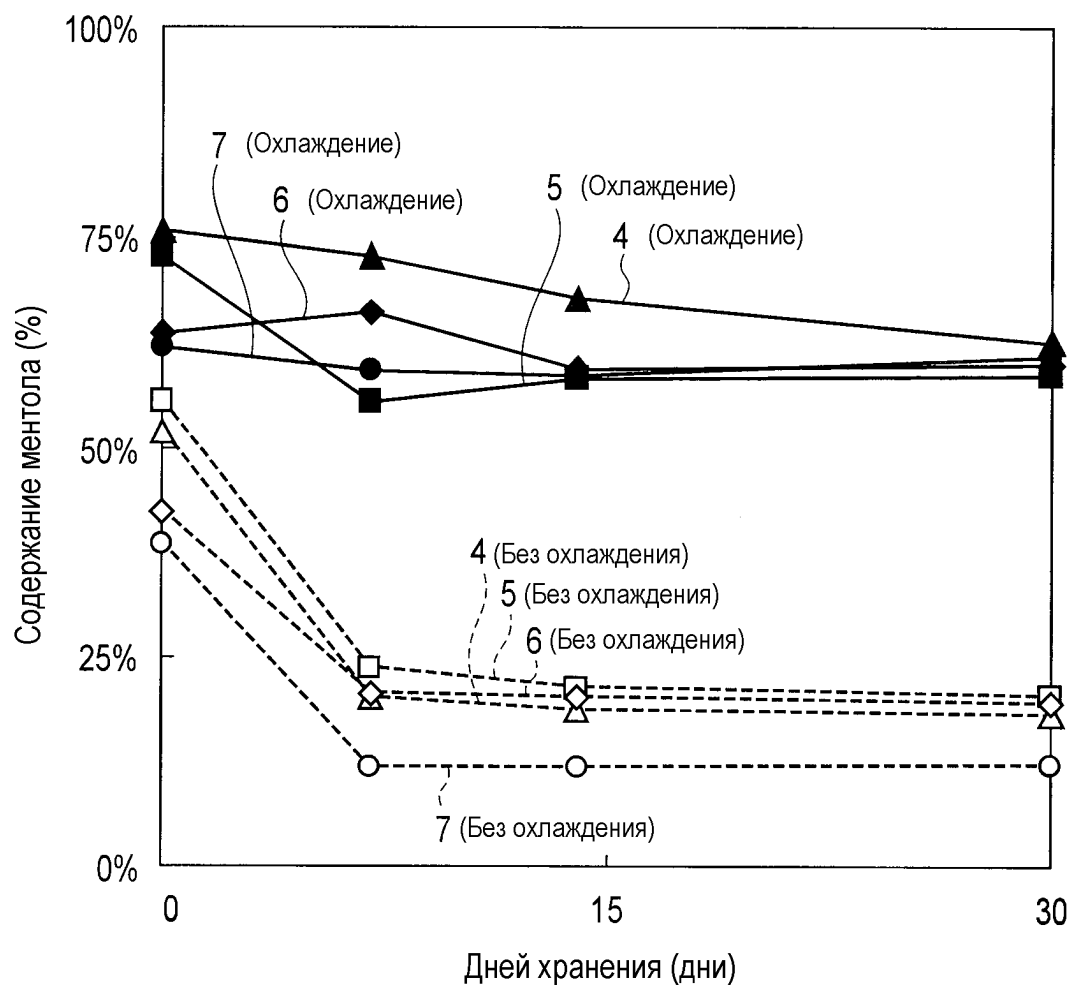
Фиг. 3F



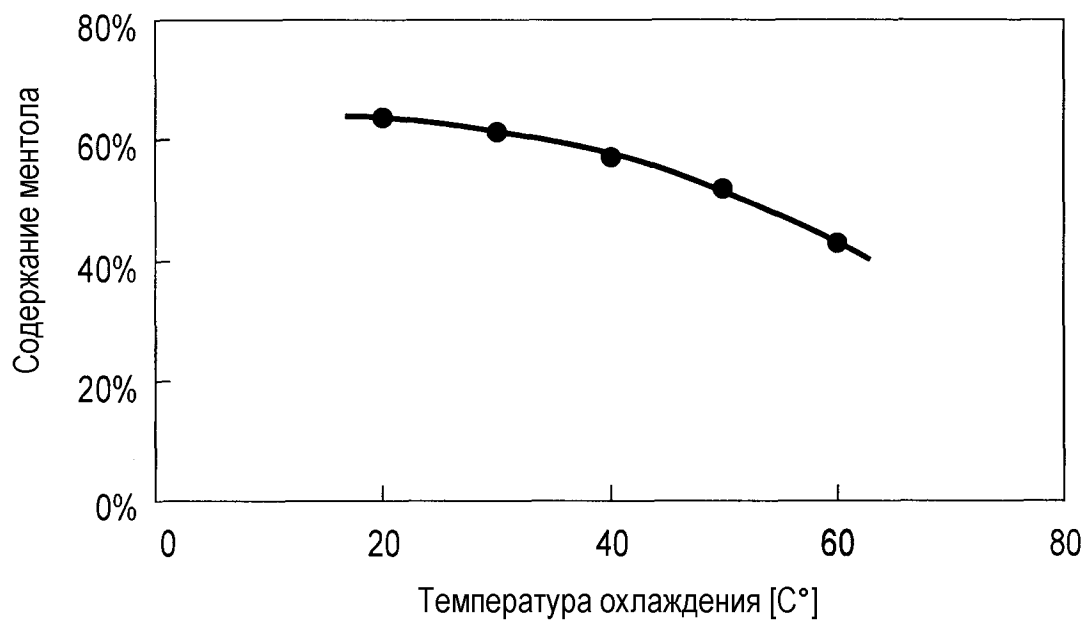
Фиг. 3G



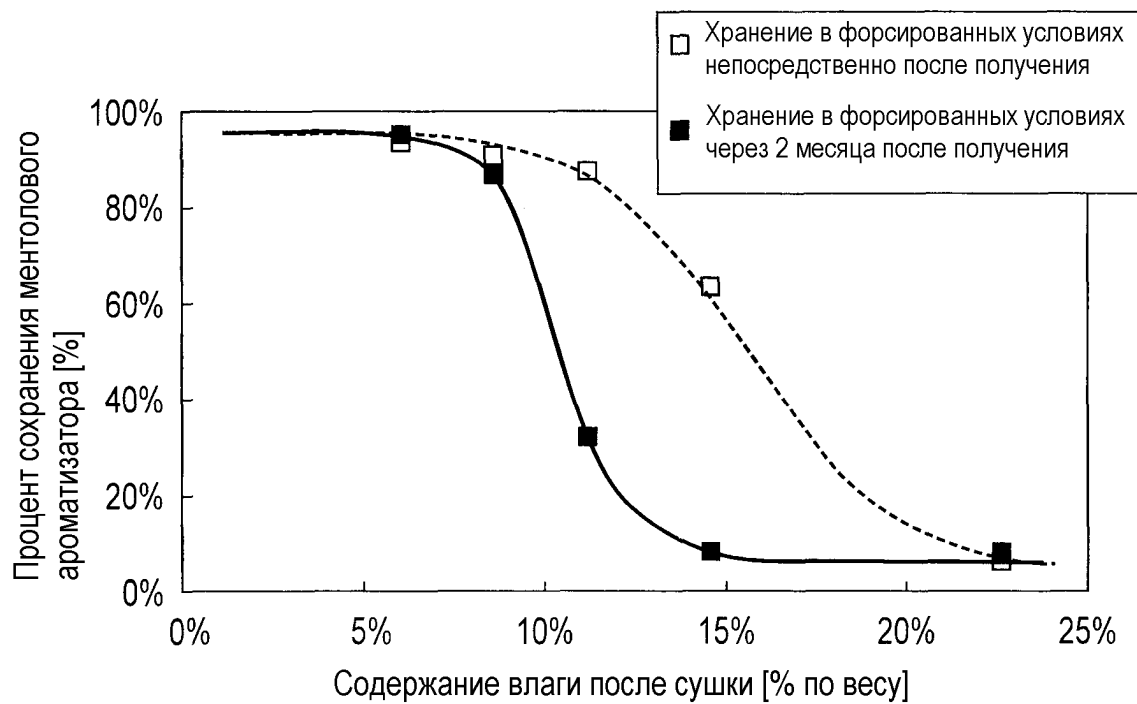
Фиг. 4A



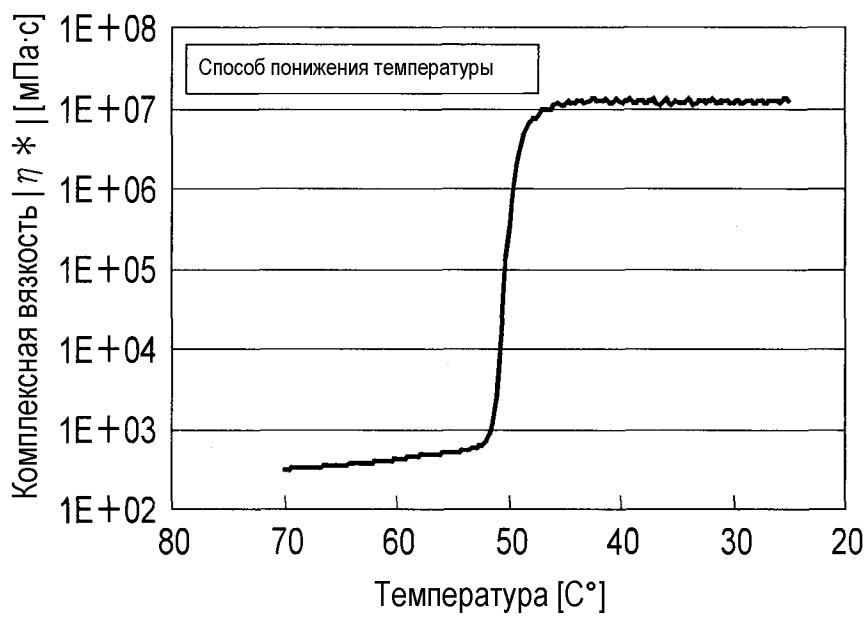
Фиг. 4В



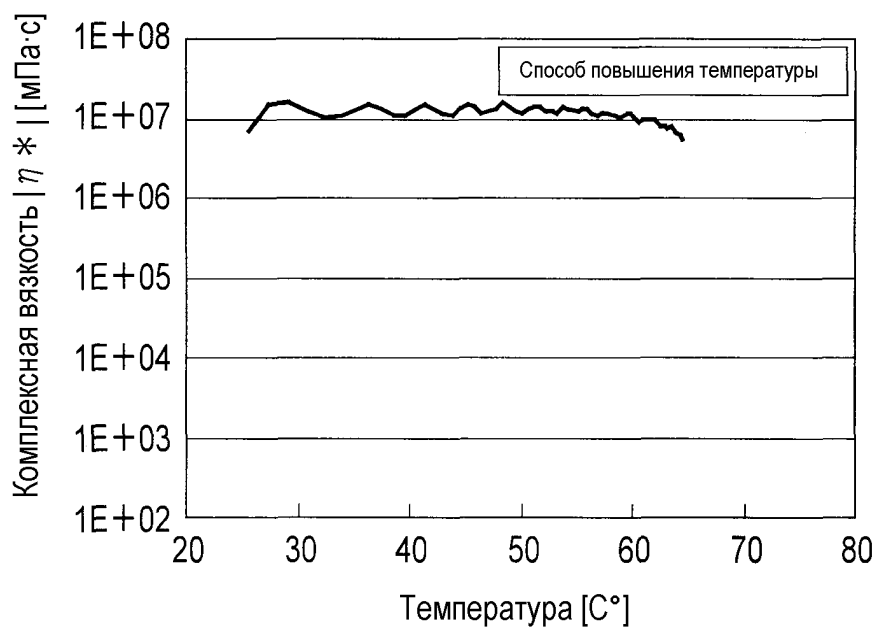
Фиг. 5



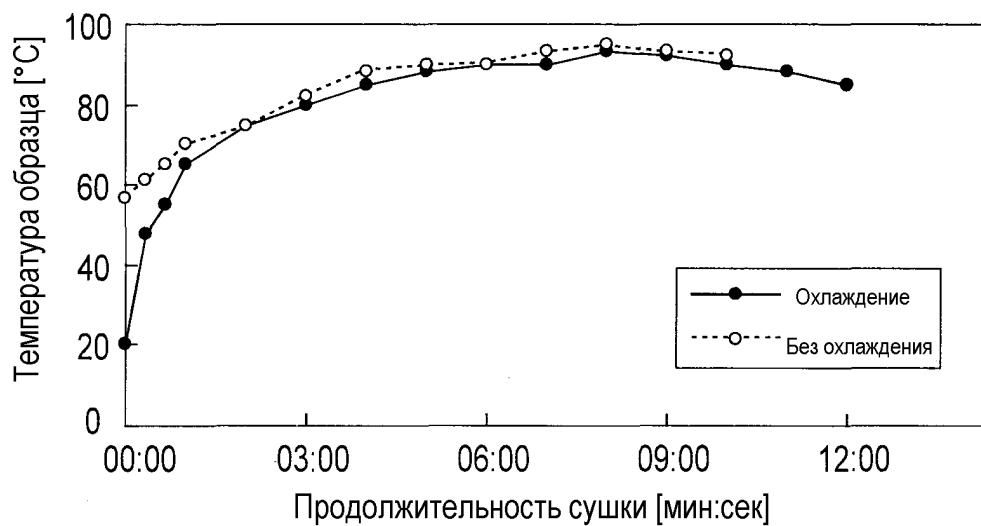
Фиг. 6



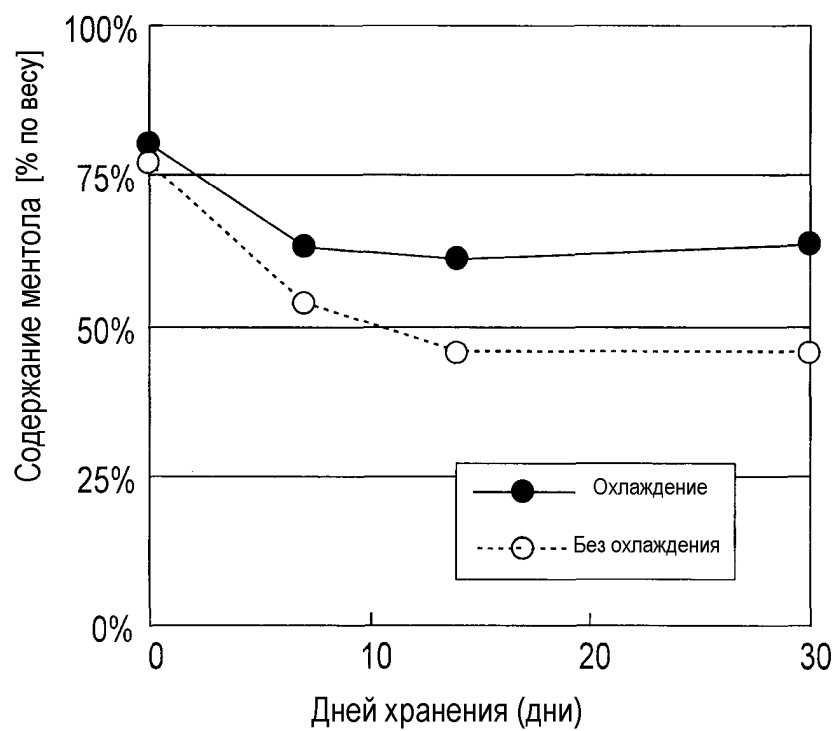
Фиг. 7А



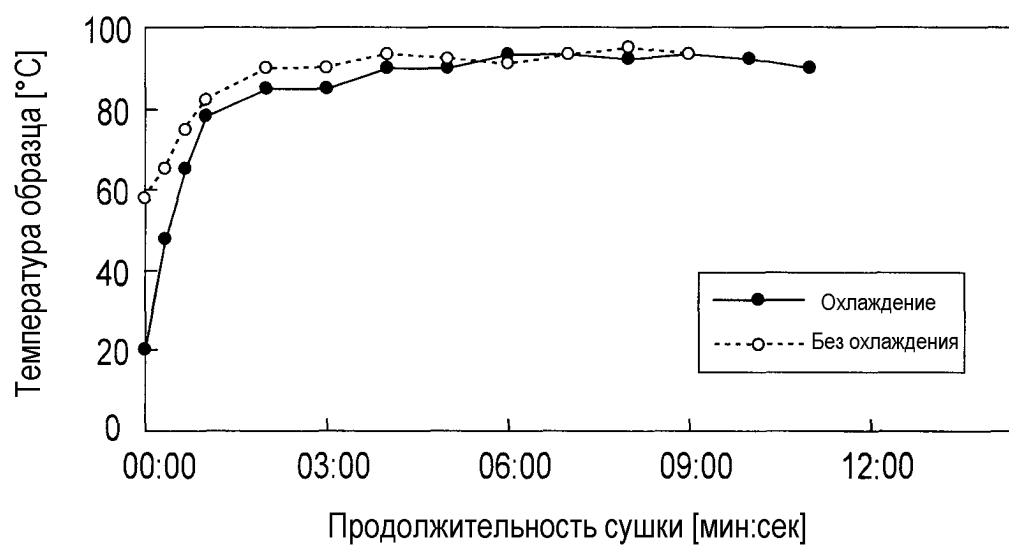
Фиг. 7В



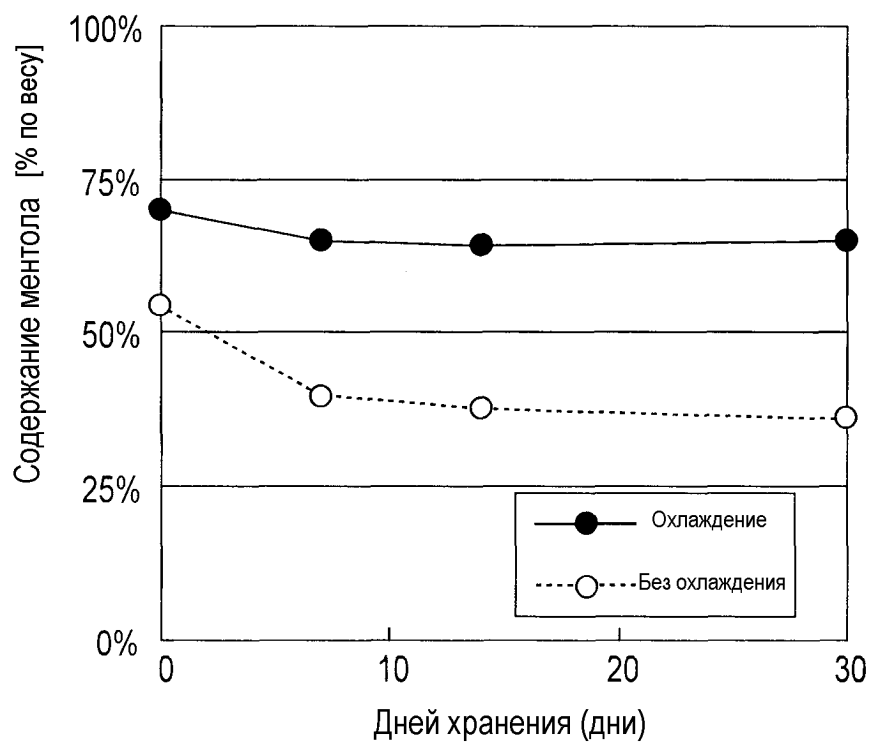
Фиг. 7С



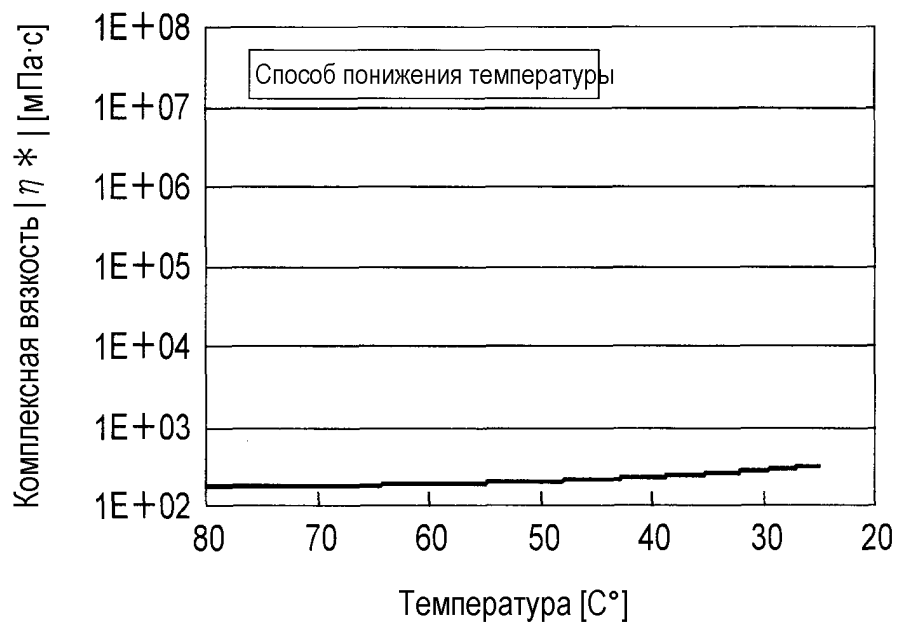
Фиг. 7D



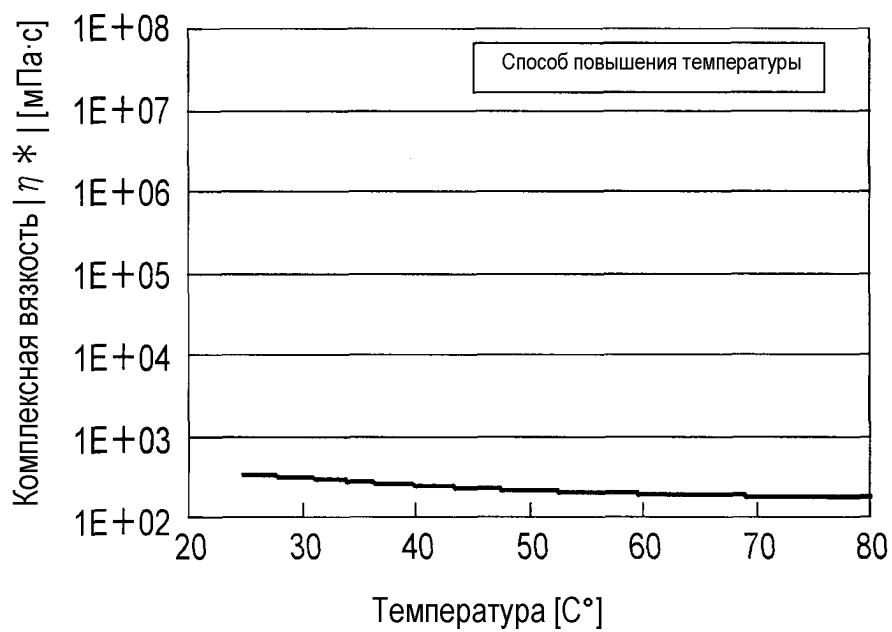
Фиг. 7E



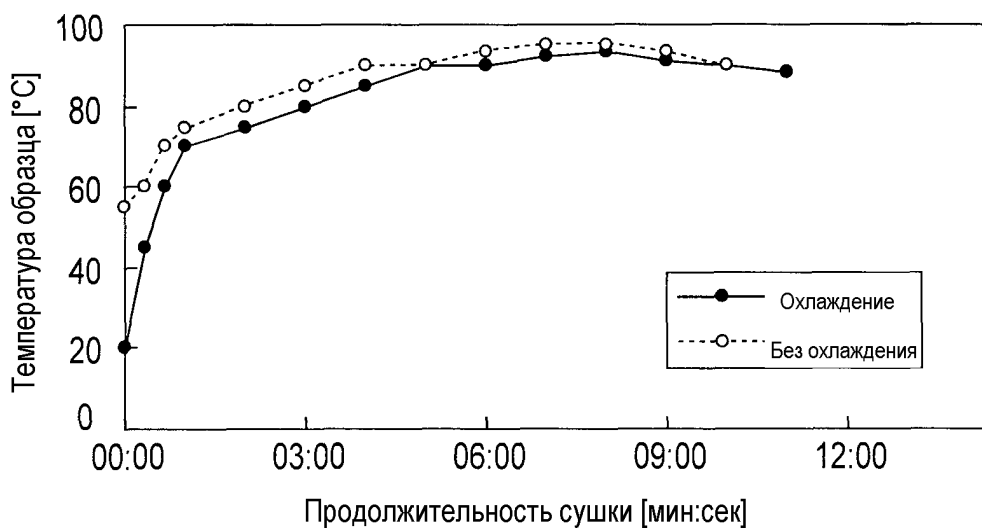
Фиг. 7F



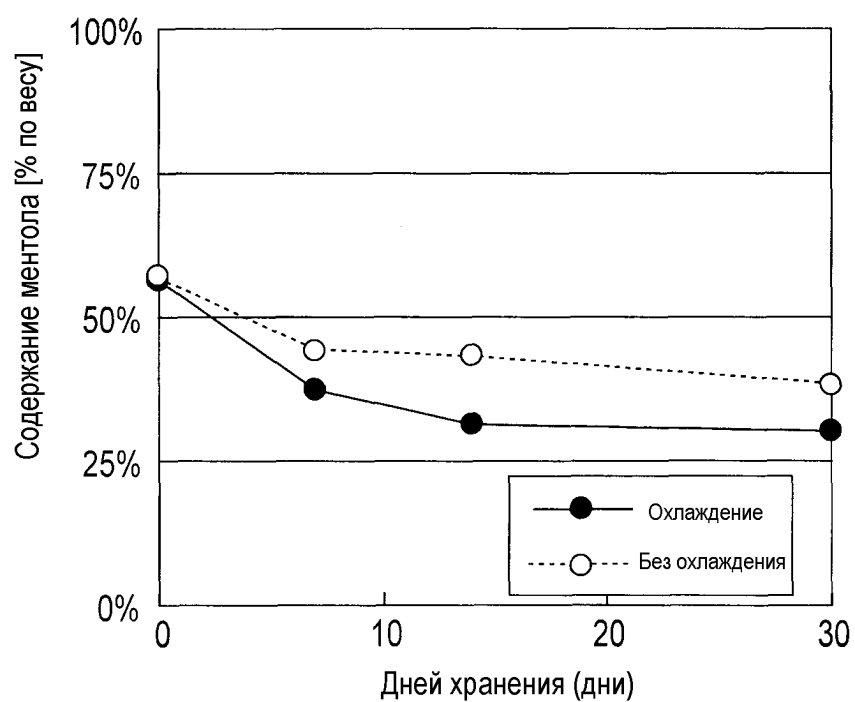
Фиг. 7G



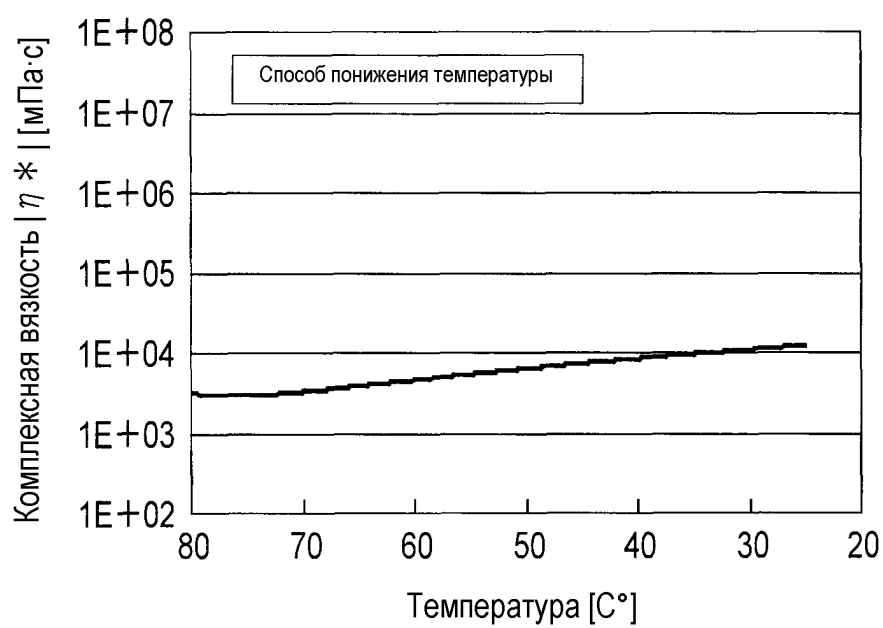
Фиг. 7H



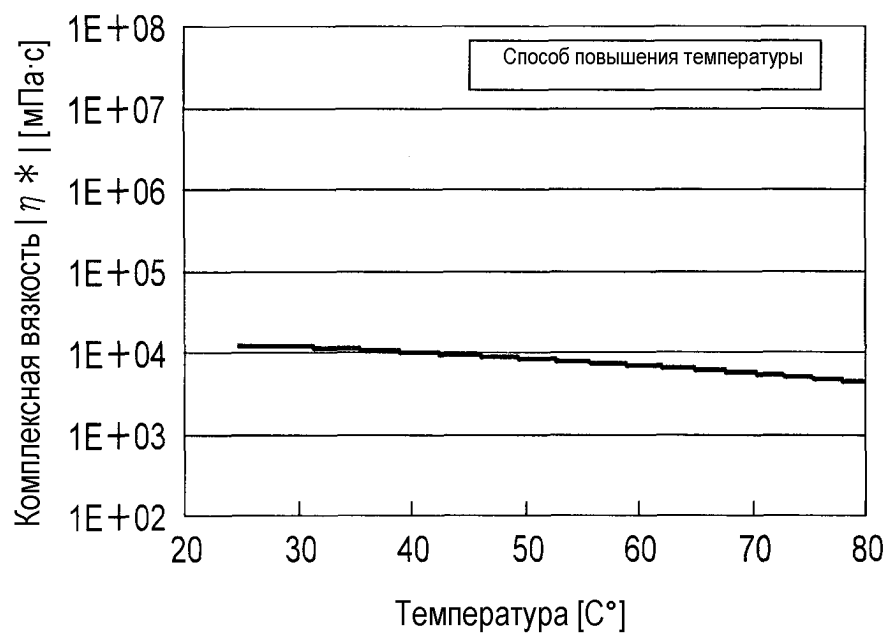
Фиг. 7I



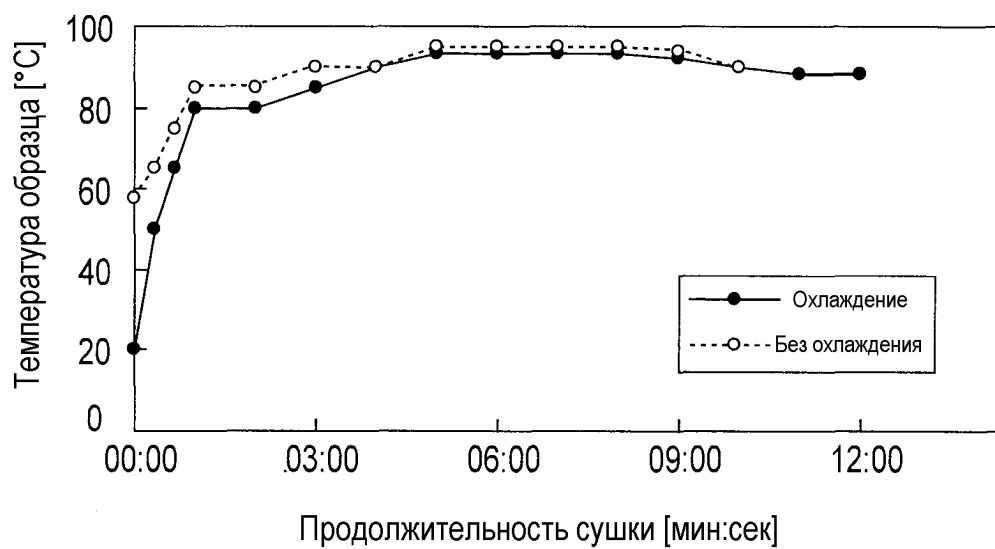
Фиг. 7J



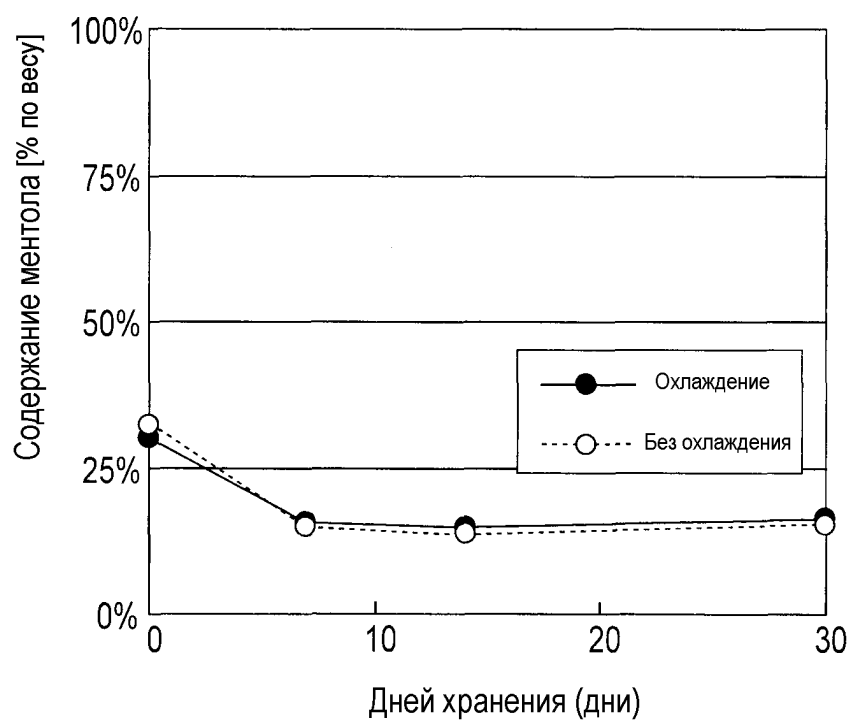
Фиг. 7K



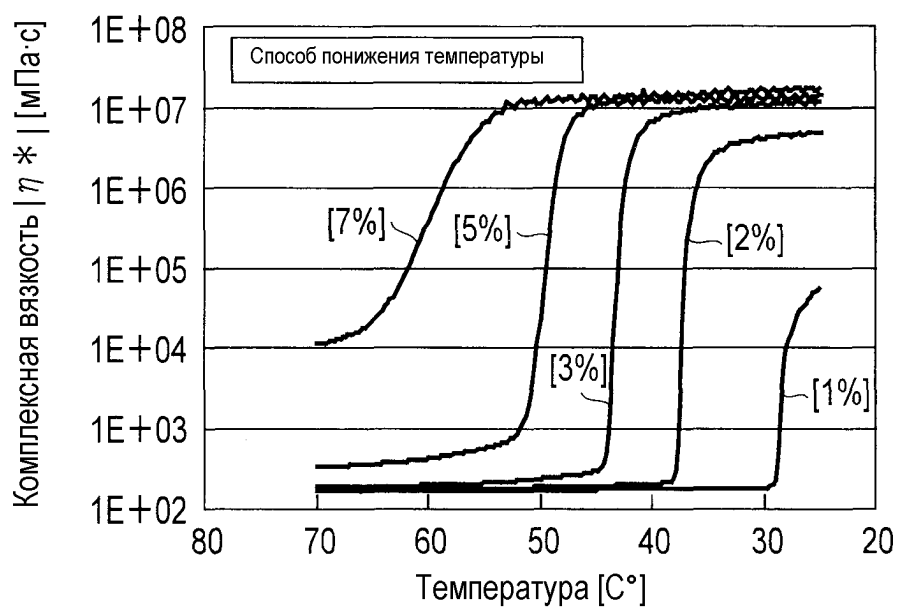
Фиг. 7L



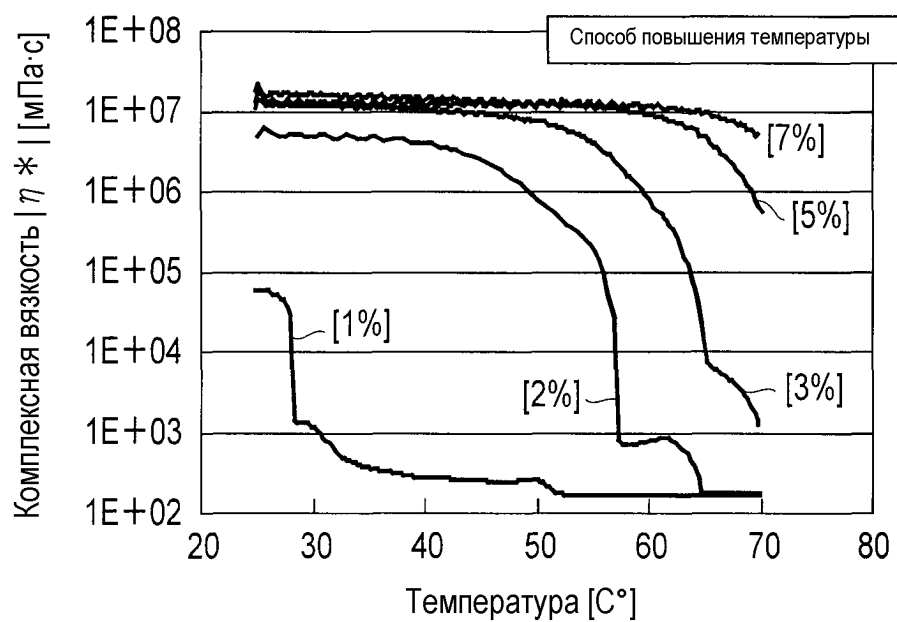
Фиг. 7M



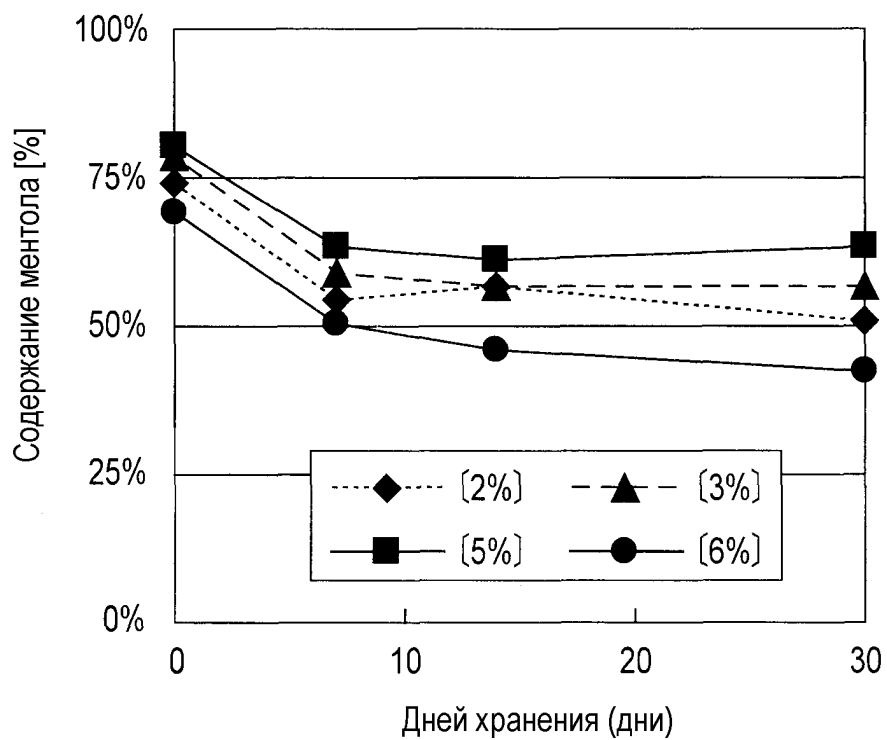
Фиг. 7N



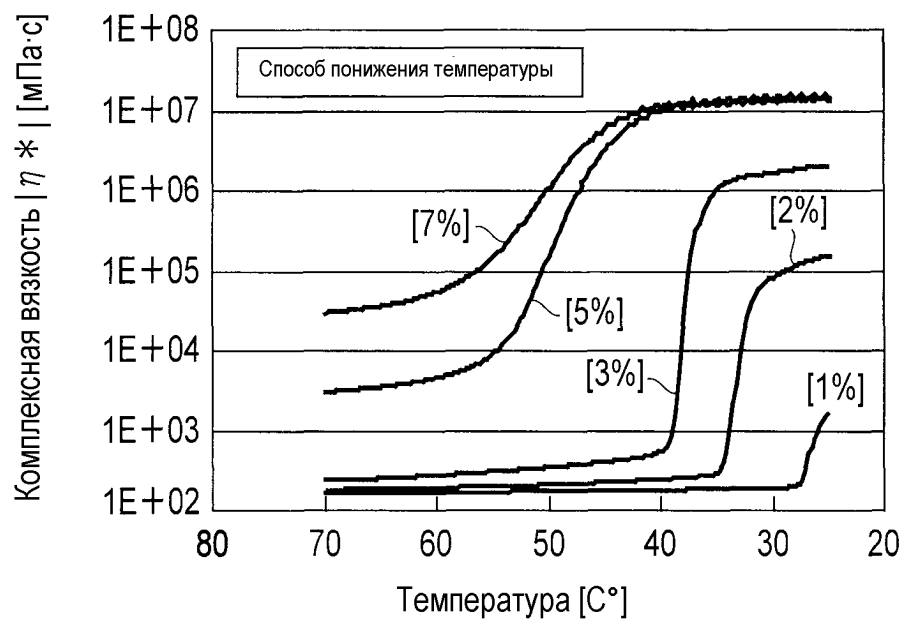
Фиг. 8А



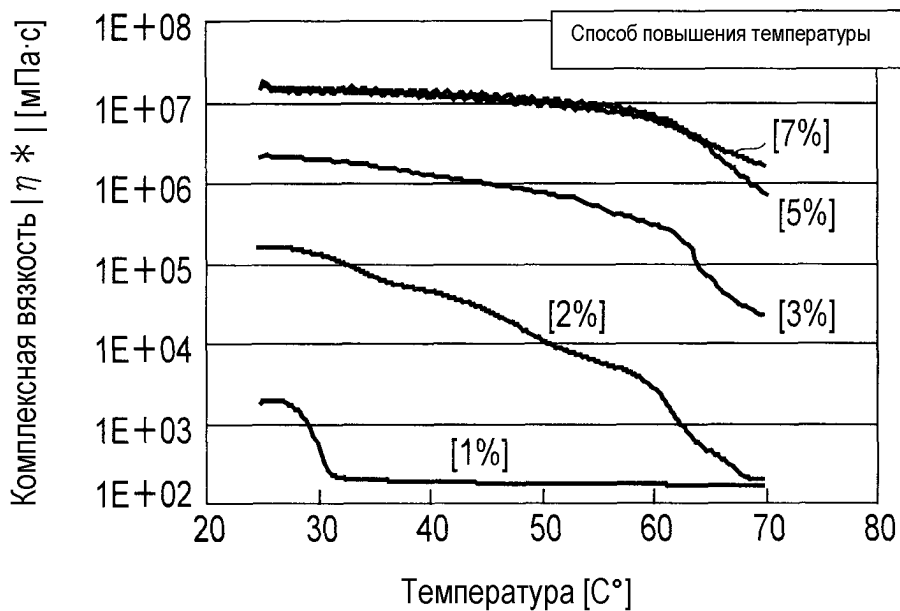
Фиг. 8В



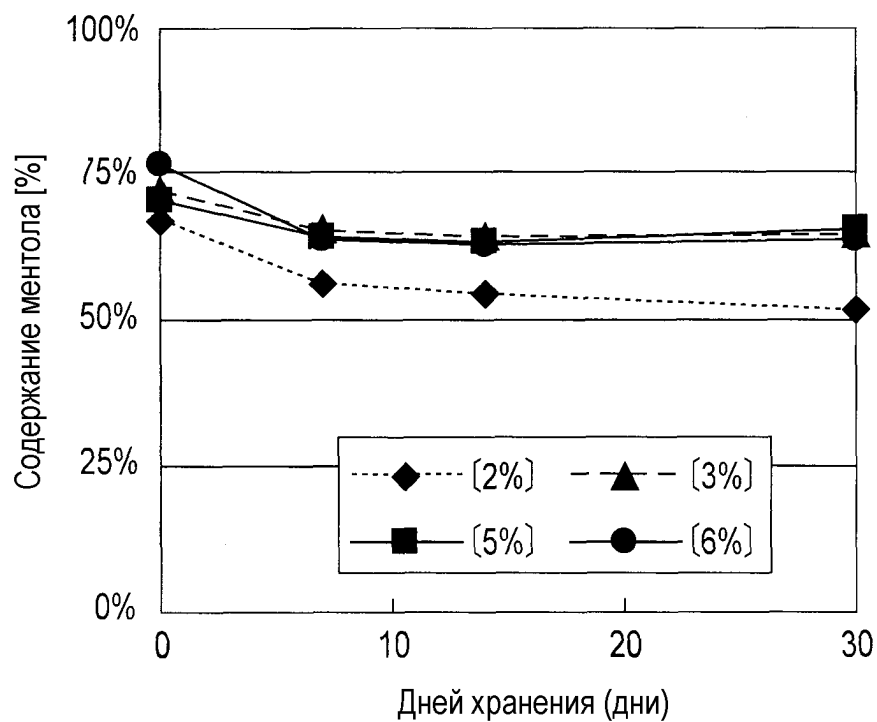
Фиг. 8С



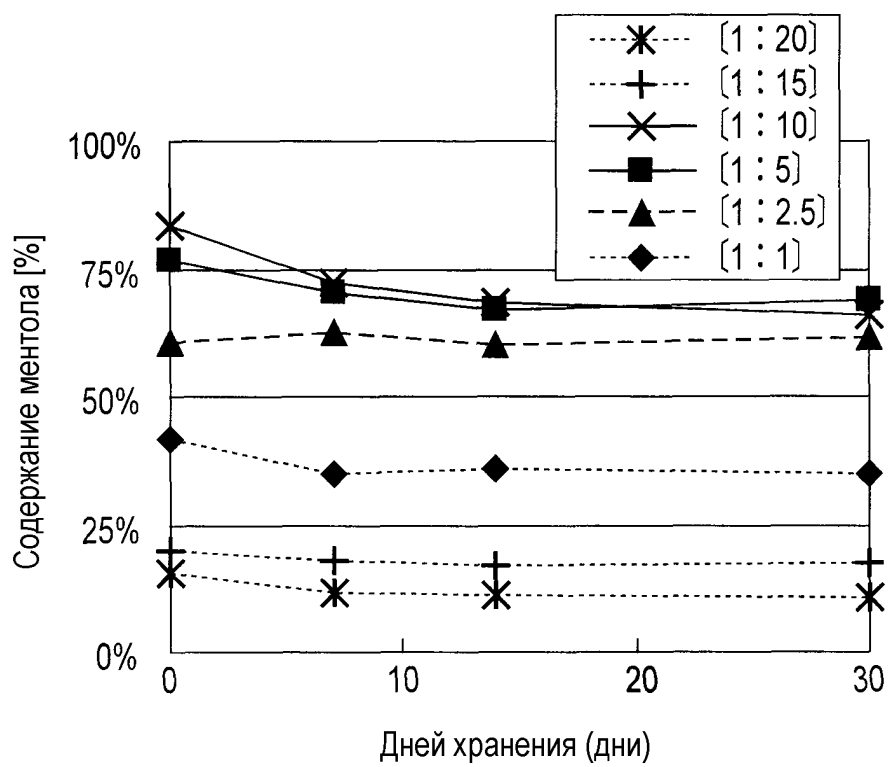
Фиг. 8D



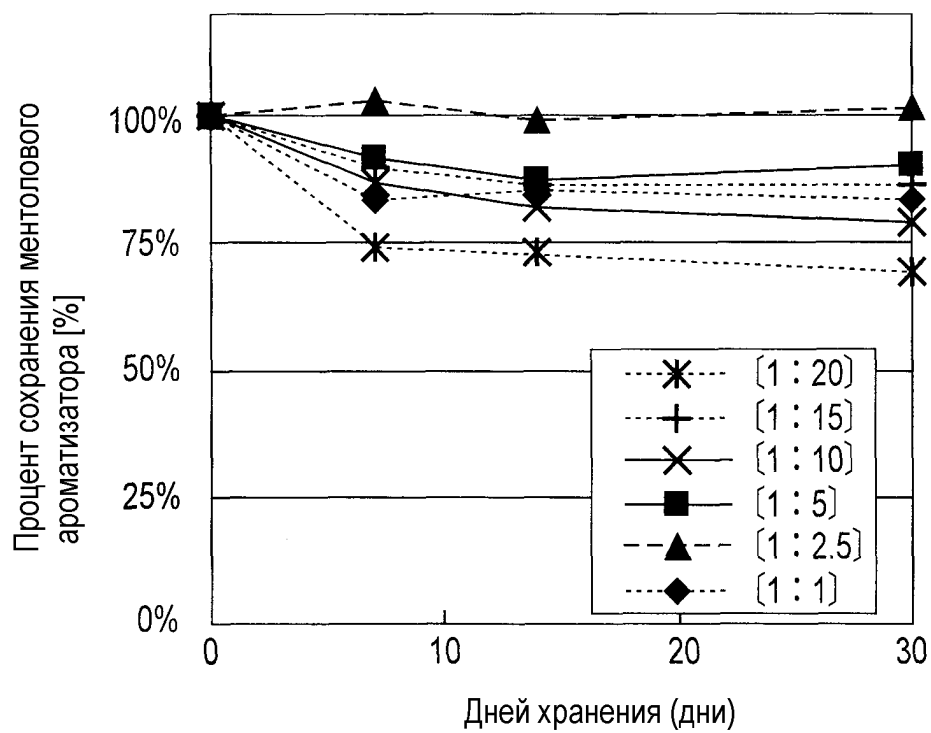
Фиг. 8E



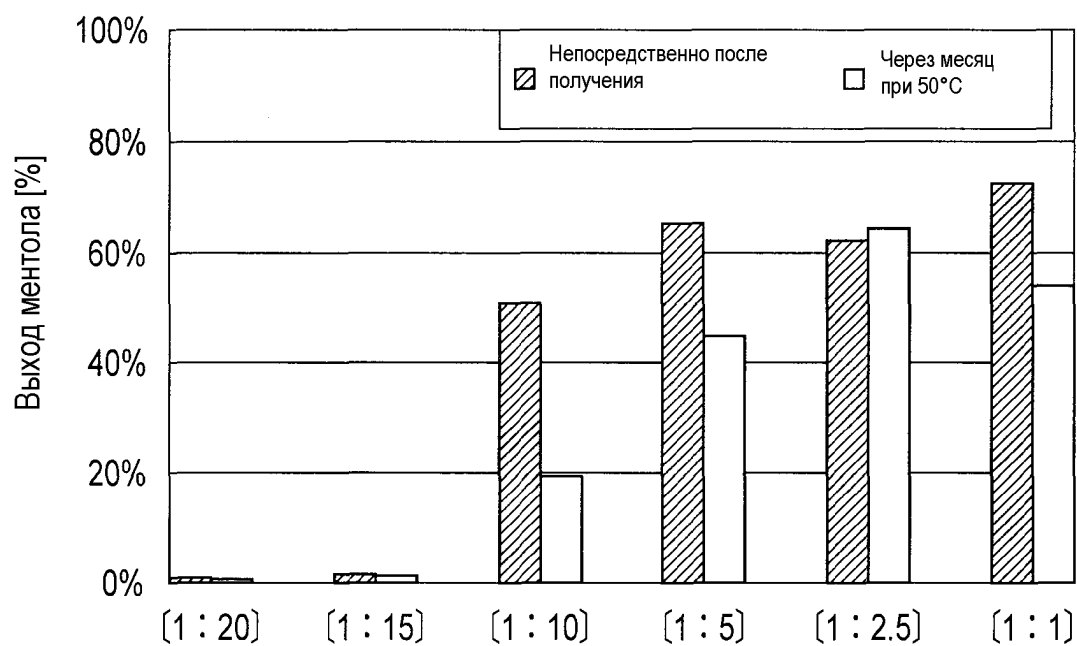
Фиг. 8F



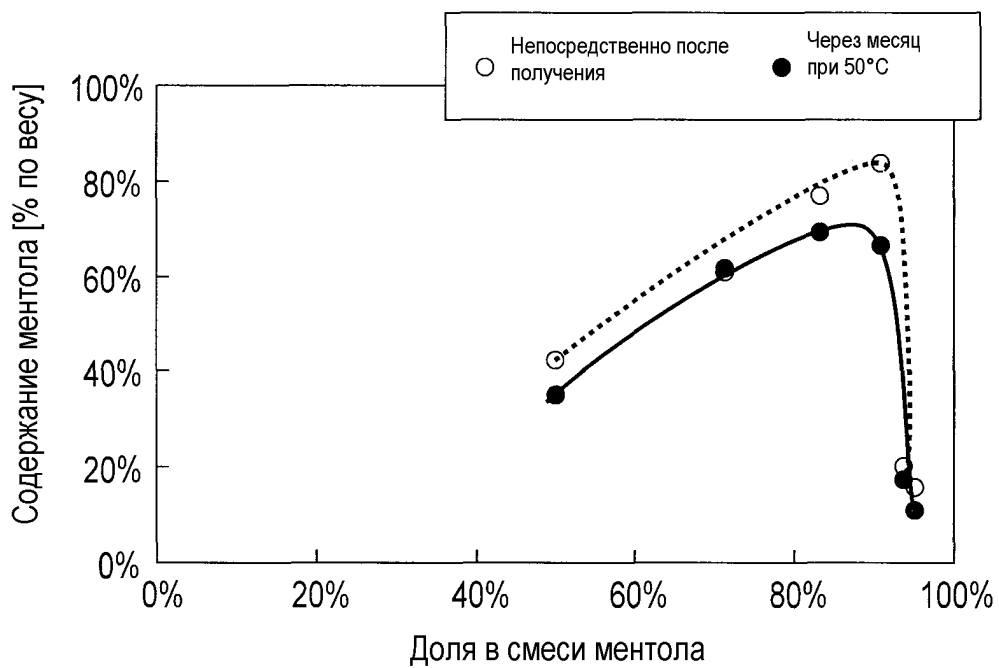
Фиг. 9А



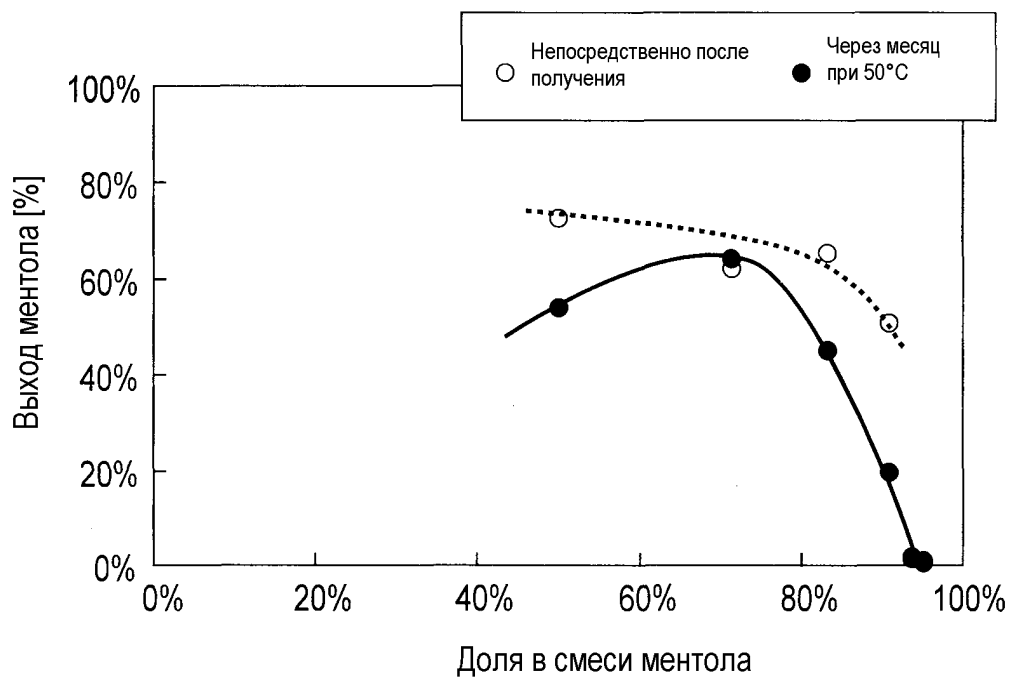
Фиг. 9В



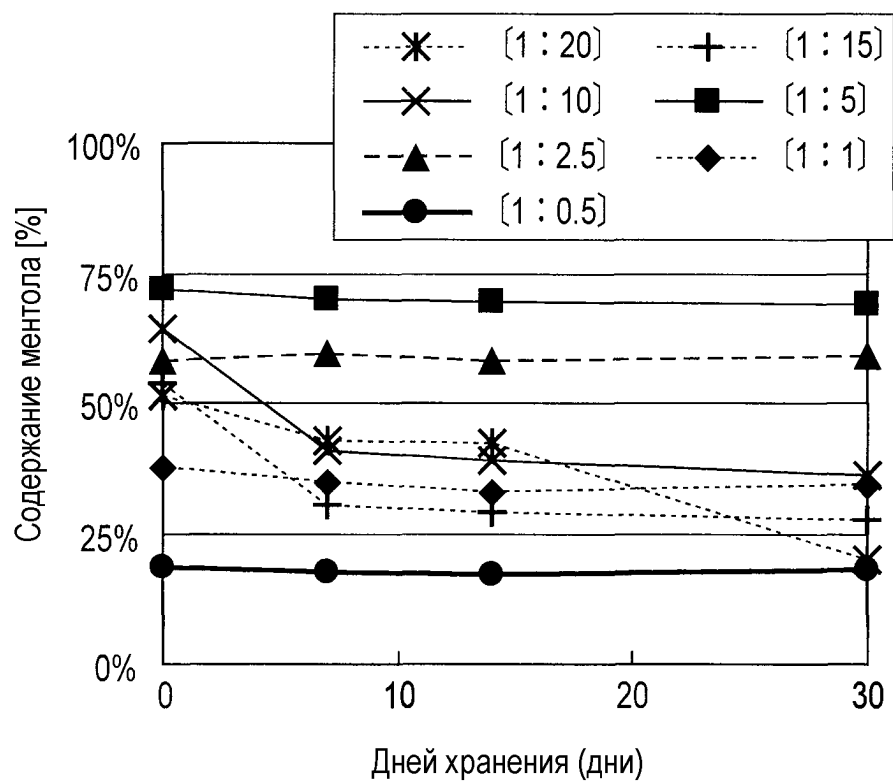
Фиг. 9С



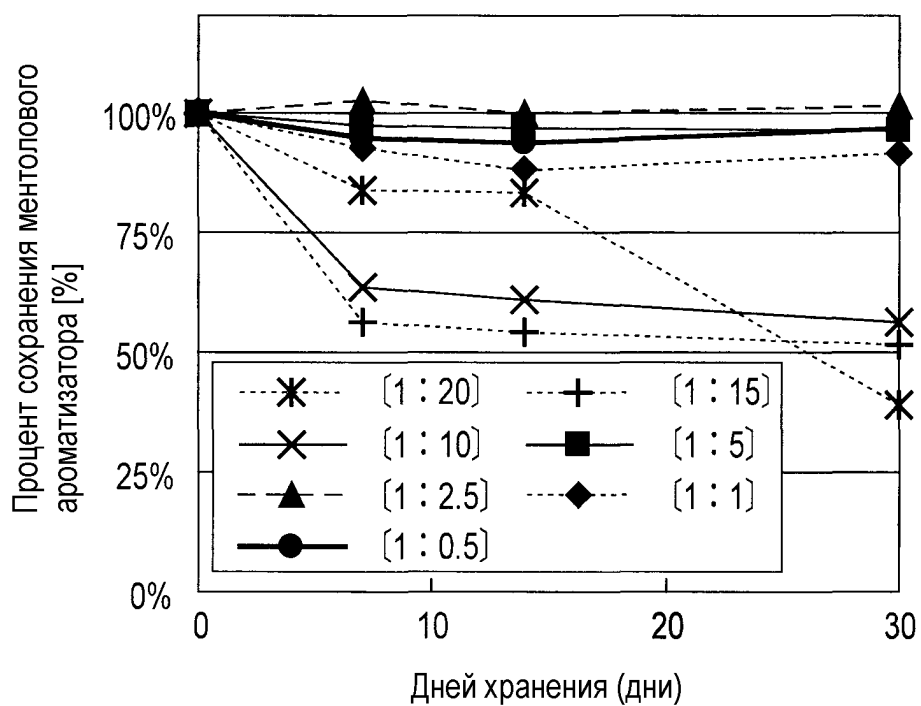
Фиг. 9D



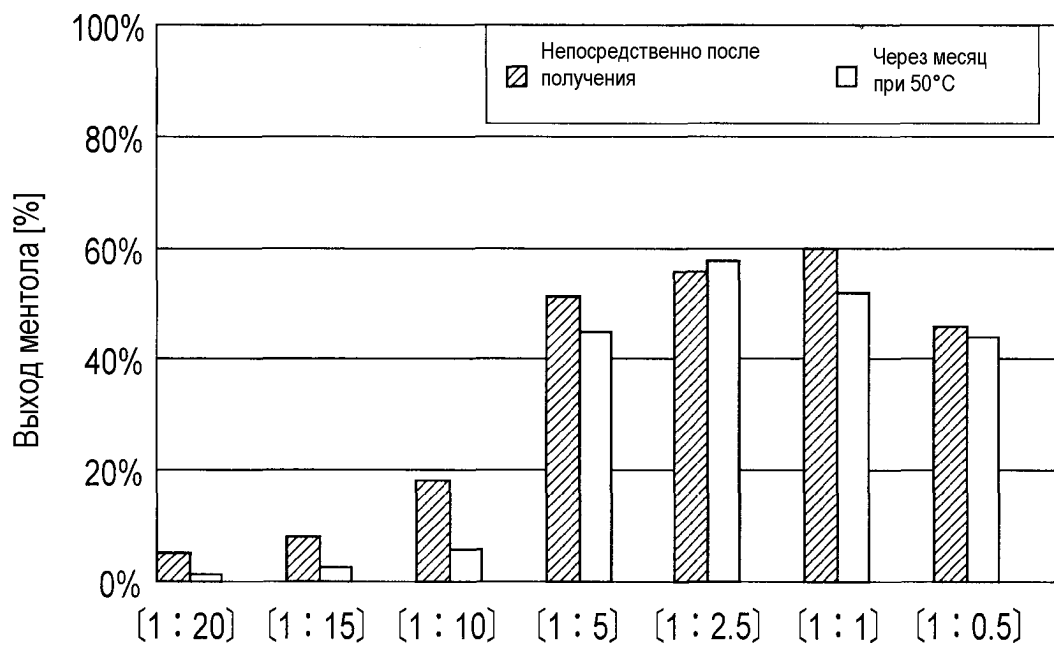
Фиг. 9E



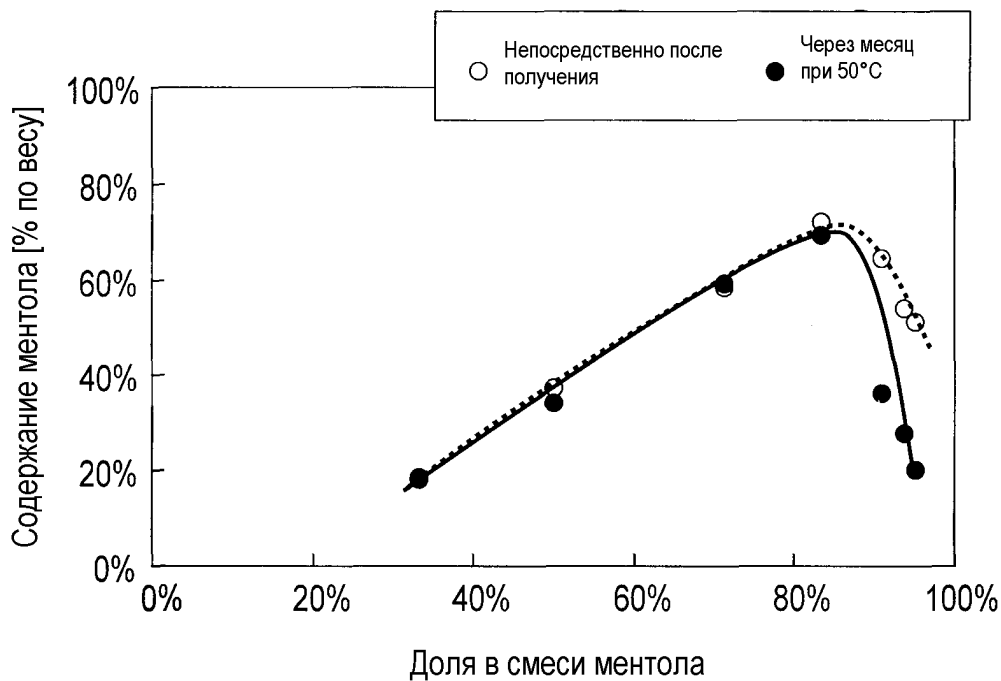
Фиг. 9F



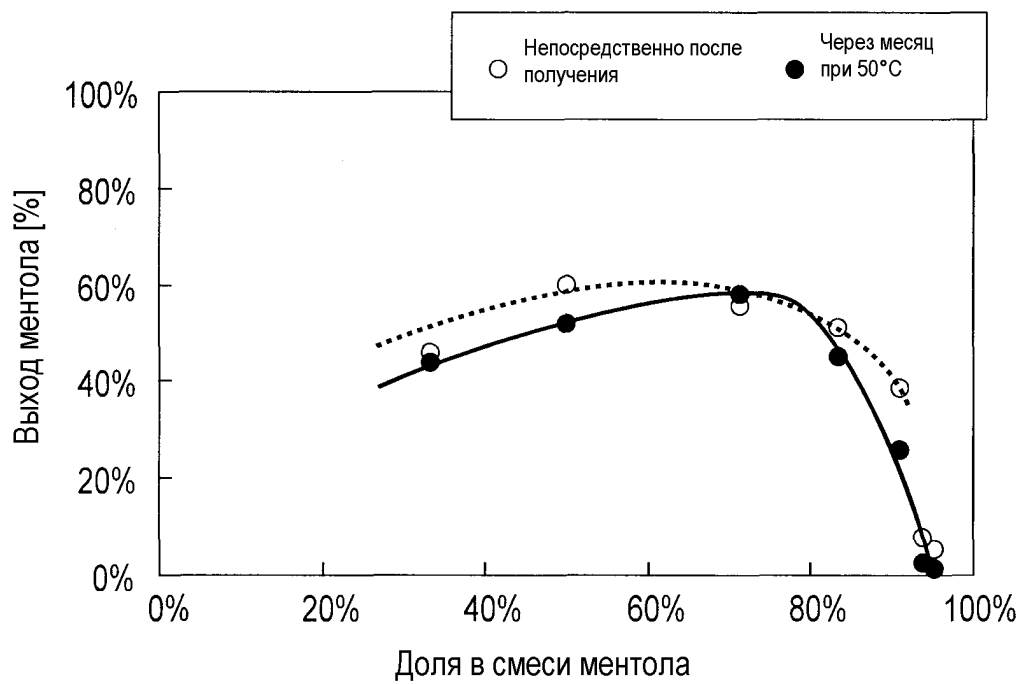
Фиг. 9G



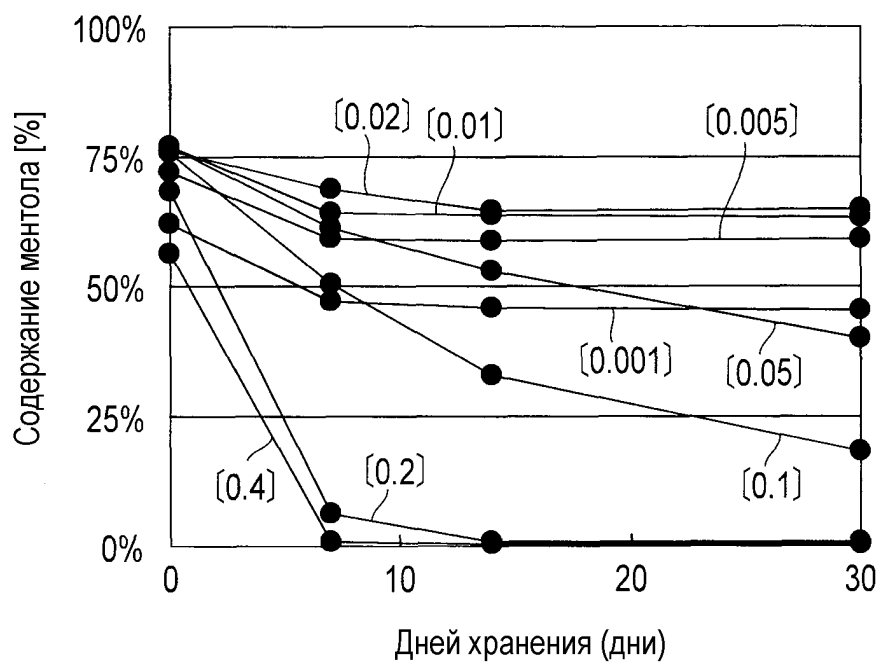
Фиг. 9H



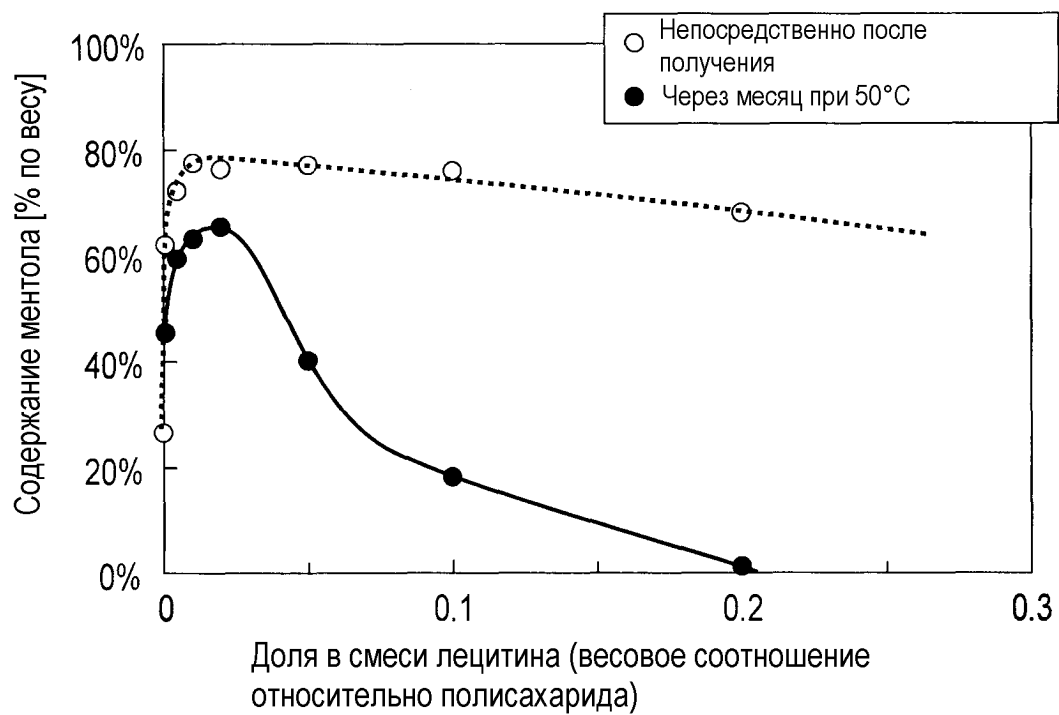
Фиг. 9I



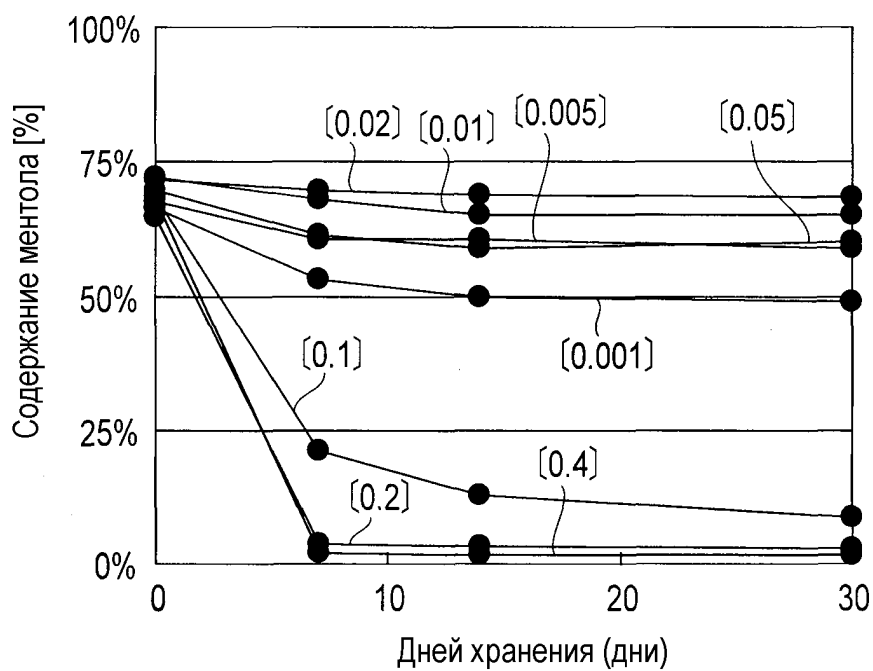
Фиг. 9J



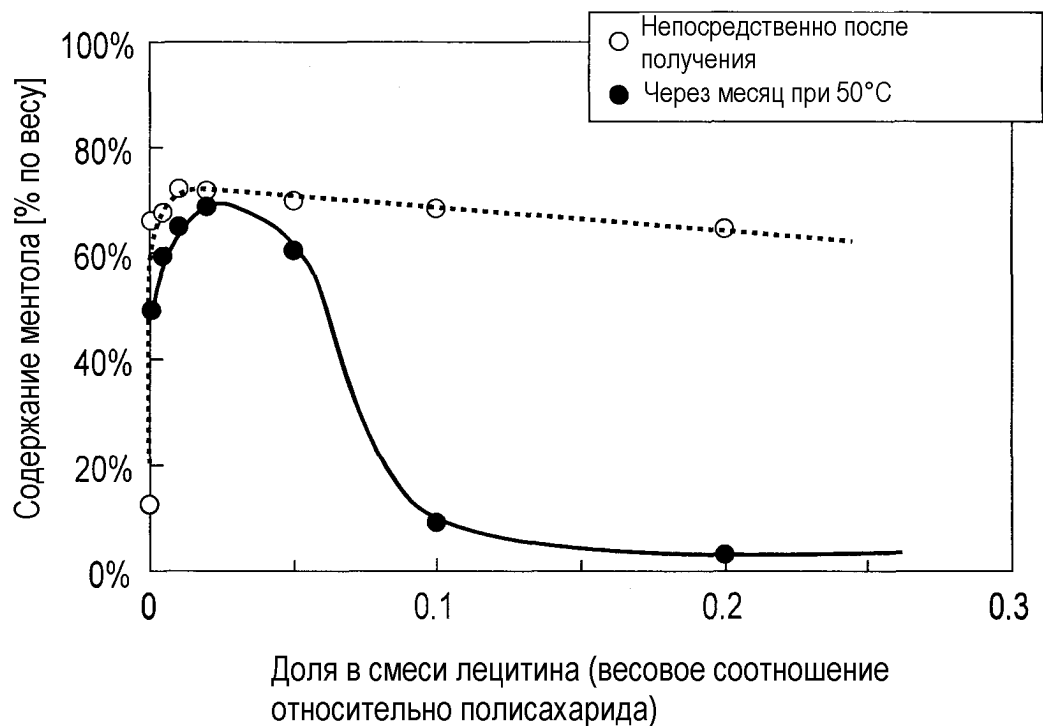
Фиг. 10A



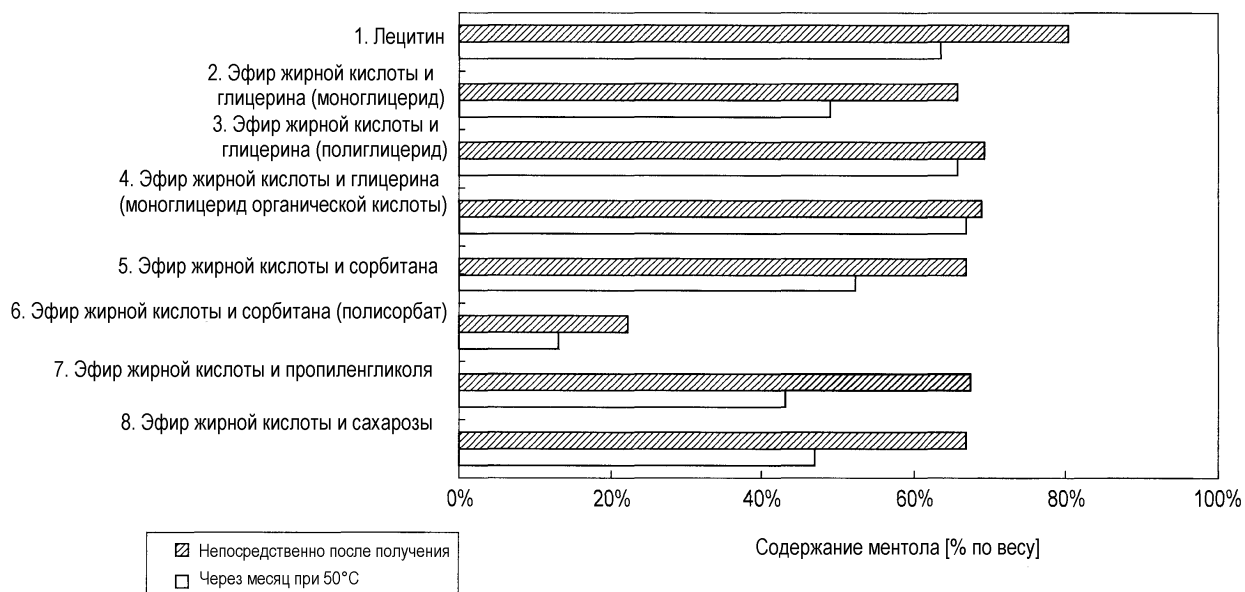
Фиг. 10В



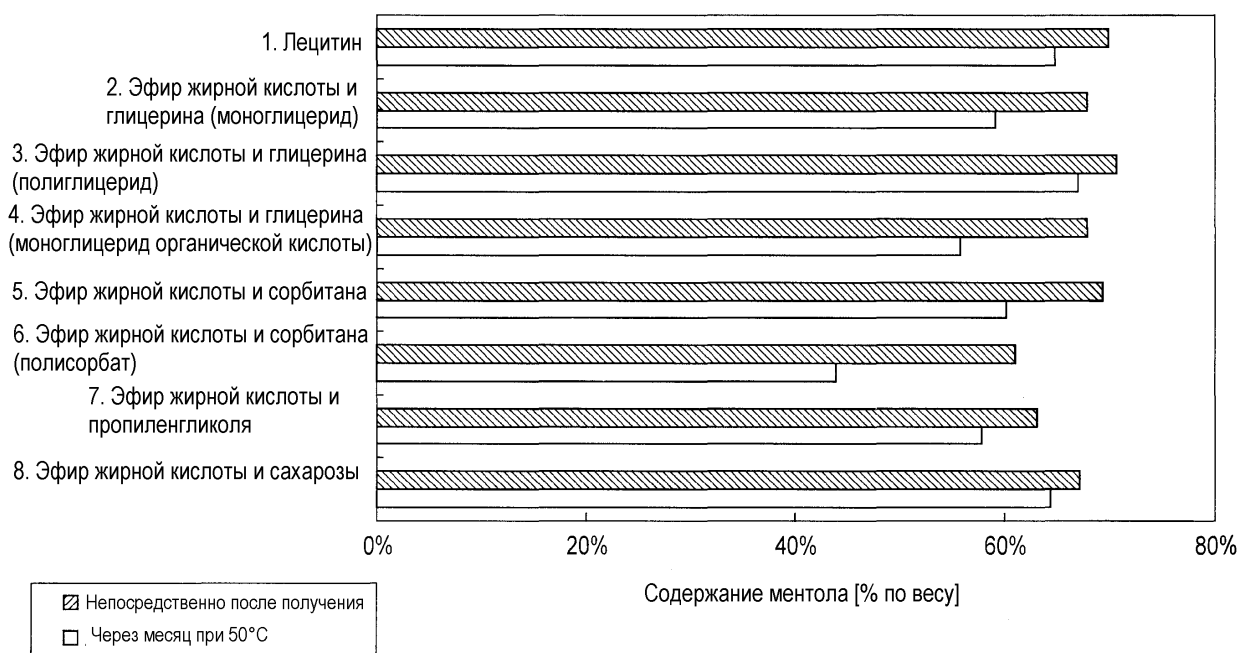
Фиг. 10С



Фиг. 10D



Фиг. 11A



Фиг. 11В