

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6832950号
(P6832950)

(45) 発行日 令和3年2月24日(2021.2.24)

(24) 登録日 令和3年2月4日(2021.2.4)

(51) Int.Cl. F 1
A 2 4 D 3/04 (2006.01)
A 2 4 D 3/14 (2006.01)

請求項の数 10 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2018-549702 (P2018-549702)	(73) 特許権者	000004569
(86) (22) 出願日	平成28年11月10日(2016.11.10)		日本たばこ産業株式会社
(86) 国際出願番号	PCT/JP2016/083429		東京都港区虎ノ門四丁目1番1号
(87) 国際公開番号	W02018/087870	(74) 代理人	110002860
(87) 国際公開日	平成30年5月17日(2018.5.17)		特許業務法人秀和特許事務所
審査請求日	平成31年4月19日(2019.4.19)	(72) 発明者	寺尾 文貴
			日本国東京都墨田区横川一丁目17番7号
			日本たばこ産業株式会社内
		(72) 発明者	末吉 真悟
			日本国東京都墨田区横川一丁目17番7号
			日本たばこ産業株式会社内
		(72) 発明者	川田 正美
			日本国東京都墨田区横川一丁目17番7号
			日本たばこ産業株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 球状の粉末凝集体及びその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

核剤、バインダー、増粘剤を含む材料から構成される球状の粉末凝集体であって、粉末凝集体の粒径が1.0～6.0mmであり、

破壊強度が5.0～25.0Nであり、ひずみ率が6.0～30.0%であり、

前記バインダーが澱粉である、喫煙物品用の球状の粉末凝集体。

【請求項2】

前記核剤がラクトースである、請求項1に記載の球状の粉末凝集体。

【請求項3】

前記増粘剤がジェランガム、キサントガム、グアーガム、ゼラチン、脱アシル型ジェランガム、タマリンドガム、カラギナン、ローカストビーンガム、寒天、アラビアガムから選ばれる一種以上である、請求項1または2に記載の球状の粉末凝集体。

【請求項4】

前記粉末凝集体における核剤の含有量が、70～95重量%である、請求項1～3のいずれか一項に記載の球状の粉末凝集体。

【請求項5】

核剤、バインダー、増粘剤及び水を含むスラリーを、振動中の粉体に滴下してスラリーと粉体から構成される第一の球状中間組成物を形成させる第一の工程と、第一の球状中間組成物を品温が55～65℃となる条件下で乾燥させて第二の球状中間組成物を得るための第二の工程と、第二の球状中間組成物を品温が125～135℃となる条件下で乾燥さ

10

20

せて球状の粉末凝集体を得るための第三の工程を含み、

前記バインダーが澱粉である、喫煙物品用の球状の粉末凝集体の製造方法。

【請求項 6】

前記核剤と粉体が同じ物質である、請求項 5 に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

【請求項 7】

前記核剤が、ラクトースである、請求項 5 または 6 に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

【請求項 8】

前記増粘剤がジェランガム、キサンタンガム、グアーガム、ゼラチン、脱アシル型ジェランガム、タマリンドガム、カラギナン、ローカストビーンガム、寒天、アラビアガムから選ばれる一種以上である、請求項 5 ～ 7 のいずれか一項に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

10

【請求項 9】

第二の工程における乾燥を、第一の球状中間組成物を振動させながら行う、請求項 5 ～ 8 のいずれか一項に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

【請求項 10】

第三の工程における乾燥を、第二の球状中間組成物を振動させながら行う、請求項 5 ～ 9 のいずれか一項に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

20

【0001】

本発明は、球状の粉末凝集体及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

フィルター内の粉末を吸引することで、味や香り、またはその両方を楽しむシガレットが知られている。例えば特許文献 1 には、フィルター内の室に粒状物質を収容し、流体通路を介して粒状物質を送出端に供給することが開示されている。

また、特許文献 2 には、たばこ製品に関する技術として、天然多糖類またはその誘導体からなる固体粒子に、香料を封入することが記載されている。

特許文献 3 には、パウダーが内包されたカプセルを有するシガレットが記載されている。

30

特許文献 4 には、主流煙から少なくとも一つの煙成分を除去するためにフィルター内に配置されている、たばこ粒子を含むタバコピースが記載されている。

特許文献 5 には、持続放出性の液体送出材料をフィルタ部に組み込んだ喫煙物品が記載されている。特許文献 5 に記載された液体送出材料は、マトリックス形成ポリマーと可塑剤とを含むポリマーマトリックスを含み、マトリックス形成ポリマーとして、アルギン酸及びペクチンが記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

40

【特許文献 1】 特開昭 60-192581 号公報

【特許文献 2】 特開昭 64-27461 号公報

【特許文献 3】 国際公開第 2014/155378 号

【特許文献 4】 特表 2008-531008 号公報

【特許文献 5】 特表 2014-532435 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

特許文献 1 ～ 3 に記載の発明では、香料そのものあるいは香料の担体として、粉末を用いている。

50

しかし、これらの発明で用いられる粉末は、いずれもそれ自身が成形されているものではなく、破壊後に細粒の粉末を形成する球状の粉末凝集体についてはこれらの特許文献には記載されていない。

ここで、食品等の分野で用いられる粉末の一般的な成形法としては、湿式押出造粒工程及び整粒工程を含む方法や、製丸機を用いて粉末を球状に成形して成形物を得る方法が知られている。

しかし、従来から知られている食品等の分野で用いられている一般的な粉末の成形法を用いて得られる成形物は非常に硬く、人の指によって破壊して細粒状にすることは困難であった。

特許文献4や5に記載されたビーズや液体送出材料は、使用者の指の力で破壊することは想定されていない。特許文献4に記載されたタバコビーズは押出成形を用いて作製されるものであることから、人の指の力で破壊することはできないと推定できる。

特許文献5に記載された液体送出材料を構成するマトリックス構造を形成するのは粉末ではなく、イオン架橋が必要なポリマーである。

【0005】

これらのことから、本発明では、喫煙物品等に適用可能であり、人の指により容易に破壊されて細粒状にできる程度の硬さを有し、心地よい割れ心地を使用者に与える球状の粉末凝集体と、その球状の粉末凝集体の製造方法を提供することを課題とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者が鋭意検討した結果、核剤、バインダー、増粘剤を含む材料から構成される球状の粉末凝集体であって、粉末凝集体の粒径が1～6 mmであり、粉末凝集体の破壊強度が5.0～25.0 Nであり、ひずみ率が6.0～30.0 %であると、人の指により容易に破壊することができ、心地よい割れ心地を使用者に与えるとともに、破壊後に細粒状の粉末が生じることが分かった。

また、本発明者が鋭意検討した結果、核剤、バインダー、増粘剤及び水を含むスラリーを、振動中の粉体に滴下してスラリーと粉体から構成される第一の球状中間組成物を形成させる第一の工程と、第一の球状中間組成物を品温が55～65℃となる条件下で乾燥させて第二の球状中間組成物を得るための第二の工程と、第二の球状中間組成物を品温が125～135℃となる条件下で乾燥させて球状の粉末凝集体を得るための第三の工程を含む、球状の粉末凝集体の製造方法により、上記の物性を有する球状の粉末凝集体が得られることが分かった。

【0007】

すなわち、本発明は、以下のとおりである。

[1] 核剤、バインダー、増粘剤を含む材料から構成される球状の粉末凝集体であって、粉末凝集体の粒径が1.0～6.0 mmであり、破壊強度が5.0～25.0 Nであり、ひずみ率が6.0～30.0 %である、球状の粉末凝集体。

[2] 前記核剤がラクトースである、[1]に記載の球状の粉末凝集体。

[3] 前記バインダーが澱粉、ゼラチン、アラビアガム、ポリビニルアルコールおよびカルボキシメチルセルロースから選ばれる1種以上の水溶性ポリマーである、[1]または[2]に記載の球状の粉末凝集体。

[4] 前記増粘剤がジェランガム、キサンタンガム、グアーガム、ゼラチン、脱アシル型ジェランガム、タマリンドガム、カラギナン、ローカストビーンガム、寒天、アラビアガムから選ばれる一種以上である、[1]～[3]のいずれかに記載の球状の粉末凝集体。

[5] 前記粉末凝集体における核剤の含有量が、70～95重量%である、[1]～[4]のいずれかに記載の球状の粉末凝集体。

[6] 核剤、バインダー、増粘剤及び水を含むスラリーを、振動中の粉体に滴下してスラリーと粉体から構成される第一の球状中間組成物を形成させる第一の工程と、第一の球状中間組成物を品温が55～65℃となる条件下で乾燥させて第二の球状中間組成物を得

10

20

30

40

50

るための第二の工程と、第二の球状中間組成物を品温が125～135℃となる条件下で乾燥させて球状の粉末凝集体を得るための第三の工程を含む、球状の粉末凝集体の製造方法。

〔7〕 前記核剤と粉体が同じ物質である、〔6〕に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

〔8〕 前記核剤が、ラクトースである、〔6〕または〔7〕に記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

〔9〕 前記バインダーが澱粉、ゼラチン、アラビアガム、ポリビニルアルコールおよびカルボキシメチルセルロースから選ばれる1種以上の水溶性ポリマーである、〔6〕～〔8〕のいずれかに記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

10

〔10〕 前記増粘剤がジェランガム、キサントガム、グアーガム、ゼラチン、脱アシル型ジェランガム、タマリンドガム、カラギナン、ローカストビーンガム、寒天、アラビアガムから選ばれる一種以上である、〔6〕～〔9〕のいずれかに記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

〔11〕 第二の工程における乾燥を、第一の球状中間組成物を振動させながら行う、〔6〕～〔10〕のいずれかに記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

〔12〕 第三の工程における乾燥を、第二の球状中間組成物を振動させながら行う、〔6〕～〔11〕のいずれかに記載の球状の粉末凝集体の製造方法。

【発明の効果】

【0008】

20

本発明の球状の粉末凝集体は、その破壊強度が人の指により容易に破壊できる程度であり、心地よい割れ心地を使用者に与えるとともに、破壊後には当該球状の粉末凝集体の細粒が生じる。したがって、本発明の球状の粉末凝集体をシガレットのような喫煙物品のフィルター等に配置した場合、喫煙者の指により破壊された細粒が、喫煙者の口腔内に容易に到達できるようになる。

また、本発明の球状の粉末凝集体の製造方法によれば、人の指により容易に破壊できる破壊強度を有し、心地よい割れ心地を使用者に与えるとともに、破壊後には大きな塊ではなく細粒が生じる球状の粉末凝集体を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0009】

30

【図1】球状の粉末凝集体の破壊強度を測定する際の、粉末凝集体の各状態を示す図である。

【図2】球状の粉末凝集体の破壊強度を測定する際の、レオメータの接触子の変位と応力との関係を示す図である。

【図3】球状の粉末凝集体の破壊前と破壊後の各状態を示す図（写真）である。

【図4】レオメータによる、実施例1の粉末凝集体の測定の際の荷重と経過時間の関係を示す図である。

【図5】レオメータによる、実施例2の粉末凝集体の測定の際の荷重と経過時間の関係を示す図である。

【図6】レオメータによる、実施例3の粉末凝集体の測定の際の荷重と経過時間の関係を示す図である。

40

【図7】レオメータによる、比較例1の粉末凝集体の測定の際の荷重と経過時間の関係を示す図である。

【図8】レオメータによる、比較例2の粉末凝集体の測定の際の荷重と経過時間の関係を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

以下、本発明について実施形態及び例示物等を示して詳細に説明するが、本発明は以下の実施形態及び例示物等に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において任意に変更して実施できる。

50

【0011】

本発明の一実施態様である球状の粉末凝集体は、核剤、バインダーおよび増粘剤を含む材料から構成される球状の粉末凝集体であって、レオメータによりMODE 3の条件下においてロードセル最大応力を200N、テーブルの移動速度は20.0mm/minの条件で測定したときの破壊強度が5.0～25.0Nである。

また、本発明の球状の粉末凝集体のひずみ率は6.0～30.0%である。ここでいうひずみ率とは、上記のレオメータによる破壊強度の測定時において、接触子が粉末凝集体に接触してから、粉末凝集体が破壊されるまでに移動した距離を、粉末凝集体の粒径で除した値に100を乗じて得られる数値であり、破壊時変位ともいう。このひずみ率が小さいほど、粉末凝集体の圧縮幅が小さい状態で破壊が起きることになる。

10

本発明の球状の粉末凝集体が、上記の破壊強度の範囲とひずみ率の範囲を有することは、人の指により容易に破壊でき、心地よい割れ心地を奏するとともに、破壊後には大きな塊ではなく細粒が生じることに寄与する。

【0012】

本発明の球状の粉末凝集体の破壊強度の範囲については、6.5～23.0Nである態様を挙げることができ、7.5～20.0Nである態様も挙げることができる。また、ひずみ率については、6.5～30.0%である態様も挙げることができ、7.0～25.0%である態様も挙げることができる。

また、本発明の一実施態様である球状の粉末凝集体において、粒径の範囲が1.0mm以上3.5mm未満のとき、破壊強度の範囲が5.0～8.0Nであり、ひずみ率が10.0～30.0%である態様を挙げることができ、粒径の範囲が3.5mm以上4.5mm未満のとき、破壊強度の範囲が14.0～25.0Nであり、ひずみ率が6.0～15.0%である態様を挙げることができ、粒径の範囲が4.5mm以上6.0mm以下のとき、破壊強度の範囲が7.0～22.0Nであり、ひずみ率が6.0～16.0%である態様を挙げることができる。

20

【0013】

本発明でいう粉末凝集体とは、それを構成する材料からなる結晶粒子が寄り集まって一つの球状塊を形成しているものである。例えば、本発明の製造方法により作製された粉末凝集体は、水を含むスラリーと粉体の混合物を、二段階の乾燥工程にかけて水分を段階的に揮散させて得た物であり、その過程でスラリーに溶解していた核剤等が結晶粒子等として析出及び凝集して球状塊を形成しているものである。このような成り立ちから、本発明の粉末凝集体は多孔質である。

30

本発明の球状の粉末凝集体における「球状」とは、真球のものに限らず略球状のものや楕円体も含む。

球状の粉末凝集体の粒径は1.0～6.0mmである。本発明において、球状の粉末凝集体の粒径は最大径を意味する。この粒径はシガレットのような喫煙物品の用途に用いることを考慮すると、2.5～5.5mmである態様が好ましく、3.0～4.5mmであることがより好ましい。

球状の粉末凝集体の粒径は、後述する方法で作製する場合には、核剤、バインダー、増粘剤および水を含む材料を粉中滴下する際に用いるノズルの径を調整することで調整できる。

40

【0014】

前記核剤としては、常温で粉末の糖類を挙げることができ、好ましくはラクトースを挙げることができる。

球状の粉末凝集体における、核剤の含有量は、球状の粉末凝集体の全量に対し、70～95重量%である態様を挙げることができ、75～90重量%である態様が好ましい。

核剤の含有量が上記範囲であると、粉末凝集体の破壊強度として好ましい値を得ることができる。

【0015】

前記バインダーとしては、澱粉、ゼラチン、アラビアガム、ポリビニルアルコール、カ

50

ルボキシメチルセルロースなどの水溶性ポリマーを用いることができる。その中でも、澱粉を好ましく用いることができる。

球状の粉末凝集体における、バインダーの含有量は、球状の粉末凝集体の全量に対し0.5～3.0重量%である態様を挙げることができ、0.8～2.0重量%である態様が好ましい。

このような含有量であると、球状の粉末凝集体の破壊強度として好ましい値を得ることができる。

【0016】

前記増粘剤としては、ジェランガムを挙げることができる。その中でも、ネイティブ型のジェランガムを用いることが好ましい。ネイティブ型ジェランガムは、1-3結合したグリコースに、アセチル基とグリセリル基が存在するものである。本発明で用いるネイティブ型ジェランガムの平均分子量のグレードは、100, 000～700, 000のものを挙げることができる。

上記のジェランガムを単独で用いてもよく、以下のその他の増粘剤と組み合わせて用いてもよい。

ジェランガム以外の増粘剤としては、例えば、キサンタンガム、グアーガム、ゼラチン、脱アシル型ジェランガム、タマリンドガム、カラギナン、ローカストビーンガム、ペクチン、寒天、アラビアガム、アルギン酸塩から選ばれる1種以上を用いることもできる。

本発明ではイオン架橋が必要となる増粘剤、例えばペクチンやアルギン酸塩を用いることはできるが、そのようなイオン架橋が必要となる増粘剤は用いないことが好ましい。

本発明の球状の粉末凝集体に増粘剤が含まれていることにより、その製造時において真球性を保つことに寄与する。

球状の粉末凝集体における、増粘剤の含有量は、球状の粉末凝集体の全量に対し0.01～0.2重量%である態様を挙げることができ、0.01～0.1重量%である態様が好ましい。

【0017】

球状の粉末凝集体には、中鎖脂肪酸トリグリセリドが含まれていることが好ましい。中鎖脂肪酸トリグリセリドが含まれていると、球状の粉末凝集体の保存中や輸送中に、球状の粉末凝集体が崩れて微粉が発生したりすることを防止できる。

中鎖脂肪酸の炭素数としては6～12を挙げることができる。

中鎖脂肪酸トリグリセリドの球状の粉末凝集体における含有量は、4.0～15.0重量%である態様を挙げることができる。

また、中鎖脂肪酸トリグリセリドが球状の粉末凝集体に含まれている場合、球状の粉末凝集体の製造に用いる原料中での中鎖脂肪酸トリグリセリドの性状を調整するために、レシチンのような界面活性剤が用いられることがある。そのような場合、球状の粉末凝集体には、レシチンのような界面活性剤が含まれることになる。レシチンは市販品を用いることができる。界面活性剤が含まれる場合の球状の粉末凝集体における界面活性剤の含有量は、0.5～5.0重量%である態様を挙げることができる。

【0018】

本発明の球状の粉末凝集体には、呈味剤が含まれてもよい。呈味剤としては特に制限はなく、スクラロース等を挙げることができる。

球状の粉末凝集体におけるこのような呈味剤の含有量は、球状の粉末凝集体の全量に対し0.5～5.0重量%である態様を挙げることができる。

【0019】

また、本発明の球状の粉末凝集体には、香料が含まれてもよい。香料の種類としては特に制限されず、既存の香料を使用できる。なかでも、粉末香料および油性香料が適している。主な粉末香料としては、カモミール、フェヌグreek、メンソール、ハッカ、シンナモン、ハーブ等を粉末にしたものが挙げられる。また、主な油性香料としては、ラベンダー、シンナモン、カルダモン、セレリー、チョウジ、カスカリラ、ナッツメグ、サンダルウッド、ベルガモット、ゼラニウム、ハチミツエッセンス、ローズ油、バニラ、レモン、

10

20

30

40

50

オレンジ、ハッカ、ケイ皮、キャラウエー、コニャック、ジャスミン、カモミール、メントール、カシヤ、イランイラン、セージ、スペアミント、フェンネル、ピメント、ジンジャー、アニス、コリアンダ、コーヒー等の油が挙げられる。これらの粉末香料および油性香料は、単独で用いてもよく、また混合して用いてもよい。粉末香料を用いる場合、その粒径は500 μm 以下であることが好ましい。香料は液体もしくは口腔内で実質的に溶解可能であることが好ましい。香料成分の添加量は、核剤に対し10重量%以下であることが好ましい。

【0020】

球状の粉末凝集体における水分含有量は、0.3～1.5重量%であることが好ましく、0.4～1.0重量%であることがさらに好ましい。このような水分含有量である場合、以下で説明する球状の粉末凝集体の破壊強度の確保に寄与する。

10

【0021】

球状の粉末凝集体には、上記の成分以外にも、球状の粉末凝集体の製造工程において使用することが好ましい成分、例えば、上記の脂肪酸トリグリセリドの溶解に必要となる、レシチンのような界面活性剤が含まれていてもよい。

このような他の成分は、球状の粉末凝集体に対して3.0重量%以下含まれている態様を挙げることができる。

【0022】

本発明の粉末凝集体は、粉末凝集体内の空隙率が高く、かつ空隙が中心部分のみに集中するのではなく凝集体内に均一に空隙を有することが推定され、表面にも割れ目状の空隙が存在するため、例えば香料のような液体物質を容易に吸収しまた保持することが期待できる。

20

そのため、本発明の粉末凝集体は香料の保持材や担持材としての用途に用いることができる。

【0023】

本発明の粉末凝集体は、適当なコーティング剤でその周囲がコーティングされていてもよい。コーティング剤としては、シェラック、硬化油、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、プルランなどを挙げることができる。

【0024】

<破壊強度とその測定法>

30

本発明の球状の粉末凝集体は、その破壊強度が5.0～25.0Nである。

破壊強度の測定については、図1の(a)～(d)で示す各状態を経て行われる。それらの各時点での変位(歪みの距離)と応力の関係を概略的に示したのが図2である。

図1の(a)は、レオメータの接触子が下降し、球状の粉末凝集体にその接触子が触れた状態を示す(図2の(a)の時点)。

図1の(b)は、レオメータの接触子が下降を続け、球状の粉末凝集体が歪み始めて接触子への応力が発生している状態を示している。図2の(b)で示すように、歪みの距離と応力との関係は基本的に一次直線である。

図1の(c)は、球状の粉末凝集体がある程度歪んだ後、破壊された状態を示している。図2の(c)で示すように、破壊される直前の応力の最大値が破壊強度に相当し、その時点の変位を破壊時変位とする。破壊直後に応力が解放され、瞬間的に0Nに近づく。

40

図1の(d)は、球状の粉末凝集体の破壊後も続けて接触子が下降し、上記(c)で破壊された球状の粉末凝集体の破壊片がさらに細かく破壊された状態を示す(図2の(d))。図2の(d)で示されるように、この段階でも個々の破壊片からの応力が発生している。

図3は、上記(a)及び(b)の状態の球状の粉末凝集体、(c)の状態の球状の粉末凝集体、(d)の状態の球状の粉末凝集体のそれぞれを示す写真である。

【0025】

破壊強度の測定の際に用いるレオメータとしては、例えば、サン科学社製のCR-3000EX-Sを用いることができる。接触子としては、圧縮強度試験用のものを用いる。

50

接触子の下降速度としては20.0mm/min、レオメータにかける球状の粉末凝集体の粒径は1.0~6.0mmを採用する。

【0026】

本発明の球状の粉末凝集体の製造方法は、以下の工程を含む。

核剤、バインダー、増粘剤及び水を含むスラリーを、振動中の粉体に滴下してスラリーと粉体から構成される第一の球状中間組成物を形成させる第一の工程と、第一の球状中間組成物を品温が55~65℃となる条件下で乾燥させて第二の球状中間組成物を得るための第二の工程と、第二の球状中間組成物を品温が125~135℃となる条件下で乾燥させて球状の粉末凝集体を得るための第三の工程を含む。

【0027】

第一の工程では、まず、核剤、バインダー、増粘剤及び水を含むスラリーを準備する。

当該スラリーは、まず70~80℃に加温した水に、増粘剤、バインダー、核剤の順序で、これらの材料を加えることで準備できる。

増粘剤を加える前に、球状の粉末凝集体の保存時や輸送時に微粉が発生することを防止するための、中鎖脂肪酸トリグリセリドを加えてもよい。また、当該中鎖脂肪酸トリグリセリドを乳化するために、レシチンのような界面活性剤を増粘剤の添加前に加えてもよい。中鎖脂肪酸トリグリセリドと乳化剤を加える場合、中鎖脂肪酸トリグリセリドを乳化するための攪拌操作を行ってもよい。攪拌操作としては、4000~6000rpmで10~20分程度攪拌する態様を挙げることができる。

核剤を加える前に、滴下に適した粘度に調節するため、スラリーを30℃以下にまで一旦冷却することが好ましい。

核剤をスラリーに加えた後、甘味料を加えてもよい。また、その後にスラリーの滴下量を調整するための（スラリーの表面張力を調整するため）のエチルアルコールのようなアルコールをスラリーに添加してもよい。

【0028】

スラリーにおける水の含有量は、振動中の粉体に滴下する際のスラリー（以下、滴下用スラリーともいう）の全量を基準として、15~50重量%である態様を挙げることができ、27.5~40重量%であることが、滴下用スラリーの分散剤としての機能を果たすとともに、滴下用スラリーに適度な粘度を付与する観点から好ましい。

【0029】

滴下用スラリーの全量に対する核剤の含有量は、50~80重量%である態様を挙げることができ、55~65重量%であることが、最終生成物である球状の粉末凝集体に、適度な破壊強度と、十分な密度を付与する観点から好ましい。滴下用スラリーの全量に対する核剤の含有量を大きくすると、球状の粉末凝集体の真球性を高めることができる。

核剤の材料としては、ラクトースのような常温で粉末の糖類を用いることが好ましい。

【0030】

滴下用スラリーの全量に対するバインダーの含有量は、0.1~3重量%である態様を挙げることができ、0.5~1.5重量%であることが、最終生成物である球状の粉末凝集体に、適度な破壊強度を付与する観点から好ましい。

前記バインダーとしては、澱粉、ゼラチン、アラビアガム、ポリビニルアルコール、カルボキシメチルセルロースなどの水溶性ポリマーを用いることができる。その中でも、澱粉を好ましく用いることができる。

【0031】

滴下用スラリーの全量に対する増粘剤の含有量は、0.001~0.2重量%である態様をあげることができ、0.001~0.05重量%であることが、滴下用スラリーに適度な粘度を付与することができ、粉体への滴下速度の調整を行いやすくする観点から好ましい。スラリーに増粘剤を含有させることで、スラリーの滴下時に液滴の形状が保持され、最終生成物である球状の粉末凝集体の真球性を向上させることができる。

増粘剤としては、ジェランガムを挙げることができる。その中でも、ネイティブ型のジェランガムを用いることが好ましい。ネイティブ型ジェランガムは、1-3結合したグリ

10

20

30

40

50

コースに、アセチル基とグリセリル基が存在するものである。本発明で用いるネイティブ型ジェランガムの平均分子量のグレードは、100,000～700,000のものを挙げることができる。

上記のジェランガムを単独で用いてもよく、上記で例示したその他の増粘剤と組み合わせて用いてもよい。

本発明の球状の粉末凝集体の製造方法では、粉末凝集体の形成にイオン架橋を用いる必要がないので、増粘剤としてイオン架橋を行わせるものを用いる必要はない。

【0032】

スラリーに中鎖脂肪酸トリグリセリドを含有させる場合、滴下用スラリーの全量に対する中鎖脂肪酸トリグリセリドの含有量は、2.5～10重量%である態様をあげることができ、3.5～7.5重量%であることで、最終生成物である球状の粉末凝集体が保存中や輸送中にその表面が崩れて微粉が生じることを防止することができることから好ましい。

10

中鎖脂肪酸トリグリセリドの脂肪酸の炭素数は6～12を上げることができる。

また、スラリーに中鎖脂肪酸トリグリセリドを含有させる場合、界面活性剤もスラリーに含有させる態様を上げることができる。その場合、滴下用スラリーの全量に対する界面活性剤の含有量は、0.1～3.0重量%である態様をあげることができる。界面活性剤の具体例としては、レシチンを上げることができ、レシチンは市販品を用いることができる。

【0033】

20

第一の工程では、前記の材料を含むスラリーを、滴下するスラリーに対して過剰量の振動中の粉体中に滴下する（粉中滴下）。滴下については、適当なノズル径を有するノズルを用いて行う態様を上げることができる。

なお、滴下に用いるノズルの先端部分における表面張力を下げるために、上記の滴下用スラリーには、適当なアルコール、例えばエチルアルコールを含有させてもよい。滴下用スラリーにおけるアルコールの含有量は2.0～5.0重量%を上げることができる。

【0034】

スラリーを滴下させる滴下先の粉体としては、球状の粉体凝集体に含まれる核剤と同様に、常温で粉末の糖類を上げることができる。具体的には、ラクトースを上げることができる。球状の粉体凝集体に含まれる核剤と同じ材料を粉体として用いる態様が、粉体中にスラリーを滴下した時に、スラリーと粉体との馴染みが良くなり、最終生成物である球状の粉末凝集体の性状が安定するため好ましい。一方、滴下するスラリーに含まれる核剤と、滴下先の粉体とが異なる材料であっても、スラリーの滴下時におけるスラリーと粉体との馴染みが良く、球状の粉体凝集体をもたらす第一の球状中間組成物を生成しうるものであれば、粉体の材料は特に制限されない。

30

【0035】

スラリーを粉体に滴下させる際には、単位時間あたりの滴下数：180～2500滴／分、一滴あたりの重量：25～30mg／滴を上げることができる。

スラリーは振動中の粉体中に滴下させる。振動中の過剰量の粉体に滴下させることで、スラリーの滴が球状または略球状を維持したまま速やかにその周囲を囲む粉体を吸収し、第一の球状中間組成物が生じる。振動フィーダーの振動数については、第一の球状中間組成物が球状を維持できる程度であれば特に制限はない。例えば、振動数：40～60Hzを上げることができる。

40

【0036】

粉体を振動させる手段については、振動フィーダーを上げることができる。振動フィーダーとして、搬送手段を兼ねたものを用いる場合、スラリーの滴下に用いるノズルを固定し、滴下先の粉体を移動させながら振動させることで、連続的なスラリーの滴下により、連続的に第一の球状中間組成物を生成させることができる。搬送手段を兼ねた振動フィーダーを用いると、生成した第一の球状中間組成物を、送出端に配置した回収容器に回収できる。なお、スラリーの滴下に用いるノズルの径を変えることで、最終生成物である球状

50

の粉末凝集体の粒径を調整することができる。

第一の球状中間組成物は、滴下したスラリーに滴下先の粉体加わったものである。滴下のタイミングと、搬送手段を兼ねた振動フィーダーによる搬送速度は適宜調整できるが、例えば、球状の第一の中間組成物が180個／分で生成するような速度を上げることができる。

第一の球状中間組成物の水分含有量は、10～14重量％であることが好ましい。第一の球状中間組成物が、このような水分含有量であると、後の第二の工程と第三の工程による乾燥を経た最終生成物である球状の粉末凝集体の強度が所定の範囲になるので好ましい。

【0037】

第一の球状中間組成物は、第二の工程において、品温が55～65℃程度、より好ましくは58～62℃程度、特に好ましくは約60℃になるような条件下で乾燥させる。その際、第一の球状中間組成物の水分含有量が8～11重量％程度にまで減少させることが好ましい。品温が55～65℃程度になるような条件下で乾燥させる手段としては、温風を第一の球状中間組成物に当てて乾燥させることを上げることができる。温風を当てて乾燥させる際には、第一の球状中間組成物を振動させながら行うことが好ましい。振動させながら温風を当てることで、第一の球状中間組成物に均一に温風が当たり、水分の揮散に偏りが生じなくなる。振動の条件は特に制限されないが、振動数20～40Hzを上げることができる。

第一の球状中間組成物を振動させながら乾燥させる際には、第一の球状中間組成物を篩のような通気性のよい材料の上に載せて行うことが好ましい。

乾燥に用いる温風の温度としては65～75℃程度であることが好ましい。このような温度範囲であると、第一の球状中間組成物から急激に水分が揮散することを防止でき、第一の球状中間組成物にひび割れ等が発生することを防止できるとともに、第一の球状中間組成物の品温を所望の範囲に調整することができる。

第一の球状中間組成物の品温を55～65℃程度に保つことができれば、その乾燥時間に制限はないが、例えば8～10分の間で行うことができる。

第二の工程を経て、第二の球状中間組成物が得られる。第二の球状中間組成物を得るための乾燥の際の温度条件（品温）は、最終生成物である球状の粉末凝集体の破壊強度に大きく影響を与える。

第一の球状中間組成物を乾燥させる際の品温が上記範囲より低いと、水分含有量を十分に減らすことができず、乾燥中に球状の中間組成物の形状が保てなくなる可能性がある。一方、第一の球状中間組成物を乾燥させる際の品温が上記範囲より高いと、急激に水分含有量が下がることで、球状中間組成物にひび割れ等が生じる可能性があり、また、水分が球状の中間生成物の内部および表面に多く含まれる状態で高温下におくことで、球状の中間生成物同士が凝集してしまう可能性がある。

【0038】

第二の工程で乾燥させた第二の球状中間組成物を、第三の工程において、熱風乾燥により乾燥させる。熱風により乾燥させる際には、第二の球状中間組成物の品温が125～135℃程度、より好ましくは128～132℃程度、特に好ましくは約130℃になるように乾燥させる。その際の熱風の温度が210～230℃程度、好ましくは220℃程度になるように、熱風乾燥機の温度を設定する。第二の球状中間組成物を乾燥させる際の品温が上記範囲より低いと、第二の球状中間組成物の表面において、いわゆるガラス化のような変化が起こらず、得られる粉末凝集体の破壊強度が所望の範囲よりも小さくなる可能性がある。一方、第二の球状中間組成物を乾燥させる際の品温が上記範囲より高いと、球状中間組成物の表面において焦げが生じる可能性がある。

乾燥時間としては3～5分程度、好ましくは約3.5～4.5分を上げることができる。熱風による乾燥は、第二の球状中間組成物を振動させながら行うことが好ましい。振動させながら乾燥させることで、第二の球状中間組成物において、局所的な加熱を防止することができる。

第二の球状中間組成物を、熱風により乾燥させると、第二の球状中間組成物の表面がガラス様に硬化し、所望の破壊強度を有する球状の粉末凝集体が得られる。

第三の工程を経て得られる球状の粉末凝集体の水分含有量は、0.3～1.5重量%であることが好ましく、0.4～1.0重量%であることがさらに好ましい。このような水分含有量であると、以下で示すような所定の破壊強度に寄与する。

第三の工程において、熱風による乾燥条件を適宜変更することで、最終的に得られる球状の粉末凝集体における水分含有量も適宜調整できる。

【0039】

破壊強度については、前記1に記載した測定方法と同じ方法により測定することができる。得られる球状の粉末凝集体の破壊強度は、5.0～25.0Nである。この破壊強度は、上記の第二の工程と第三の工程における乾燥条件を調整することで、調整できる。

10

得られる球状の粉末凝集体の粒径は、1.0～6.0mmである態様を挙げることができる。

【0040】

得られた球状の粉末凝集体については、第三の工程の後に、公知の分級手段により、所定の粒径を有する粉末凝集体のみを分級してもよい。

例えば、1.0～6.0mmの粒径の範囲で、所望の粒径範囲、例えば2.5～3.5mmや3.5～4.5mm、4.5～6.0mmの粒径範囲を有するものに分級する態様を挙げることができる。

【0041】

20

分級の工程とは別に、球状の粉末凝集体に加香したり、球状の粉末凝集体にコーティングする工程を加えてもよい。

加香は、前記1.に記載した香料を用いて行うことができる。加香の手段としては公知の方法を用いることができ、例えばスプレー噴霧法や含浸法を用いることができる。

コーティングは、球状の粉末凝集体の表面に適当なコーティング剤、例えば、シェラック、硬化油、ヒドロキシプロピルメチルセルロース、プルランなどを塗布して行うことができる。

【0042】

本発明の球状の粉末凝集体の使用法としては、これに香料を担持させた後に、喫煙物品のフィルター中に配置させて用いることを挙げることができる。このフィルターには、球状の粉末凝集体の破壊後に生じる微粉が通る流路が設けてあるものである。この用途では、喫煙物品の使用時に、喫煙者がフィルターを押圧すること、その内部の球状の粉末凝集体が破壊され、喫煙者にその微粉が吸引されることで、喫煙者に喫味とともに香味を提供することができる。

30

より具体的な喫煙物品の態様としては、たばこ刻を含むたばこロッドと、チップペーパーを介して前記たばこロッドの端部に接続されるフィルターと、を備え、前記フィルターは、本発明の球状の粉末凝集体と、当該球状の粉末凝集体が配置されたキャビティと、当該キャビティと吸口端とを連通し、前記球状の粉末凝集体から生じる微粉が通る流路であって、前記球状の粉末凝集体の外径よりも小さい内径を有する流路と、を含む喫煙物品を例示することができる。

40

このような態様によれば、未使用時には球状の粉末凝集体はフィルター内に保持される。一方で、その使用時には、喫煙者がフィルターに外力を加えてフィルター内の球状の粉末凝集体を粉末にすることで、主流煙と同時に球状の粉末凝集体を口腔内に導入することができる。

【実施例】

【0043】

本発明を実施例によって更に具体的に説明するが、本発明はその要旨を超えない限り、以下の実施例の記載に限定されるものではない。

【0044】

<実施例1>

50

球状の粉末凝集体を作製するための材料として、スラリーの調製を行った。

80℃に加熱した水289.75重量部に、レシチン（日清製油製：ベシスLP-20E）10重量部と、中鎖脂肪酸トリグリセリド50重量部とを添加し、乳化機（PRIMIX社製：ホモミクサー Mark II）を用いて（5000）rpmで15分攪拌し、乳化してスラリーを得た。

このスラリーに増粘剤としてジェランガム（三栄源FFI社製：ゲルアップ J-7842）0.25重量部、澱粉（松谷化学社製：PD#100）10重量部、ラクトース（Pharmatose 100M（登録商標）600重量部をこの順序で加えた。なお、ラクトースはスラリーの温度を30℃以下に冷却してから添加した。

その後、甘味料としてスクラロース8重量部と、スラリーの滴下量を調整するためのエタノール32重量部をスラリーに添加し、分散機（PRIMIX社製：ホモディスパー）により（4000）rpmで5分間分散させ、滴下用のスラリーを得た。

【0045】

得られた滴下用のスラリーを、粉体として粉末状のラクトースがスラリーに対して過剰量に敷き詰められた振動フィーダーに滴下した。スラリーを滴下する際の振動フィーダーの振動数は55Hzで振動させた。

スラリーの滴下速度として180～200滴／分、一滴あたりの重量として25～30mg／滴を適用した。

上記速度でスラリーを振動フィーダー中に連続的に滴下すると、滴下した液滴は粉末状のラクトースの中に埋没すると同時に周りのラクトースを巻き込んで、瞬時に球状組成物（第一の球状中間組成物）を形成した。

第一の球状中間組成物は、振動フィーダー上で振動しながら上流側から下流側に搬送され、下流端に配置した回収容器中に回収した。

【0046】

次の工程として、得られた第一の球状中間組成物を温風により乾燥させた。温風による乾燥の際には、第一の球状中間組成物を振動式の篩上に配置し、給気温度として70℃を適用し、品温が60℃（放射温度計により測定）となる条件下で8～10分間乾燥させた。乾燥の際には、第一の球状中間組成物を配置した篩を振動させ（位相：8（20～30Hz））、篩上の第一の中間球状組成物を振動させることで、均一に温風が当たるようにした。なお、品温は放射温度計により測定した。

この乾燥により、第一の球状中間組成物の水分含有量を10重量％程度にまで減少させ、第二の球状中間組成物を得た。

次の工程として、得られた第二の球状中間組成物を熱風により乾燥させた。具体的には、第二の球状中間組成物を、上記の温風による乾燥時と同様に、第二の球状中間組成物を振動式の篩上に配置し、給気温度として220℃を適用し、品温が130℃（放射温度計により測定）となる条件下で4分間乾燥させた。乾燥の際には、第二の球状中間組成物を配置した篩を振動させ（位相：8（20～30Hz））、篩上の第二の中間球状組成物を振動させることで、均一に熱風が当たるようにした。

当該乾燥により、水分含有量は0.5重量％になり、球状の粉末凝集体が得られた。

【0047】

上記の製造方法で得られた球状の粉末凝集体を実施例1とした。また、同様の材料と手順を用いて、実施例1とは異なる平均粒径を有する球状の粉末凝集体も作製した（実施例2、3）。

また、比較のために、上記の製造方法における第三の工程の乾燥温度（品温）が80℃となる条件で乾燥させて得た比較例1の粉末凝集体と、製丸機で成形して得た比較例2の粉末凝集体を調製した。

【0048】

比較例2の調製方法は以下の通りである。

まず、製丸機にセットする板状混練物を得るために、攪拌混合機内に、水（23.5重量％）、ラクトース（75重量％）、ジェランガム（0.5重量％）、でんぷん（10重量％

10

20

30

40

50

）の順番で投入し、室温下で1時間混練した。

次に、上記で得られた粘土状の混練物を板状に成型し、製丸機にセットした。

製丸機内のドラムと成型板の間隙を4.0 mmに設定し、製丸造粒することで球状化された粘土状混練物を得た。

そして、得られた球状化された粘土状混練物を70℃熱風下にさらして、水分含有量が0.8重量%以下にまで乾燥させ、最終成果物として粒径が4.2～4.8 mm程度の球状の粉末凝集体を得た。

【0049】

各粉末凝集体について、レオメータ（サン科学社）製のCR-3000EX-Sを用いて、図1に示される各状態を測定する試験を行った。接触子としては、圧縮強度試験用のものをを用いた。

レオメータによる測定の際の接触子の下降速度としては20.0 mm/minとした。

結果を以下の表1に示す。

【0050】

【表1】

表1

	上段:平均粒径(mm) 下段:標準偏差	上段:破壊強度(最大荷重:N) 下段:標準偏差	上段:ひずみ率(%) 下段:標準偏差
実施例1 (n=10)	4.4 1.3	19.3 7.6	10.7 3.8
実施例2 (n=19)	5.2 0.4	13.0 4.1	9.6 2.8
実施例3 (n=10)	3.1 0.2	6.4 1.1	19.0 9.7
比較例1 (n=8) (第三工程の加熱条件を変えたもの)	4.6 0.2	6.2 1.7	4.8 0.8
比較例2 (n=9) (製丸機で成形したもの)	4.5 0.2	25.4 3.5	46.5 15.2

【0051】

実施例1～3の粉末凝集体は、人の指で心地よく割るのに適度な破壊強度とひずみ率を有していた。

比較例1のように、本発明の製造方法における乾燥温度の規定を満たさない場合には、十分なひずみ率を得ることはできなかった。

比較例2の製丸機で作製した粉末凝集体は、非常に硬いものであり、人の指で割ることはできなかった。また、ひずみ率も非常に大きく、心地よく割れるものではなかった。

【0052】

さらに、各実施例と各比較例について、表1で示される結果を得るために行った、レオメータによる測定の際の荷重と経過時間の関係を、図4～8に示す。図4～8において、縦軸は荷重(N)、横軸は時間(秒)を示す。

【0053】

図4（実施例1の結果）から、最大荷重（破壊強度）は人の指で割るのに適切な範囲であり、その破壊片に接触子が触れるまでにある程度の時間を要することから、破壊された際に生じる破壊片が細かいことが分かった。また、その破壊片の破壊強度は、破壊前の粉末凝集体の破壊強度よりもかなり小さいことが分かった。

図5（実施例2の結果）を見ると、最大荷重は実施例1と同等であることが分かった。また、破壊されて生じた破壊片が接触子に触れることで生じる荷重のピークはほぼ観察されなかった。これは、粉末凝集体が破壊された際に生じる破壊片が実施例1よりもさらに細かいことを示唆している。

図6（実施例3の結果）を見ると、最大荷重は実施例1よりも小さいものの、破壊され

て生じた破壊片が接触子に触れることで生じる荷重のピークはほぼ観察されなかった。これは、実施例 2 と同様に、粉末凝集体が破壊された際に生じる破壊片が実施例 1 よりもさらに細かいことを示唆している。

図 7（比較例 1 の結果）を見ると、最大荷重は実施例 1 よりも小さかった。また、荷重のピークがサンプルによって分散していることから、破壊のパターンが不安定であることが分かった。また、破壊後に生じているピークの経過時間に基づくと、破壊された後に生じる破壊片が大きいことが分かった。このような場合、人の指により破壊する際に使用者に心地よさを提供することはできない。

図 8（比較例 2 の結果）の結果を見ると、最大荷重が実施例 1 よりも非常に大きく、人の指で割るには困難なものであった。また、破壊後に生じているピークの経過時間や荷重に基づくと、破壊された後に生じる破壊片が大きく、その破壊片の破壊に要する荷重が大きいことが分かった。このような場合、比較例 1 と同様に人の指により破壊する際に使用者に心地よさを提供することはできない。

【産業上の利用可能性】

【0054】

本発明の球状の粉末凝集体は、その破壊強度が人の指により容易にかつ心地良く破壊できる程度であり、破壊後には当該球状の粉末凝集体の細粒が生じる。したがって、本発明の球状の粉末凝集体をシガレットのような喫煙物品のフィルター等に配置した場合、喫煙者の指により破壊された細粒が、喫煙者の口腔内に容易に到達できるようになる。これにより、球状の粉末凝集体に香料等を添加した場合には、喫煙者への粉末状の香味源のデリバリー効率が向上する。

また、本発明の球状の粉末凝集体の製造方法によれば、人の指より容易にかつ心地良く破壊できる破壊強度を有するとともに、破壊後には大きな塊ではなく細粒が生じる球状の粉末凝集体を提供することができる。さらにこの製法によれば、従来から知られている、イオン架橋により皮膜を形成させるカプセル製品の製造とは異なり、機械による安定製造が容易である。

【符号の説明】

【0055】

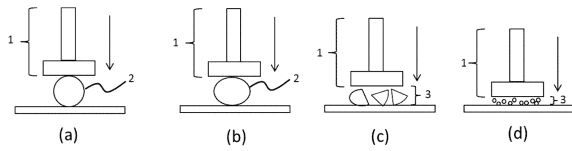
- 1：レオメータの接触子
- 2：球状の粉末凝集体
- 3：破壊後の粉末凝集体

10

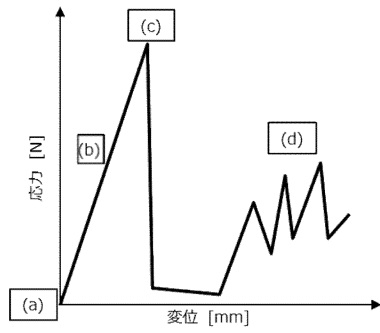
20

30

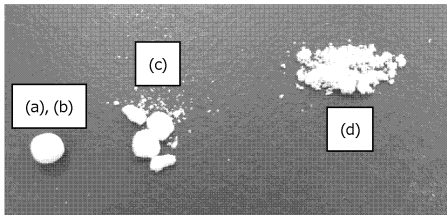
【図 1】



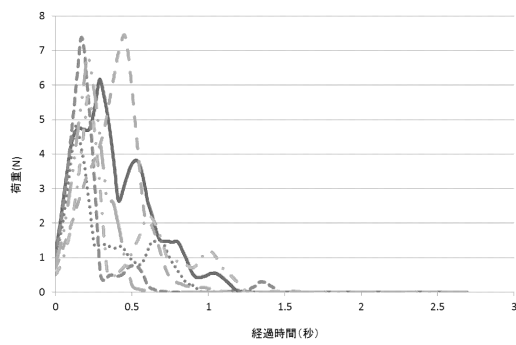
【図 2】



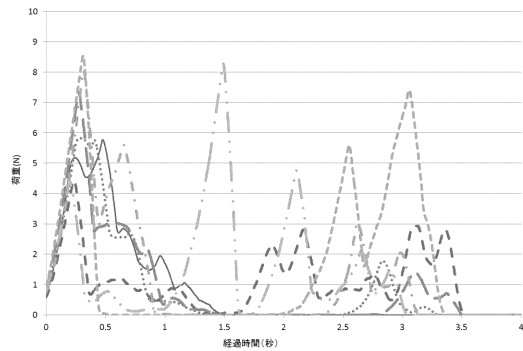
【図 3】



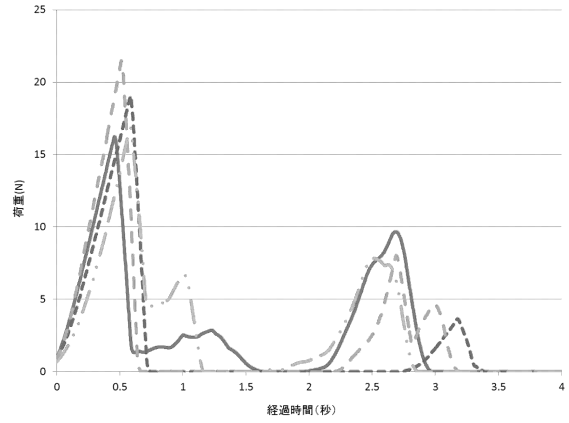
【図 6】



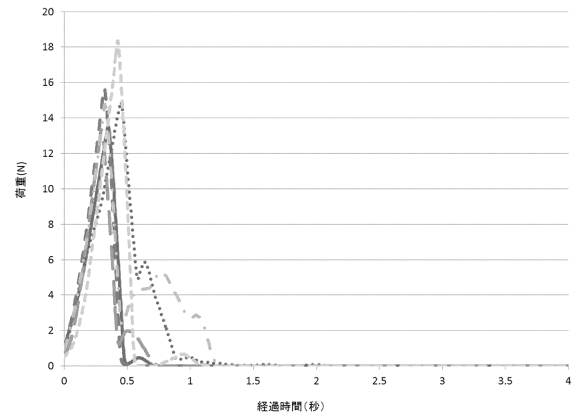
【図 7】



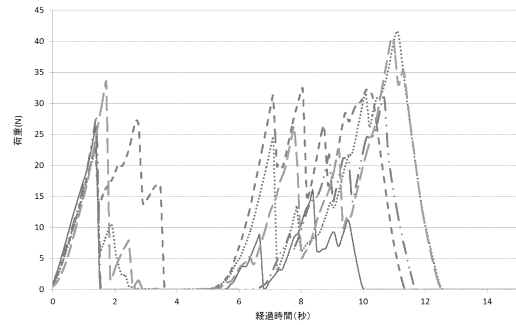
【図 4】



【図 5】



【図 8】



フロントページの続き

(72)発明者 立松 正

日本国東京都羽村市緑ヶ丘3丁目5の8 富士フレイバー株式会社内

審査官 川口 聖司

(56)参考文献 特表2013-515475 (JP, A)

国際公開第2009/157214 (WO, A1)

特表2016-501017 (JP, A)

国際公開第2015/052969 (WO, A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A24D 1/00-3/18