

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 984 960**

51 Int. Cl.:

A24B 15/167 (2010.01)

A24B 15/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.05.2018** **PCT/EP2018/062117**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.11.2018** **WO18210676**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.05.2018** **E 18727691 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.07.2024** **EP 3624606**

54 Título: **Método para hacer un extracto de tabaco**

30 Prioridad:

15.05.2017 GB 201707759

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

31.10.2024

73 Titular/es:

NICOVENTURES TRADING LIMITED (100.0%)

Globe House1, Water Street

London WC2R 3LA, GB

72 Inventor/es:

SINTYUREVA, MARINA

74 Agente/Representante:

SÁEZ MAESO, Ana

ES 2 984 960 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para hacer un extracto de tabaco

Campo técnico

- 5 La presente invención se relaciona con un método para elaborar un extracto de tabaco y al extracto de tabaco resultante de ese proceso. La invención también proporciona cartuchos que contienen el extracto de tabaco para uso en un artículo para fumar y artículos para fumar que comprenden el extracto de tabaco.

Antecedentes

El material de tabaco se calienta en artículos para fumar con el fin de liberar sustancias contenidas en el material y administrarlas en forma de aerosol.

- 10 Los artículos para fumar tales como cigarrillos, cigarros y similares queman tabaco durante su uso para generar humo de tabaco. Se han realizado intentos de proporcionar alternativas a estos artículos que queman tabaco mediante la creación de productos que liberen compuestos sin quemarse. Ejemplos de tales productos son dispositivos de calentamiento que liberan compuestos calentando, pero no quemando, el material. El material puede ser, por ejemplo, tabaco u otros productos distintos del tabaco, que pueden contener o no nicotina.

- 15 Los cigarrillos electrónicos o "e-cigarettes" son otro producto que se ha formulado como alternativa a los productos combustibles. Estos dispositivos contienen una solución volatilizable que genera un aerosol inhalable al calentarse. Estas soluciones pueden contener componentes del tabaco. Por tanto, es útil poder extraer selectivamente componentes del tabaco.

- 20 El documento EP1915064 describe un proceso para elaborar tabaco reconstituido que incluye una etapa de extracción de tabaco. El proceso de extracción utiliza dióxido de carbono supercrítico para extraer los componentes del tabaco y luego pone en contacto los componentes del tabaco que contienen dióxido de carbono supercrítico con propilenglicol. Los componentes del tabaco se transfieren al propilenglicol. El dióxido de carbono es supercrítico en todas partes.

Resumen

- 25 De acuerdo con un primer aspecto de la presente invención, se proporciona un método para elaborar un extracto de tabaco que comprende;

(a) poner en contacto el tabaco con un disolvente de extracción en una primera cámara de manera que los componentes del tabaco se extraigan del tabaco al disolvente de extracción, en donde el disolvente de extracción es un fluido supercrítico en la primera cámara;

- 30 (b) hacer pasar el disolvente de extracción que contiene componentes de tabaco a lo largo de una línea hacia una segunda cámara, en donde hay una válvula presente en la línea y las condiciones corriente abajo de la válvula son tales que el disolvente de extracción es subcrítico; y

- (c) bombear disolvente de atrapamiento a un flujo corriente abajo de la válvula, en donde los componentes del tabaco se liberan del disolvente de extracción mediante transferencia a condiciones subcríticas y se disuelven en el disolvente de atrapamiento, por lo que los componentes del tabaco disueltos en el disolvente de atrapamiento se recolectan en la segunda cámara.

En algunos casos, el disolvente atrapado se bombea al flujo corriente arriba de la segunda cámara. En otras palabras, el disolvente atrapado se bombea al interior de la tubería entre la primera y la segunda cámaras.

- 40 Los inventores han establecido que las variaciones en el proceso de extracción usando un disolvente de extracción supercrítico dan como resultado una variación en la composición del extracto de tabaco y/o en las propiedades físicas del extracto.

- La transferencia a condiciones subcríticas permite una separación eficiente y eficaz de los componentes del tabaco y el disolvente de extracción. Esto significa que la concentración de componentes del tabaco en el disolvente de atrapamiento es mayor y la composición química es diferente en comparación con el proceso de el documento EP1915064 (en el que el disolvente de extracción es supercrítico en todo momento). Esto mejora las propiedades organolépticas del extracto. Además, el extracto resultante del proceso en el documento EP1915064 tiene una viscosidad menor que la resultante del proceso de acuerdo con la presente invención; esto se debe a que el disolvente de extracción de dióxido de carbono en el documento EP1915064 entra en contacto con el disolvente de atrapamiento de propilenglicol y el dióxido de carbono gaseoso queda atrapado en el propilenglicol. Un extracto de mayor viscosidad es mejor para uso en artículos para fumar porque el extracto es más fácil de manipular y más fácil de contener/retener en el artículo.

El uso de condiciones subcríticas para la separación también es ventajoso sobre un proceso en el que las condiciones son tales que el disolvente de extracción es supercrítico en todo momento porque se requiere menos energía para mantener las condiciones. Por lo tanto, el proceso es más eficiente energéticamente, más barato de ejecutar y más rápido de configurar.

- 5 Los inventores creen que bombear el disolvente de atrapamiento al flujo da como resultado una mejor homogeneidad del extracto final (en el disolvente de atrapamiento) y una absorción más eficaz de los compuestos de sabor en el disolvente de atrapamiento, en comparación con el proceso en el documento EP1915064 en el que el disolvente de atrapamiento está estático en la segunda cámara en todo momento.

- 10 En algunos casos, el disolvente de atrapamiento comprende uno o más agentes generadores de aerosol. En algunos casos, el disolvente de atrapamiento consiste esencialmente en uno o más agentes generadores de aerosol.

En algunos casos, el disolvente de extracción utilizado en el proceso anterior comprende dióxido de carbono. En algunos casos, el disolvente de extracción consiste esencialmente en o consiste en dióxido de carbono.

- 15 En algunos casos, el disolvente de atrapamiento utilizado en el método anterior comprende un poliol. En algunos casos, el disolvente de atrapamiento comprende glicerol y/o propilenglicol. En algunos casos, el disolvente de atrapamiento consiste esencialmente en o consiste en glicerol.

En algunos casos, los componentes del tabaco extraídos mediante los métodos descritos aquí incluyen uno o más aromas y sabores de nicotina y tabaco.

- 20 En algunos casos, el método descrito aquí puede comprender además la etapa de proporcionar el disolvente de atrapamiento que contiene componentes de tabaco disueltos en un cartucho, en donde el cartucho está configurado para uso en un artículo para fumar.

De acuerdo con un segundo aspecto de la invención, se proporciona un extracto de tabaco obtenido u obtenible mediante un método descrito aquí.

- 25 De acuerdo con un aspecto adicional, se proporciona un cartucho configurado para uso en un artículo para fumar, conteniendo el cartucho un extracto de tabaco obtenido u obtenible mediante un método descrito aquí. El cartucho puede configurarse para uso en un cigarrillo electrónico.

- 30 De acuerdo con un aspecto adicional, se proporciona un artículo para fumar que contiene un extracto de tabaco obtenido u obtenible mediante un método descrito aquí. En algunos casos, el artículo para fumar puede contener el extracto de tabaco en un cartucho insertable, estando configurado el cartucho para uso en el artículo para fumar. El artículo para fumar puede comprender además una boquilla. El artículo para fumar puede comprender adicionalmente un calentador que volatilice el disolvente de atrapamiento que contiene extracto de tabaco en uso.

El artículo para fumar puede ser un cigarrillo electrónico.

- 35 De acuerdo con un aspecto adicional, se proporciona el uso de un extracto de tabaco obtenido u obtenible mediante un método descrito aquí para generar un aerosol inhalable. En algunos casos, el extracto de tabaco se usa en un artículo para fumar para generar el aerosol inhalable.

Otras características y ventajas de la invención resultarán evidentes a partir de la siguiente descripción de realizaciones preferidas de la invención, dadas únicamente a modo de ejemplo.

Descripción detallada

- 40 Para evitar dudas, el término "extracto de tabaco", tal como se utiliza aquí, se refiere al disolvente de atrapamiento que contiene componentes de tabaco.

- 45 Un fluido supercrítico es cualquier sustancia a una temperatura y presión superiores a su punto crítico, donde no existen distintas fases líquida y gaseosa. Los fluidos supercríticos pueden difundirse a través de sólidos como un gas y disolver materiales como un líquido. Los fluidos supercríticos tienen una mayor densidad de fluido que los gases y, por lo tanto, tienen una mayor capacidad disolvente.

- 50 En algunos casos, se pueden añadir uno o más sabores al extracto de tabaco. Tal como se utiliza aquí, el término "sabor" se refiere a materiales que, donde las regulaciones locales lo permitan, pueden usarse para crear un sabor o aroma deseado en un producto para consumidores adultos. Pueden incluir extractos (por ejemplo, regaliz, hortensia, hoja de magnolia de corteza blanca japonesa, manzanilla, fenogreco, clavo, mentol, menta japonesa, anís, canela, hierbas, gaulteria, cereza, baya, melocotón, manzana, Drambuie, bourbon, whisky escosés, whisky, hierbabuena, lavanda, cardamomo, apio, cascarilla, nuez moscada, sándalo, bergamota, geranio, esencia de miel, aceite de rosa, vainilla, aceite de limón, aceite de naranja, casia, alcaravea, coñac, jazmín, ylang-ylang, salvia, hinojo, pimienta, jengibre, anís, cilantro, café o un aceite de menta

de cualquier especie del género *Mentha*), potenciadores del sabor, bloqueadores de los sitios receptores del amargor, activadores o estimuladores de los sitios receptores sensoriales, azúcares y/o sustitutos del azúcar (por ejemplo, sucralosa, acesulfamo de potasio, aspartamo, sacarina, ciclamatos, lactosa, sacarosa, glucosa, fructosa, sorbitol o manitol) y otros aditivos como carbón vegetal, clorofila, minerales, botánicos o agentes refrescantes del aliento. Pueden ser ingredientes de imitación, sintéticos o naturales o mezclas de los mismos. Pueden estar en cualquier forma adecuada, por ejemplo, aceite, líquido o polvo.

Como se usa aquí, un "agente generador de aerosol" es un agente que promueve la generación de un aerosol al calentarlo. Un agente generador de aerosol puede promover la generación de un aerosol promoviendo una vaporización inicial y/o la condensación de un gas a un aerosol sólido y/o líquido inhalable.

En general, los agentes generadores de aerosol adecuados incluyen, pero no están limitados a: un poliol tal como sorbitol, glicerol y glicoles como propilenglicol o trietilenglicol; un no poliol tal como alcoholes monohídricos, hidrocarburos de alto punto de ebullición, ácidos tales como ácido láctico, derivados de glicerol, ésteres tales como diacetina, triacetina, diacetato de trietilenglicol, citrato de trietilo o miristatos incluyendo miristato de etilo y miristato de isopropilo y ésteres de ácido carboxílico alifático tales como estearato de metilo, dodecanodioato de dimetilo y tetradecanodioato de dimetilo. En algunos casos, el agente generador de aerosol comprende uno o más de glicerol, propilenglicol, triacetina y miristato de isopropilo, adecuadamente glicerol y/o propilenglicol.

La proporción en peso de agente generador de aerosol a tabaco (peso seco) puede ser de aproximadamente 2:1 a aproximadamente 1:3, adecuadamente de 3:2 a aproximadamente 1:2, adecuadamente aproximadamente 1:1.

El método de acuerdo con la invención puede comprender adicionalmente una etapa inicial de añadir agua al tabaco. La cantidad de agua añadida puede ser de aproximadamente 2 % a aproximadamente 20 % con base en el peso seco del tabaco, adecuadamente de aproximadamente 2 %, 5 % u 8 % a aproximadamente 12 %, 15 %, 18 % o 20 %. Este pretratamiento con agua aumenta la transferencia de componentes polares del tabaco (tales como sabores) del tabaco al disolvente de atrapamiento.

En el proceso de acuerdo con la invención, una presión más alta bajo condiciones supercríticas aumenta la capacidad disolvente y aumenta la eficiencia de la extracción. Sin embargo, se requiere más energía para alcanzar y mantener presiones más altas. Por tanto, las condiciones supercríticas se seleccionan adecuadamente para equilibrar estos requisitos contradictorios. Donde el fluido supercrítico comprende dióxido de carbono, la presión a la que se produce la extracción puede ser, en algunos casos, de aproximadamente 8 MPa, 10 MPa, 15 MPa, 20 MPa o 25 MPa a aproximadamente 85 MPa, 70 MPa, 55 MPa, 40 MPa o 30 MPa, adecuadamente de 8-85 MPa, 15-40 MPa o 20-30 MPa. Donde el fluido supercrítico comprende dióxido de carbono, la temperatura a la que se produce la extracción puede ser, en algunos casos, de aproximadamente 308 K, 318 K o 328 K a aproximadamente 473 K, 430 K, 390 K o 350 K, adecuadamente de 308-473 K, 308-430 K o 328-350 K.

La transferencia a condiciones subcríticas reduce la densidad del fluido del disolvente de extracción y, en consecuencia, da como resultado la precipitación de los componentes del tabaco. Las condiciones deben ser tales que la presión esté por debajo de la presión crítica del disolvente de extracción y/o la temperatura esté por debajo de la temperatura crítica del disolvente de extracción. Para la eficiencia térmica, las condiciones son adecuadamente tales que la presión esté por debajo de la presión crítica del disolvente de extracción mientras que la temperatura permanezca por encima de la temperatura crítica.

La eficacia de la separación de los componentes del tabaco y el disolvente de extracción mejora a medida que las condiciones se mueven más por debajo del punto crítico del disolvente de extracción. Sin embargo, el disolvente de extracción normalmente se recolecta y almacena después de la separación (lo que requiere compresión); en algunos casos, puede reciclarse a una cámara de extracción. Por lo tanto, las condiciones subcríticas adecuadamente no están muy por debajo del punto crítico para mejorar la eficiencia energética. Las condiciones subcríticas se seleccionan adecuadamente para equilibrar estos requisitos contradictorios. Donde el disolvente de extracción comprende dióxido de carbono, la presión a la que se produce la separación puede ser, en algunos casos, de aproximadamente 3 MPa, 4 MPa, 5 MPa o 5.5 MPa a aproximadamente 7.3 MPa, 7 MPa, 6.5 MPa, 6 MPa, 5.5 MPa o 5 MPa, adecuadamente de 3-7.3 MPa, o 4-6 MPa. Donde el disolvente de extracción comprende dióxido de carbono, la temperatura de las condiciones subcríticas bajo las cuales se produce la separación puede ser, en algunos casos, de aproximadamente 280 K, 300 K, 320 K o 330 K a aproximadamente 473 K, 430 K, 390 K o 350 K, adecuadamente de 308-473 K, 308-430 K o 328-350 K.

La rata a la que se bombea el disolvente de atrapamiento al flujo se puede seleccionar de manera que el flujo del disolvente de atrapamiento al sistema sea aproximadamente constante durante todo el proceso.

Ejemplos

Métodos analíticos

Los valores de actividad del agua que se informan a continuación se midieron a 24.9-25.2 ° C utilizando el medidor de Aqualab Prewater Activity. Los valores se determinaron utilizando el método del punto de rocío.

Los valores de viscosidad informados a continuación se midieron a 25 ° C usando un reómetro Gemini de Bohlin Instruments.

5 Preextracción (pretratamiento del tabaco):

Se pretrató hoja de tabaco Virginia molida con un tamaño de partícula comprendido entre 355 µm y 3.5 mm mediante la adición de agua (10 % del peso total del tabaco). La mezcla de tabaco y agua se dejó equilibrar durante 15 minutos después de la adición de agua (que es tiempo suficiente para que el agua se absorba completamente).

- 10 El tabaco pretratado (1.2 kg más 10 % en peso de agua) se colocó en una canasta de extracción de acero inoxidable y la canasta se colocó en un recipiente de extracción (autoclave de 5 litros). La canasta estaba cerrada en sus extremos por placas de metal sinterizado (diámetro de poro 100 µm, caída de presión a través de la placa no más de 1 bar), que distribuían el fluido supercrítico en la entrada e impedían la salida de partículas sólidas en la salida. El uso de la canasta también permitió la carga y descarga rápida del recipiente de extracción. La canasta se selló contra la pared del recipiente de extracción para evitar el flujo del fluido supercrítico a su alrededor.

Ejemplo 1: Ejemplo del proceso de acuerdo con la invención

- 20 El recipiente de extracción estaba unido a un recipiente de separación mediante una línea de transferencia. En la línea había una válvula reguladora de presión. Se puede bombear adecuadamente dióxido de carbono a través del sistema a una tasa de 5-23 kg/hora. En este caso, se bombeó dióxido de carbono a través del sistema a una tasa de 10 kg/hora.

- 25 La cámara de extracción se mantuvo a 26 MPa y 338 K y la cámara de separación se mantuvo a 4.5 MPa y 318 K. La precipitación del extracto en la cámara de separación se logró mediante la reducción de la presión y la temperatura (de condiciones supercríticas a subcríticas) en la válvula de regulación, lo que redujo la densidad del fluido del dióxido de carbono y, por lo tanto, el poder disolvente del CO₂. Se bombeó glicerol precalentado a 318 K a la línea entre la válvula de regulación y el recipiente de separación a 6.7 g/min (de modo que se inyectaron 1.2 kg de glicerol en la línea durante el transcurso del experimento). El glicerol que contenía los componentes del tabaco extraídos se recolectó en el fondo del separador.

- 30 El CO₂ gaseoso salió del separador después de pasar a través de un divisor de líquido/gas (que eliminó cualquier extracto líquido restante que esté arrastrado en el gas). El CO₂ fue recolectado y reciclado en la cámara de extracción.

El proceso se ejecutó durante tres horas y luego se cortó el flujo de CO₂. El sistema fue despresurizado (a condiciones atmosféricas). A continuación, se drenaron del recipiente separador los componentes del tabaco que contenían glicerol y se pesaron.

35 Prueba comparativa

Se realizó una prueba comparativa usando el mismo aparato que en el ejemplo 1. Sin embargo, las condiciones fueron supercríticas (26 MPa y 338 K) en todo el aparato. Además, en lugar de inyectar glicerol en la línea entre las cámaras de extracción y separación, simplemente se proporcionó glicerol en la cámara de separación antes de que se iniciara la extracción y estuvo presente en la cámara de separación durante todo el proceso.

- 40 Todos los demás aspectos de la prueba comparativa fueron los mismos que en el ejemplo 1.

La prueba comparativa es un ejemplo representativo de los procesos descritos generalmente en el documento EP1915064.

Datos

Propiedades del extracto de tabaco:

Experimento	Nicotina (mg/g)	Agua (% en peso)	NNN (ng/g)	NNK (ng/g)	Viscosidad (Pa·s)	pH	Densidad (g/cm ³)	Actividad del agua (Aw)
Ejemplo 1	10.45	9.1	111	72	0.74	5.38	1.26	0.14

Experimento	Nicotina (mg/g)	Agua (% en peso)	NNN (ng/g)	NNK (ng/g)	Viscosidad (Pa·s)	pH	Densidad (g/cm ³)	Actividad del agua (Aw)
Prueba comp.	4.7	5.5	71.1	49.1	0.32	6.73	1.25	0.24

Se puede observar que inyectar glicerol en la línea entre las cámaras de extracción y separación altera la naturaleza química y física del extracto.

Se han observado resultados similares cuando se utilizan tabacos de partida Oriental o Burley.

- 5 Se puede observar que la viscosidad del extracto del ejemplo 1 es más del doble de la obtenida mediante un proceso similar al del documento EP1915064 (es decir, la prueba comparativa). Un extracto más viscoso es más fácil de manipular y retener en un artículo para fumar.

- 10 Las diversas realizaciones descritas aquí se presentan únicamente para ayudar a comprender y enseñar las características reivindicadas. Estas realizaciones se proporcionan solo como una muestra representativa de realizaciones y no son exhaustivas ni exclusivas.

REIVINDICACIONES

1. Un método para elaborar un extracto de tabaco que comprende;
 - (a) poner en contacto el tabaco con un disolvente de extracción en una primera cámara de manera que los componentes del tabaco se extraigan del tabaco al disolvente de extracción, en donde el disolvente de extracción es un fluido supercrítico en la primera cámara;
 - (b) hacer pasar el disolvente de extracción que contiene componentes de tabaco a lo largo de una línea hacia una segunda cámara, en donde hay una válvula presente en la línea y las condiciones corriente abajo de la válvula son tales que el disolvente de extracción es subcrítico; y
 - (c) bombear disolvente de atrapamiento a un flujo corriente abajo de la válvula, en donde los componentes del tabaco se liberan del disolvente de extracción mediante transferencia a condiciones subcríticas y se disuelven en el disolvente de atrapamiento, por lo que los componentes del tabaco disueltos en el disolvente de atrapamiento se recolectan en la segunda cámara.
2. Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el disolvente de extracción comprende dióxido de carbono.
3. Un método de acuerdo con la reivindicación 2, en donde durante la etapa (a), la temperatura está en el intervalo de aproximadamente 308-473 K, preferiblemente 328-350 K, y la presión está en el intervalo de aproximadamente 8-85 MPa, preferiblemente 20-30 MPa.
4. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el disolvente de atrapamiento comprende un agente generador de aerosol.
5. Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el disolvente de atrapamiento comprende un poliol.
6. Un método de acuerdo con la reivindicación 5, en donde el disolvente de atrapamiento comprende glicerol y/o propilenglicol.
7. Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde los componentes del tabaco incluyen uno o más aromas y sabores de nicotina y tabaco.
8. Un método de acuerdo con cualquier reivindicación anterior, que comprende además la etapa de proporcionar el disolvente de atrapamiento que contiene componentes de tabaco disueltos en un cartucho, en donde el cartucho está configurado para uso en un artículo para fumar.
9. Un extracto de tabaco que puede obtenerse mediante un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
10. Un cartucho configurado para uso en un artículo para fumar, conteniendo el cartucho un extracto de tabaco de acuerdo con la reivindicación 9.
11. Un artículo para fumar que contiene un extracto de tabaco de acuerdo con la reivindicación 9.
12. Uso de un extracto de tabaco obtenible mediante un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para generar un aerosol inhalable.
13. Uso de acuerdo con la reivindicación 12, en donde el extracto de tabaco se usa en un artículo para fumar.