

## **CÁPSULAS NÚCLEO-CÁSCARA AROMATIZADAS RECUBIERTAS CON POLICLORURO DE VINILIDENO**

### **Campo técnico**

5     **[0001]** La presente invención se refiere a una cápsula frangible, sin costura, de tipo núcleo-cáscara, la cáscara comprende al menos un hidrocoloide, dicha cáscara está revestida de al menos una capa de laminación, es decir una película, de policloruro de vinilideno que le confiere resistencia al agua. La cápsula está destinada a ser incorporada a un dispositivo de tabaco para calentar o a un producto oral en bolsa.

### **Técnica anterior**

10    **[0002]** Los compuestos aromáticos, a causa de sus propiedades fisicoquímicas, son habitualmente moléculas inestables y sensibles cuya utilización directa es difícil en la aromatización. La encapsulación, que utiliza las propiedades filmógenas, absorbentes y/o emulsionantes de macromoléculas para capturar o envolver compuestos sensibles en una microcápsula, es una tecnología cada vez más utilizada y que responde a muchas  
15    expectativas. En efecto, el objetivo principal de la encapsulación es establecer una barrera entre una sustancia y su entorno. En el presente caso, la encapsulación de los aromas alimentarios es un procedimiento muy conocido que tiene como fin, por un lado, proteger las sustancias aromatizantes volátiles de la evaporación y, por otro lado, proteger dichas sustancias de la degradación que podría ser causada por el oxígeno del aire, el calor, la  
20    humedad o el contacto con otros compuestos. Existen dos grandes tipos de estructuras de cápsulas: las cápsulas matriciales en las que los aromas son dispersados en el seno de un material soporte, y las cápsulas núcleo-cáscara en las que los aromas son confinados en el seno de una cáscara (o membrana). Durante estos últimos años, se han desarrollado numerosas aplicaciones de cápsulas aromatizadas particularmente en dispositivos para  
25    fumar - tales como cigarrillos, los cigarros - en dispositivos de tabaco para calentar, o incluso en bolsas para uso oral (también denominado snus). Citemos por ejemplo la solicitud de patente WO 07-010407 que describe un dispositivo para fumar en forma de cigarrillo, que incorpora en su filtro una cápsula núcleo-cáscara aromatizada. La cápsula descrita presenta propiedades de dureza y de deformabilidad aportadas por la cantidad  
30    de hidrocoloide agregado.

**[0003]** Las solicitudes de patente WO2011042206, WO2007037962 describen bolsas para uso oral que comprenden cápsulas y/o microcápsulas de estructura matricial y/o núcleo-cáscara clásicas.

**[0004]** La solicitud de patente WO2011054516 describe una bolsa para uso oral que comprende cápsulas recubiertas por dos envolturas diferentes, la primera a base de un polímero de ácido metacrílico y la segunda a base de cera de parafina.

5 **[0005]** Las solicitudes de patente WO2017198876, WO2017198874, WO2020089120 describen dispositivos de tabaco para calentar que comprenden al menos una cápsula núcleo-cáscara que encierra al menos un aroma. Las cápsulas descritas en estos documentos presentan particularidades en cuanto a los compuestos utilizados en el núcleo de dichas cápsulas, esto con el fin de mejorar la calidad del aerosol formado.

10 **[0006]** Sin embargo, a pesar de sus ventajas, el inconveniente principal de todas estas cápsulas núcleo-cáscara del arte anterior, cuya cáscara está formada a base de compuestos biopolímeros, es que estas cápsulas no son resistentes al agua, en particular cuando estas cápsulas son sumergidas totalmente en agua. No son impermeables, lo que impide a las cápsulas del arte anterior soportar la humedad muy importante que se encuentra en los dispositivos de tabaco para calentar, o incluso en productos orales en  
15 bolsa. En consecuencia, las aplicaciones de cápsulas aromatizadas tal como se enumeran anteriormente no satisfacen a los consumidores. Un medio clásico para evitar que las cápsulas no se deterioren por efecto de la humedad, es la añadidura de una capa de laminación mediante una agente barrera para la humedad tales como ceras, particularmente la cera de carnauba, la cera de candelilla o la cera de abeja, la goma laca  
20 (en alcohol o solución acuosa), la etilcelulosa, la hidroximetilpropilcelulosa, la hidroxipropilcelulosa, o incluso el alcohol polivinílico. Sin embargo, como su nombre lo indica, estos agentes son barreras para la humedad o incluso denominados resistentes a la humedad, es decir que permiten a la cápsula resistir durante un cierto tiempo, a una cierta humedad. Pero obligatoriamente, finalmente, la cápsula se desintegra.

25 **[0007]** De manera sorprendente, la Solicitante ha descubierto que la añadidura de una capa de laminante a base de policloruro de vinilideno sobre la cáscara de la cápsula, permitía a dicha cápsula ser resistente al agua, y por lo tanto ser impermeable. Las cápsulas según la presente invención son capaces de resistir un ensayo de inmersión a 60°C durante 6 minutos (condición que se encuentra en los dispositivos de tabaco para  
30 calentar) o incluso resistir un ensayo de disolución realizado según las Farmacopeas USP, DAB, IP y EUR, durante 20 minutos a 37°C. En los dos casos, las cápsulas laminadas gracias al policloruro de vinilideno no se desintegran y conservan sus propiedades de resistencia a la explosión o estallido, así como la capacidad para emitir un chasquido audible cuando se rompe.

35 **Síntesis de la invención**

**[0008]** La presente divulgación viene a mejorar la situación.

**[0009]** Así, la presente invención se refiere a una cápsula sin costura, frangible que comprende una cáscara que encierra un núcleo lipófilo aromático, dicha cápsula es apta para ser incorporada en un producto consumible destinado a ser utilizado en un dispositivo de tabaco para calentar o en una bolsa para uso oral.

**[0010]** Más precisamente, un primer objeto de la presente invención se refiere a una cápsula frangible sin costura de tipo núcleo-cáscara,  
- la cáscara que comprende un hidrocoloide,  
- el núcleo que comprende un aroma y un solvente lipófilo,  
caracterizada porque dicha cáscara está revestida de una capa de laminante que le confiere una resistencia al agua, dicha capa de laminante comprende policloruro de vinilideno.

**[0011]** Un segundo objeto de la presente invención se refiere a una bolsa (sachet) para uso oral para una liberación inmediata y duradera de un aroma, caracterizado porque comprende una o varias cápsulas que contienen dicho aroma según la invención, dichas cápsulas están dispuestas en el interior de la bolsa.

**[0012]** Un tercer objeto de la presente solicitud se refiere a un producto consumible que comprende un filtro y tabaco, en particular destinado a ser utilizado en un dispositivo de tabaco para calentar, caracterizado porque dicho filtro comprende una o varias cápsulas según la invención.

**[0013]** Un cuarto objeto de la presente invención se refiere a un dispositivo de tabaco para calentar, caracterizado porque comprende un producto consumible según la invención.

**[0014]** Un quinto objeto de la presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de una cápsula frangible sin costura que comprende una cáscara y un núcleo, que incluye las etapas de :

- (A) coextrusión de una fase líquida externa hidrófila y de una fase líquida interna lipófila, la fase líquida externa comprende de 4 a 95 % en peso de un hidrocoloide respecto del peso total seco de la cáscara, la fase líquida interna comprende de 5 a 70 % en peso de agentes aromatizantes respecto del peso total del núcleo;
- (B) solidificación y/o gelificación de la superficie de la cápsula obtenida en la etapa (A) por inmersión en un fluido cuya temperatura está comprendida entre 1°C y 25°C;
- (C) secado de la cápsula obtenida en la etapa (B);
- (D) laminación de la cápsula obtenida en la etapa (C) por un procedimiento de laminación por pulverización con aire mediante una solución de laminación que comprende policloruro

de vinilideno y agua;

(E) recuperación de la cápsula obtenida en la etapa (D).

[0015] Un sexto objeto de la presente invención se refiere a la utilización de una cápsula según la invención, como agente de liberación inmediata y duradera de un aroma, dicha  
5 cápsula está dispuesta en una bolsa para uso oral o un producto consumible que comprende un filtro y tabaco, en particular destinado a ser utilizado en un dispositivo de tabaco para calentar.

[0016] Un séptimo objeto de la presente invención se refiere a un método para aromatizar un producto en bolsa para uso oral según la invención por un consumidor, que comprende  
10 las etapas siguientes :  
- el consumidor coloca dicho producto en bolsa para uso oral entre su encía y su mejilla o su labio superior particularmente durante 5 a 60 minutos;  
- en todo momento del consumo, el consumidor explota o estalla entre sus dientes, la o las cápsula(s) comprendida(s) en la bolsa para uso oral a fin de liberar en su boca el aroma  
15 contenido en la cápsula.

### **Breve descripción de los dibujos**

[0017] Otras características, detalles y ventajas aparecerán a lo largo de la lectura de la descripción detallada a continuación, y a través del análisis de los dibujos en anexo, en los cuales:

20 **Fig. 1**

[0018] [Fig. 1] describe diferentes composiciones de cápsulas núcleo-cáscara según la invención antes de laminación.

**Fig. 2**

[0019] [Fig. 2] describe diferentes soluciones de laminación PVDC/TEC así como los  
25 diferentes depósitos secos aplicados sobre las cápsulas según la invención.

**Fig. 3**

[0020] [Fig. 3] describe los resultados de las durezas, deformaciones, chasquidos audibles de las cápsulas antes y después del ensayo de inmersión y de disolución.

**Fig. 4**

30 [0021] [Fig. 4] describe diferentes composiciones de cápsulas núcleo-cáscara según la invención antes de laminación.

**Fig. 5**

[0022] [Fig. 5] describe diferentes formulaciones de soluciones de laminación PVDC/TEC así como los diferentes depósitos secos aplicados sobre las cápsulas según la invención.

**Fig. 6**

5 [0023] [Fig. 6] describe los resultados de las durezas, deformaciones, chasquidos audibles de las cápsulas antes y después del ensayo de inmersión y de disolución.

**Fig. 7**

[0024] [Fig. 7] describe los resultados del ensayo de disolución de las cápsulas realizadas en el ejemplo 3.

**Fig. 8**

10 [0025] [Fig. 8] describe los resultados del ensayo de inmersión de las cápsulas realizadas en el ejemplo 3.

**Fig. 9**

[0026] [Fig. 9] describe la influencia del tamaño de la cápsula sobre el espesor de laminante.

**Fig. 10**

15 [0027] [Fig. 10] describe la influencia del tamaño de la cápsula sobre el espesor de laminante.

**Fig. 11**

[0028] [Fig. 11] describe la influencia del tamaño de la cápsula sobre el espesor de laminante.

20 **Fig. 12**

[0029] [Fig. 12] representa una fotografía tomada por un microscopio electrónico de barrido de un corte de la cápsula según el ejemplo 1 en la que la capa de laminante fue separada de la cáscara.

**Fig. 13**

25 [0030] [Fig. 13] representa una fotografía tomada por un microscopio electrónico de barrido de un corte de la cápsula según el ejemplo 1 en la que la capa de laminante no fue separada de la cáscara.

**Descripción de las formas de realización**

30 [0031] Según la presente invención, la cápsula es frangible sin costura de tipo núcleo-cáscara,  
- la cáscara comprende un hidrocoloide,

- el núcleo comprende un aroma y un solvente lipófilo, caracterizada porque dicha cáscara está revestida de una capa de laminante que le confiere una resistencia al agua, dicha capa de laminante comprende policloruro de vinilideno.

5 **[0032]** En la presente invención, el término “cápsula” designa un sistema de encapsulación membranosa de una composición, dicha cápsula posee una estructura núcleo-cáscara, la composición encapsulada que compone “el núcleo” que está encerrado en una cáscara (o cubierta) constituida de un material que la envuelve.

10 **[0033]** La cápsula según la invención se distingue de un sistema matricial en el que la composición está dispersada en una matriz continua de un material y que es designado generalmente mediante el término «microesfera».

**[0034]** El hecho de que la cápsula sea sin costura permite evitar la presencia de un punto de ruptura situado al nivel del sellado de las dos semicáscaras que forman la cápsula como es el caso de las cápsulas denominadas «gelatina blanda (*softgel*)». Así, la cápsula sin  
15 costura presenta la ventaja de evitar las fugas ligadas a una ruptura de la costura.

**[0035]** La expresión “cápsula frangible” se refiere a una cápsula tal como se define más arriba, en la que la cáscara puede ser rota mediante una presión aplicada sobre la superficie exterior de la cápsula cuando ésta es tomada entre los dedos o entre los dientes.

**[0036]** Las cápsulas según la invención presentan la ventaja de ser resistentes al agua o  
20 incluso impermeables al agua. Se habla aquí de resistencia al agua y no de resistencia a la humedad, la distinción entre estas dos propiedades es importante. En efecto, las cápsulas tradicionales laminadas mediante agentes del tipo etilcelulosa, cera de abeja u otra, son resistentes a la humedad, es decir que estas cápsulas del arte anterior resisten a una cierta tasa de humedad ambiente, durante un cierto tiempo. Sin embargo, al cabo de  
25 un tiempo definido, estas cápsulas del arte anterior terminan por desintegrarse. En ningún caso estas cápsulas pueden ser sumergidas en agua caliente (a 37°C o a 60°C respectivamente durante 20 minutos o durante 6 minutos) y conservar su forma y sus propiedades de resistencia a la explosión.

**[0037]** El policloruro de vinilideno también denominado PVDC, es un polímero vinílico. Se  
30 fabrica a partir del monómero cloruro de vinilideno por polimerización radicalaria vinífica. Los copolímeros de policloruro de vinilideno se caracterizan por una buena resistencia química y una alta impermeabilidad al vapor de agua, a los gases, a los aceites y a las grasas. Por tales razones, el PVDC es clásicamente utilizado en película estirable para proteger los productos alimenticios. Sin embargo, de acuerdo con el conocimiento de la  
35 Solicitante, hasta el día de hoy, jamás había sido utilizado como agente de laminación,

particularmente en el caso preciso de la encapsulación. El PVDC utilizado como agente laminante, permite a la cápsula según la invención tener propiedades de resistencia al agua cuando ésta es sometida a condiciones particulares.

5     **[0038]** La cápsula según la invención presenta una resistencia a la explosión (denominada también dureza o capacidad de ruptura) comprendida entre 0,5 y 20 kgf (un kilogramo-fuerza corresponde a 9,81 Newton).

10    **[0039]** La resistencia a la explosión es medida por la fuerza de aplastamiento a ejercer para romper la cápsula. Más preferentemente, la cápsula tiene una resistencia a la explosión comprendida entre 1 y 8 kgf, y aún más preferentemente entre 1 y 4 kgf. La resistencia a la explosión de las cápsulas es medida mediante un texturómetro TAXT + sobre 20 cápsulas con un pistón P0,5 a una velocidad de 0,50 mm/s.

15    **[0040]** Cuando la cápsula es aplastada, ésta sufre un fenómeno de deformación. Para que la cápsula explote generando un chasquido audible, esta última debe deformarse hasta cierto límite, más allá del cual la cápsula no explota (se pliega entonces sobre ella misma). A tal efecto, la cápsula según la invención debe presentar un porcentaje de deformación inferior a 66%. Este porcentaje corresponde a la relación del diámetro final de la cápsula cuando es presionada hasta el límite de ruptura sobre el diámetro inicial de la cápsula multiplicado por 100.

20    **[0041]** Particularmente, la cápsula según la invención conserva su resistencia a la explosión después de haber sido sometida a un ensayo de inmersión en agua desmineralizada a 60 °C agitando a 500t/min durante 6 minutos. Se entiende por “conserva su resistencia a la explosión” al hecho de que la resistencia a la explosión de la cápsula no varía más de  $\pm 15\%$  respecto de su valor antes del ensayo de inmersión.

25    **[0042]** En consecuencia, las cápsulas según la invención permiten tener un campo de aplicación muy amplio, de allí que se requieran propiedades de resistencia al agua.

30    **[0043]** Además, la cápsula según la invención conserva su resistencia a la explosión después de haber sido sometida a un ensayo de disolución en agua a 37°C durante 20 minutos. Se entiende por “conserva su resistencia a la explosión” al hecho de que la resistencia a la explosión de la cápsula no varía más de  $\pm 15\%$  respecto de su valor antes del ensayo de disolución. En efecto, en forma sorprendente, la Solicitante también ha descubierto que la cápsula según la invención cuando es sometida a un ensayo de disolución según las farmacopeas USP, DAB, IP y EUR, dicha cápsula conserva sus cualidades de resistencia a la explosión. En efecto la cápsula sometida a dicho ensayo durante 20 minutos a 37°C no se disuelve, conserva su forme esférica, conserva su

resistencia a la explosión así como su capacidad para emitir un chasquido audible cuando es explotada.

5 **[0044]** A fin de obtener estos valores particulares de resistencia a la explosión en tales condiciones (ensayo de inmersión en agua a 60 °C durante 6 minutos y ensayo de  
10 disolución en agua a 37°C durante 20 minutos), las cápsulas son entonces laminadas con una capa que comprende policloruro de vinilideno. Preferentemente, la cantidad de policloruro de vinilideno es de 50 % a 100 % en peso respecto del peso seco total de la capa de laminante, en particular entre 60% a 99%, en particular entre 70% y 98%, más particularmente entre 80% y 97%, además particularmente entre 90% y 96%. El policloruro  
15 de vinilideno es aplicado mediante un procedimiento de laminación por pulverización con aire (o también llamada “pulverización neumática”) sobre las cápsulas de una solución que comprende policloruro de vinilideno diluido en agua como solvente.

**[0045]** En un primer modo de realización, el policloruro de vinilideno es utilizado solo.

15 **[0046]** En un segundo modo de realización, el policloruro de vinilideno es utilizado mezclado con al menos un plastificante a fin de paliar el hecho de que el PVDC puede, según las condiciones, resultar quebradizo. Los plastificantes pueden ser elegidos entre el citrato de trietilo, los alcoholes polihídricos tales como glicerol, sorbitol, y maltitol, alcohol polivinílico, mono-, di-, y oligo-sacáridos, triacetina, polietilenglicol o una de sus mezclas. Ventajosamente, el citrato de trietilo es utilizado como plastificante mezclado con el  
20 policloruro de vinilideno.

**[0047]** El plastificante puede ser utilizado a valor de 0 a 20 % en peso respecto del peso seco total de la capa de laminación.

**[0048]** Ventajosamente, el espesor de la capa de laminación está comprendido entre 1 y 200 µm, preferentemente entre 3 y 100 µm y aún más preferentemente entre 3 y 50 µm.

25 **[0049]** Una ventaja de la cápsula según la presente invención es que emite un chasquido audible cuando se rompe. Esto permite al consumidor ser “advertido” de la explosión efectiva de la cápsula, cuando se desea.

**[0050]** La cáscara de la cápsula según la invención comprende ventajosamente un hidrocoloide. Preferentemente, el hidrocoloide según la presente invención es un polímero  
30 de base biológica. Por polímero de base biológica se entiende un polímero sintético obtenido en forma parcial (generalmente > 20 %) o total a partir de derivados provenientes de la biomasa. El carácter de base biológica de un polímero puede ser particularmente determinado a partir de su tenor en C14, según la norma ASTM D6866.

**[0051]** El hidrocoloide de la cáscara de la cápsula es elegido entre goma gelana, gelatina (de origen animal o de origen biotecnológico), colágeno, alginatos, carragenanos, agar-agar, quitosano y sus derivados, pectinas, goma arábica, goma ghatti, goma pullulan, goma mannano, proteínas vegetales o una de sus mezclas. La cantidad de dicho o dichos  
5 hidrocoloides presentes en la cáscara es de 4 a 95 % en peso, preferentemente de 4 % a 75 % en peso, y aún más preferentemente de 20 % a 50 % en peso respecto del peso total seco de la cáscara. En un modo de realización preferido, el hidrocoloide seleccionado es la goma gelana utilizada sola o en combinación con gelatina. En otro modo de realización preferido, el hidrocoloide es seleccionado entre los carragenanos.

10 **[0052]** También pueden incluirse agentes de carga en la composición de la cáscara; por agente de carga, se entiende toda materia apropiada que pueda aumentar el porcentaje de materia seca en la fase líquida externa y por lo tanto después de coextrusión en la cáscara de la cápsula obtenida. El aumento de la cantidad de materia seca en la cáscara de la cápsula tiene como resultado solidificar dicha cáscara y hacerla más resistente físicamente.  
15 Preferentemente, el agente de carga es elegido en el grupo que comprende los derivados de almidón tales como dextrina, maltodextrina, ciclodextrina (alfa, beta o gamma), derivados de almidón hidroxipropilado, o derivados celulósicos tales como hidroximetilpropilcelulosa (HPMC), hidroxipropilcelulosa (HPC), metilcelulosa (MC), carboximetilcelulosa (CMC)), alcohol polivinílico, polioles o sus mezclas. La dextrina es el  
20 agente de carga preferido. La cantidad de agente de carga en la cáscara es como máximo de 98,5%, preferentemente de 25 a 95% más preferentemente de 40 a 80% y aún más preferentemente de 50 a 60% en peso respecto del peso total seco de la cáscara.

**[0053]** La cáscara puede ventajosamente comprender un colorante que puede hacer más atractiva la cápsula que comprende la composición aromática. El agente colorante es  
25 preferentemente elegido entre los colorantes y los pigmentos de origen alimentario. La coloración puede estar en la masa de la cáscara o aplicada mediante un procedimiento de envoltura adicional.

**[0054]** Según un modo de realización, el peso seco de la cáscara está comprendido entre 5 y 70 %, preferentemente entre 8 y 50 %, más preferentemente entre 8 y 20 % en peso  
30 respecto del peso seco total de la cápsula.

**[0055]** Preferentemente, la cápsula tiene un diámetro comprendido entre 1 y 6 mm. Más preferentemente, la cápsula tiene un diámetro comprendido entre 2,5 y 5 mm.

**[0056]** Ventajosamente, el espesor de la cáscara de la cápsula (sin la laminación) está comprendido entre 10  $\mu\text{m}$  y 300  $\mu\text{m}$ , preferentemente entre 20  $\mu\text{m}$  y 200  $\mu\text{m}$ , y aún más  
35 preferentemente entre 30  $\mu\text{m}$  y 150  $\mu\text{m}$ .

5 [0057] Existe una relación entre el espesor de la capa de laminante, el diámetro de la cápsula, y la resistencia a la explosión de la cápsula laminada. En efecto, la Solicitante ha establecido que una ratio particular entre el espesor de la capa de laminante y el diámetro de la cápsula permite asegurarse que la cápsula laminada tendrá la resistencia a la explosión requerida.

[0058]  $\text{Ratio (R)} = (\text{espesor de la capa de laminante} \times 2) / \text{diámetro de la cápsula}$ .

[0059] Ventajosamente, la ratio arriba mencionada es superior o igual a 0,18, ventajosamente superior o igual a 0,2, ventajosamente superior o igual a 0,3, y aún más preferentemente superior o igual a 0,4.

10 [0060] El núcleo de la cápsula comprende uno o varios solventes lipófilos clásicamente utilizados en la industria alimenticia.

[0061] En un modo de realización preferido, estos solventes lipófilos pueden ser triglicéridos, en particular triglicéridos de cadena media, y en particular triglicéridos de ácido caprílico y cáprico, o mezclas de triglicéridos tales como aceite vegetal, aceite de oliva,  
15 aceite de girasol, aceite de maíz, aceite de maní, aceite de semillas de uva, aceite de germen de trigo, aceites minerales y aceites de silicona, o una de sus mezclas.

[0062] La cantidad de solvente lipófilo en el núcleo de una cápsula según la invención es del orden de 0,01 % a 90 %, preferentemente de 25 % a 75 %, del peso total de la cápsula.

[0063] El núcleo también puede comprender un aroma que comprende una o varias  
20 moléculas aromáticas tales como las utilizadas clásicamente en la formulación de composiciones aromatizantes. Tales sustancias aromatizantes son mencionadas por ejemplo, en "*Common Fragrance and Flavor Materials*", Wiley-VCH, Weinheim, 2006.

[0064] Se citará en particular los hidrocarburos aromáticos, terpénicos y/o sesquiterpénicos, y más particularmente los aceites esenciales, los alcoholes, los  
25 aldehídos, los fenoles, los ácidos carboxílicos en sus diversas formas, los acetales y éteres aromáticos, los heterociclos nitrogenados, las cetonas, los sulfuros, los disulfuros y los mercaptanos que puede ser aromáticos o no aromáticos.

[0065] El núcleo también puede comprender una o varias cargas tales como las utilizadas en las emulsiones aromáticas. Se citará la goma damar, las resinas de madera del tipo  
30 goma ester, el isobutirato de acetato de sacarosa (SAIB) o los aceites vegetales bromados. La función de estas cargas es ajustar la densidad del núcleo líquido.

[0066] El núcleo puede también comprender uno o varios edulcorantes, que pueden presentarse en forma de una solución o suspensión en etanol. Pueden ser ejemplos de edulcorantes apropiados, en enumeración no limitativa, aspartamo, sacarina, NHDC,

sucralosa, acesulfamo, neotamo, estevia y sus derivados etc. El núcleo también puede comprender uno o varios agentes aromáticos "sensibles", que procuran ya sea un efecto refrescante o un efecto de calor en la boca. Pueden ser agentes refrescantes apropiados, en enumeración no limitativa, succinato de mentilo y sus derivados, en particular Physcool®.

- 5 Un agente con efecto de calor apropiado puede ser, en enumeración no limitativa, el éter etílico de vainillilo, o el *gold root*.

**[0067]** Ejemplos de aromas complejos apropiados son vainilla, café, chocolate, canela, menta.

- 10 **[0068]** Cuando el núcleo de la cápsula comprende varios aromas, la cantidad total de la mezcla de aromas está comprendida entre 5 % y 60% en peso respecto del peso total del núcleo de la cápsula.

- [0069]** El segundo objeto de la presente invención se refiere a una bolsa para uso oral para una liberación inmediata y duradera de un aroma caracterizado porque comprende una o varias cápsulas que contienen dicho aroma tal como se definen precedentemente, dichas
- 15 cápsulas están dispuestas en el interior de la bolsa para uso oral. Una de las aplicaciones de las cápsulas según la presente invención, es la utilización para la aromatización de bolsas orales también denominadas *snus*, dichas bolsas son porosas y comprenden o no tabaco. La principal ventaja de la utilización de las cápsulas en estos productos *snus* es que permiten una aromatización por liberación del aroma de manera inmediata y duradera,
- 20 en forma de una "explosión". Otra ventaja reside en el hecho de que permite al consumidor elegir el momento preciso en el cual va a explotar la cápsula aromatizada contenida en la bolsa, permitiendo así liberar los agentes aromatizantes. En efecto, los consumidores de *snus*, tienen la costumbre de mantener dicha bolsa en la boca hasta una hora. Por lo tanto, resulta indispensable que el consumidor pueda ser capaz de explotar la cápsula según la
- 25 invención dándose cuenta a la vez por la emisión de un chasquido audible, así como por la sensación de explosión de dicha cápsula entre los dientes. En consecuencia, la cápsula debe así ser capaz de mantenerse en el medio cálido y húmedo que constituye la saliva (37°C a un pH entre 6,8 y 7,5), durante un largo período de tiempo (en promedio una hora), conservando propiedades de dureza y de deformabilidad adecuadas.

- 30 **[0070]** En un primer modo de realización, la bolsa según la invención comprende tabaco en forma de hojas o en forma de tabaco triturado. Este tipo de producto en bolsa para uso oral corresponde al *snus* clásico, en el sentido en el que éste comprende tabaco. El tabaco incluido en las bolsas presenta una tasa de humedad muy importante, de allí la importancia para las cápsulas de resistir al agua. En efecto, teniendo en cuenta la humedad del tabaco

de cerca de 40%, la humedad aportada por la saliva cuando la bolsa es colocada en la boca, así como la temperatura en la boca, la tasa global de humedad puede alcanzar 95%.

**[0071]** En un segundo modo de realización, la bolsa para uso oral según la invención no comprende tabaco. En este modo de realización, el tabaco es reemplazado por una mezcla que incluye fibras de acetato de celulosa, una fuerte cantidad de humectantes, agentes de pH, con o sin nicotina. Este nuevo tipo de producto ha sido desarrollado estos últimos años a fin de esquivar la reglamentación que prohíbe los *snus* que contienen tabaco. Pero estos productos que reproducen el efecto de un *snus* clásico, presentan los mismos inconvenientes que los *snus* clásicos con tabaco, en el sentido de que la tasa de humedad es elevada a causa de los humectantes presentes en la bolsa. Además, que las bolsas incluyan o no tabaco, éstas son acondicionadas en pequeñas cajas donde la humedad es extremadamente elevada, ya que es necesaria a fin de asegurar la calidad del producto antes de su consumo.

**[0072]** La bolsa según la invención comprende una o varias cápsulas.

**[0073]** Según un modo de realización, la bolsa según la invención comprende además fibras vegetales, y/o agentes aromáticos encapsulados o no, y/o agentes de relleno y/o agentes humectantes dispuestos en el interior de la bolsa.

**[0074]** Dicha bolsa para uso oral también puede comprender otros agentes aromatizantes presentes en diversas formas, particularmente encapsulados o no.

**[0075]** Un tercer objeto de la presente invención se refiere a un producto consumible que incluye una parte que comprende un filtro y otra parte que comprende tabaco, caracterizado porque el filtro comprende una o varias cápsulas según la invención.

**[0076]** Frente al retroceso de las ventas de cigarrillos, la industria del tabaco ha desarrollado nuevos productos llamados de “nocividad reducida”. Entre estos productos denominados de “nocividad reducida”, existen dispositivos de tabaco para calentar que permiten calentar eléctricamente “mini-cigarrillos” o tabaco en “cápsula” entre 180° y 350° (contra 600° a 900° para el cigarrillo combustible) a fin de liberar un aerosol. Estos dispositivos que calientan el tabaco sin quemarlo propagan la nicotina sin combustión y sin humo, simplemente por aerolización.

**[0077]** Una aplicación de las cápsulas según la presente invención es su utilización para la aromatización del aerosol (o “humo”) formado cuando son utilizadas en dispositivos de tabaco para calentar. Cuando un dispositivo de tabaco para calentar es utilizado, el aerosol formado tiene un tenor de humedad elevado y puede alcanzar temperaturas comprendidas entre 50°C y 70°C. El hecho de que la cápsula resista a un ensayo de inmersión en agua a 60°C durante 6 minutos (lo que corresponde al tiempo de consumo del dispositivo)

conservando sus propiedades de resistencia a la explosión lo convierte en un candidato ideal para esta aplicación.

5     **[0078]** Las cápsulas según la invención pueden ser incorporadas en un producto consumible que incluye una parte que comprende un filtro (de acetato de celulosa como en los cigarrillos clásicos), y otra parte que comprende tabaco. La cápsula según la invención así colocada en el filtro puede ser explotada en todo momento por el consumidor conservando propiedades de dureza y de deformabilidad requeridas a fin de que dicho consumidor sepa exactamente en qué momento ha explotado dicha cápsula para que ésta libere su contenido aromático en el filtro.

10    **[0079]** El producto consumible comprende una o varias cápsulas según la invención.

**[0080]** Ventajosamente, el producto consumible según la invención es para uso único y está destinado a ser utilizado como recarga de tabaco en un dispositivo de tabaco para calentar.

15    **[0081]** Un cuarto objeto de la presente invención se refiere a un dispositivo de tabaco para calentar, caracterizado porque comprende el producto consumible según la invención. Un dispositivo de tabaco para calentar como su nombre lo indica calienta el tabaco a una temperatura comprendida entre 30 y 300°C contrariamente a los cigarrillos clásicos en los cuales el tabaco es quemado y alcanza una temperatura entre 700 y 800°C. En este tipo de dispositivo, el tabaco calentado provoca la formación de un aerosol que puede ser  
20    aromatizado especialmente gracias a una cápsula según la presente invención. El producto consumible según la invención es insertado en el dispositivo para fumar. El consumidor pone en marcha dicho dispositivo, el tabaco es entonces calentado por dicho dispositivo. El consumidor puede entonces en todo momento apretar la cápsula según la invención que se encuentra en el filtro del producto consumible, y así aromatizar el aerosol formado por  
25    el calentamiento del tabaco.

**[0082]** Un quinto objeto según la presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de una cápsula frangible sin costura que comprende una cáscara y un núcleo, que comprende las etapas de :

30    (A) coextrusión de una fase líquida externa hidrófila y de una fase líquida interna lipófila, la fase líquida externa comprende de 4 a 95 % en peso de un hidrocoloide en relación al peso total seco de la cáscara, la fase líquida interna comprende de 5 a 70 % en peso de agentes aromatizantes en relación al peso total del núcleo;

(B) solidificación y/o gelificación de la superficie de la cápsula obtenida en la etapa (A) por inmersión en un fluido cuya temperatura está comprendida entre 1°C y 25°C;

35    (C) secado de la cápsula obtenida en la etapa (B);

(D) laminación de la cápsula obtenida en la etapa (C) mediante un procedimiento de laminación por pulverización con aire con la ayuda de una solución de laminación que comprende policloruro de vinilideno y agua;

(E) recuperación de la cápsula obtenida en la etapa (D).

5    **[0083]** El proceso de coextrusión es una extrusión sincrónica de dos líquidos: la fase líquida externa e hidrófila, y la fase líquida interna y lipófila. El proceso de coextrusión comprende tres etapas principales: la formación de gotas, la solidificación de la cáscara y la recolección de las cápsulas. Las cápsulas de la invención pueden ser producidas mediante cualquier procedimiento de coextrusión apropiado. Preferentemente, las cápsulas son producidas  
10    por un aparato y un procedimiento tal como se describe en EP 513603.

**[0084]** Según un modo de realización de la invención, después de la etapa de coextrusión, la etapa de solidificación es realizada manteniendo en frío las cápsulas a fin de asegurar una buena gelificación de la cáscara por ejemplo poniéndolas en contacto con un fluido frío. El fluido frío es preferentemente aceite frío. Por frío en el sentido de la presente invención,  
15    se entiende una temperatura comprendida entre 1 y 25°C, preferentemente 2 y 10°C, más preferentemente entre 4 y 6°C. Las cápsulas pueden luego ser centrifugadas a fin de eliminar el excedente de aceite, eventualmente lavadas con un solvente orgánico – también para eliminar el excedente de aceite – y secadas. Según un modo de realización de la invención, después de la etapa de coextrusión, y eventualmente la etapa de solidificación,  
20    las cápsulas son centrifugadas.

**[0085]** Según otro modo de realización de la invención, las cápsulas son coextruidas, centrifugadas y eventualmente sumergidas en una solución o una emulsión que contiene un agente que permite endurecer la cáscara de las cápsulas, o agente quelante.

**[0086]** El agente quelante puede ser etanol o cualquier otro solvente orgánico anhidro,  
25    mantenido a una temperatura comprendida entre 0 y 25°C, más particularmente entre 10 y 20°C.

**[0087]** El agente quelante puede también ser un baño de iones calcio, por ejemplo, de cloruro de calcio, de fosfato dicálcico o de sulfato de calcio, con un pH comprendido entre 5 y 8. El baño de iones calcio es preferentemente a una temperatura de 0 a 25°C,  
30    preferentemente de 10 a 20°C.

**[0088]** Después de la etapa de inmersión (B), las cápsulas son secadas (etapa (C)), por ejemplo, en una corriente de aire a temperatura y humedad controladas. La humedad relativa del aire de secado es de 20 % a 60 %, preferentemente de 30 a 50 %; la temperatura del aire de secado es de 15 a 60°C, preferentemente de 35 a 50°C. Si es  
35    necesario, el aceite de superficie puede ser eliminado gracias a un agente adsorbente tal

como la sílice, o del almidón agregado durante el secado, entre 0,1 y 5%, preferentemente entre 0,1 y 2%.

5 **[0089]** La etapa (D) es la etapa crucial de laminación de las cápsulas, etapa durante la cual una capa externa de policloruro de vinilideno es aplicada sobre las cápsulas. Por «laminación» se entiende un procedimiento que permite depositar una fina capa de un agente laminante sobre un soporte. En el presente caso, el procedimiento de laminación es efectuado mediante un procedimiento de pulverización con aire de una solución de un agente laminante (aquí el policloruro de vinilideno) a fin de vectorizar las microgotas generadas sobre un soporte (aquí la cápsula). Por estas razones, se distingue bien el  
10 procedimiento de laminación del procedimiento de envoltura que le permite recubrir con capa espesa un soporte, sin utilización de fluido vector (por lo tanto, sin aire) y por cualquier procedimiento distinto a la pulverización.

**[0090]** La etapa de laminación es realizada mediante un procedimiento de pulverización con aire con una solución que comprende al menos policloruro de vinilideno y agua. En un  
15 primer modo de realización, se utiliza policloruro de vinilideno en solución a valor de 8 a 50 % en peso diluido en agua.

**[0091]** Preferentemente, la solución de laminación comprende policloruro de vinilideno, agua y al menos un plastificante elegido entre citrato de trietilo, alcoholes polihídricos tales como glicerol, sorbitol, y maltitol, alcohol polivinílico, mono-, di-, y oligo-sacáridos, triacetina,  
20 y polietilenglicol.

**[0092]** Las cápsulas fabricadas por medio del procedimiento de la invención son esencialmente o perfectamente esféricas y de tamaño homogéneo.

**[0093]** Un sexto objeto de la presente invención se refiere a la utilización de una cápsula según la invención, como agente de liberación inmediata y duradera de un aroma, dicha  
25 cápsula está dispuesta en una bolsa para uso oral o un producto consumible que comprende un filtro y tabaco, particularmente destinado a ser utilizado en un dispositivo de tabaco para calentar. En este modo de realización, cuando la cápsula se rompe en una bolsa para uso oral o un producto consumible, ésta emite un chasquido audible y libera el aroma que contiene explotando.

30 **[0094]** Un séptimo objeto de la presente invención se refiere a un método para aromatizar un producto en bolsa para uso oral según la invención por un consumidor, que comprende las siguientes etapas:

- el consumidor coloca dicha bolsa para uso oral entre su encía y su mejilla o su labio superior particularmente durante 5 a 60 minutos;

- el consumidor explota entre sus dientes, la o las cápsulas comprendidas en la bolsa para uso oral a fin de liberar en su boca el aroma contenido en la cápsula.

**[0095]** La invención es ilustrada a continuación mediante los ejemplos que siguen, que no deben ser considerados como limitantes del alcance de la invención, y deben ser leídos en

5 referencia a las figuras.

## Ejemplos

### **[0096] EJEMPLO 1**

**[0097]** 1. Composición de la cápsula antes de laminación (Tabla 1)

**[0098]** Los % están expresados en peso.

10 **[0099]** [Tabla 1]

| 1. | Materia prima         | %       |
|----|-----------------------|---------|
| S  | CITRATO DE SODIO      | 0,17%   |
| S  | GOMA GELLAN           | 1,53%   |
| S  | GELATINA DE PESCADO   | 1,70%   |
| S  | GELATINA BOVINA       | 1,70%   |
| S  | SORBITOL              | 0,85%   |
| S  | GLICERINA             | 0,85%   |
| S  | HP ALMIDÓN            | 0,43%   |
| S  | DEXTRINA              | 7,67%   |
| S  | COLORANTE TARTRAZINA  | 0,01%   |
| S  | SÍLICE                | 1,50%   |
| S  | AGUA                  | 1,50%   |
| F  | TCM                   | 70,12%  |
| F  | MENTOL                | 4,23%   |
| F  | COMPOSICIÓN AROMÁTICA | 7,72%   |
|    | Total                 | 100,00% |

**[0100]** F = Ingredientes contenidos en el aroma de la cápsula

**[0101]** S= Ingredientes contenidos en la cáscara de la cápsula

**[0102]** Preparación de la película de la cápsula:

- 15 - se pesan agua, citrato de sodio, glicerina y sorbitol en un vaso de precipitado, luego la mezcla es agitada y calentada a 85°C,
- se pesa goma gelana y se incorpora al vaso de precipitado,
- se pesan gelatinas, dextrina, almidón y colorantes y se incorporan al vaso de precipitado,
- y
- 20 - la mezcla es agitada hasta solubilización de los ingredientes, luego dejada para desgasificar.

**[0103]** Modo operacional de la coextrusión:

- bombear la solución de película de arriba a 85°C en la boquilla concéntrica,
  - bombear por separado una solución de base líquida aromatizada compuesta de mentol, aceite esencial de menta y de moléculas aromáticas en MCT. A temperatura ambiente
- 5 hacia la boquilla concéntrica,
- extruir simultáneamente las dos soluciones a través de las boquillas coaxiales en un TCM a baja temperatura (aprox. 10°C). La coextrusión provoca instantáneamente la formación de dos gotas una dentro de la otra denominadas núcleo y cáscara en relación de aproximadamente 90/10,
- 10 - la solución de la cubierta exterior se gelifica alrededor del núcleo aromático gracias a la baja de temperatura,
- recoger las cápsulas gelificadas húmedas en el MCT frío y dejar solidificar a 4°C durante 1h,
  - retirar el MCT por centrifugación,
- 15 - mezclar luego secar las cápsulas en un secador con la ayuda de un flujo de aire caliente (alrededor de 45°C) y de un auxiliar de secado (sílice), y
- recuperar las cápsulas secadas y tamizar.

**[0104]** 2. Preparación de la solución de laminación (Tabla 2)

**[0105]** Los % están expresados en peso.

20 **[0106]** [Tabla 2]

|                           |          |
|---------------------------|----------|
| SUSPENSIÓN de PVDC        | 35,29 %  |
| CITRATO DE TRIETILO (TEC) | 2,00 %   |
| AGUA                      | 62,71 %  |
| Total                     | 100,00 % |

**[0107]** Modo operacional:

- pesar el agua en un vaso de precipitado,
  - pesar el polímero (PVDC) y el plastificante (TEC),
- 25 - verter bajo agitación la solución de polímero y el plastificante y dejar durante 15 min a temperatura ambiente,
- controlar la agitación para evitar la formación de espuma, y
  - mantener a baja agitación durante el proceso de laminación.

**[0108]** La Tabla 3 que figura abajo retoma las características de la solución de laminación.

**[0109]** [Tabla 3]

|                        |                               |       |
|------------------------|-------------------------------|-------|
| SOLUCIÓN DE LAMINACIÓN | Materia seca (% en peso)      | 20    |
|                        | Viscosidad (Cp)               | 1,88  |
|                        | pH a 20°C                     | 2,1   |
|                        | Densidad (g/cm <sup>3</sup> ) | 1,094 |

**[0110]** 3. Procedimiento de laminación :

- Introducir las cápsulas obtenidas luego de la coextrusión en la turbina de laminación.
- 5 - Pesar la solución de laminación en una balanza.
- Instalar las boquillas de pulverización deseadas previamente cargadas y purgadas con agente de laminación en el interior de la turbina de laminación.
- Hacer girar la turbina a la velocidad de rotación deseada.
- Precalentar el aire de entrada a 40°C y en el caudal deseado.
- 10 - Comenzar a pulverizar la solución de polímero cuando se alcance la temperatura de la cápsula a laminar (aproximadamente 26°C).
- Detener la pulverización cuando el porcentaje de depósito seco deseado se haya alcanzado (es decir cuando el peso deseado de la solución de laminación a aplicar se haya alcanzado).
- 15 - Efectuar una etapa de estabilización enfriando la temperatura del aire de entrada (aproximadamente 20 min).

**[0111]** 4. Análisis de las cápsulas antes y después de laminación, y después del ensayo de inmersión y del ensayo de disolución (Tabla 4)

- [0112]** Las cápsulas laminadas son sometidas a un ensayo de inmersión en agua a 60°C durante 6 minutos según el siguiente protocolo :

**[0113]** Preparación:

- Precalentar el agua que servirá para el ensayo.
- Contar 200 cápsulas con la ayuda de la placa de conteo.
- A fin de eliminar cualquier rastro de aceite residual u otra impureza, sumergir las cápsulas en 200 ml de agua desmineralizada a temperatura ambiente, agitando (250 RPM), durante 20s.
- 25
- Recuperar las cápsulas con la ayuda de un colador y enjuagarlas ligeramente sobre guata.

**[0114]** Ensayo de inmersión :

- Poner el baño maría en marcha, fijar la temperatura a 60°C para una temperatura interna en el vaso de precipitado a 60°C +/- 1°C.
- 30
- Pesar 200 g de agua desmineralizada en el vaso de precipitado.

- Colocar el vaso de precipitado en el baño maría e introducir la varilla imantada, poner en marcha la agitación a 500 t/min.
  - Verter las cápsulas en el vaso de precipitado.
  - Cronometrar 6 min.
- 5 - Luego de los 6 min, observar la coloración del agua y contar el número de cápsulas explotadas o que suben a la superficie. Observar también la presencia eventual de olor (que correspondería al aroma).
- Recuperar las cápsulas en un colador, desplegarlas sobre guata para secarlas.
  - Observar su aspecto y hacer los análisis.
- 10 **[0115]** Las cápsulas laminadas son sometidas a un ensayo de disolución en agua a 37°C durante 20 minutos según el siguiente protocolo:
- Calentar la cuba de agua de baño maria a 39°C.
  - Introducir agua filtrada por ósmosis en el vaso de precipitado de ensayo.
  - Una vez que el agua alcanzó 37°C, medir el pH que debe ser entre 6,8 y 7,5.
- 15 - Introducir en el pocillo 21 cápsulas.
- Configurar el cronómetro a 20 minutos.
- [0116]** Poner en marcha el procedimiento:
- El pocillo hace un descenso de 55 mm a razón de 30 golpes por minutos.
  - Las cápsulas quedan completamente sumergidas en agua a 37°C.
- 20 - Luego de 20 minutos retirar las cápsulas, enjuagarlas ligeramente con guata y hacer los análisis.

**[0117]** Resultados de los análisis de las cápsulas antes y después de laminación, y después del ensayo de inmersión y ensayo de disolución (Tabla 5).

**[0118]** [Tabla 4]

|                                              |                                                |      |
|----------------------------------------------|------------------------------------------------|------|
| CÁPSULA ANTES LAMINACIÓN                     | Peso Medio (mg)                                | 63,6 |
|                                              | Diámetro (mm)                                  | 5049 |
|                                              | Dureza (kgF)                                   | 2,44 |
|                                              | Porcentaje de deformación antes de ruptura (%) | 45   |
|                                              | Sonido en la ruptura (db)                      | 90   |
| CÁPSULA FINAL LAMINADA                       | Peso Medio (mg)                                | 65,3 |
|                                              | Diámetro (mm)                                  | 5070 |
|                                              | Dureza (kgF)                                   | 2,58 |
|                                              | Porcentaje de deformación antes de ruptura (%) | 48   |
|                                              | Sonido en la ruptura (db)                      | 84   |
| CÁPSULA FINAL LAMINADA DESPUÉS DEL ENSAYO DE | Dureza (kgF)                                   | 2,35 |
|                                              | Porcentaje de deformación antes de ruptura (%) | 52   |
|                                              | Sonido en la ruptura (db)                      | 83   |

|                                                                                           |                                                |      |
|-------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------|------|
| INMERSIÓN A 60°C DURANTE 6 MINUTOS                                                        |                                                |      |
| CÁPSULA FINAL LAMINADA DESPUÉS DEL ENSAYO DE DISOLUCIÓN EN AGUA A 37°C DURANTE 20 MINUTOS | Dureza (kgF)                                   | 2,49 |
|                                                                                           | Porcentaje de deformación antes de ruptura (%) | 31   |
|                                                                                           | Sonido en la ruptura (db)                      | 88   |

**[0119]** [Tabla 4]

**[0120]** Análisis de las cápsulas antes y después de laminación, y después de ensayo de inmersión y ensayo de disolución (Tabla 4).

5 **[0121]** Se verifica según el ejemplo 1, que la cápsula laminada según la invención conserva a la vez:

- una resistencia a la explosión (dureza) equivalente a la medida antes de los ensayos de inmersión y de disolución;

- la capacidad de emitir un chasquido audible (superior a 80 db) equivalente a aquel medido

10 antes de los ensayos de inmersión y de disolución.

## **[0122] EJEMPLO 2**

**[0123]** Influencia del “depósito seco”.

**[0124]** El depósito seco es un factor que traduce el espesor de la capa de laminante. Se calcula haciendo la relación (Peso Cápsula Final - Peso Cápsula Inicial) / Peso Cápsula

15 Inicial.

**[0125]** En el ejemplo 2, cápsulas de diámetro equivalente (3,5 mm aprox.) han sido fabricadas con depósitos secos variables a fin de evaluar la influencia del depósito seco sobre las propiedades de las cápsulas.

**[0126]** La tabla de la Figura 1 describe diferentes composiciones de cápsulas núcleo/cáscara antes de laminación.

20

**[0127]** La tabla de la Figura 2 describe diferentes soluciones de laminación con PVDC/TEC así como los diferentes depósitos secos aplicados sobre las cápsulas de la tabla de la Figura 1.

**[0128]** La tabla de la Figura 3 describe los resultados de las durezas, deformación, chasquido audible de las cápsulas antes y después del ensayo de inmersión y de disolución.

25

**[0129]** Se verifica según estos ensayos, que las cápsulas de diámetro 3,5 mm que tienen un depósito seco inferior a 1% (las cápsulas de referencia 16030/AK3 1%) no resisten en el transcurso del ensayo de inmersión en agua a 60°C durante 6 minutos, ni en el ensayo de disolución en agua a 37°C durante 20 min.

## 5 **[0130] EJEMPLO 3**

**[0131]** Las cápsulas son fabricadas según el ejemplo 1. La tabla de la Figura 4 describe las diferentes formulaciones de cápsulas núcleo-cáscara.

**[0132]** En un segundo tiempo, las cápsulas son laminadas según el ejemplo 1. La tabla de la Figura 5 describe diferentes formulaciones de soluciones de laminación que utilizan diferentes agentes laminantes y con diferentes valores de depósitos secos.

**[0133]** Las cápsulas laminadas son sometidas a un ensayo de inmersión en agua a 60°C durante 6 minutos y a un ensayo de disolución en agua a 37°C durante 20 minutos según los protocolos tal como se escribe en el ejemplo 1. Los análisis de las cápsulas antes de laminación, y después del ensayo de inmersión y ensayo de disolución son conducidos tal como se describe en el ejemplo 1. Los resultados se encuentran resumidos en las Tablas 5 y 6 que siguen, así como en la Figura 6.

**[0134]** Las Figuras 7 y 8 son representaciones gráficas de los resultados descriptos en las Tablas 5 y 6 y describen el conjunto de los resultados de dureza después del ensayo de inmersión y de disolución según el agente laminante utilizado.

20 **[0135]** [Tabla 5] Dureza y sonido en la ruptura después del ensayo de inmersión.

| Referencia de la cápsula | Tamaño (mm) | Cáscara base Animal/No Animal | Laminante | Dureza (kgF) | ET   | Chasquido audible (Sí/No) | Dureza después de ensayo (KgF) | ET   | Chasquido audible después de ensayo (Sí/No) |
|--------------------------|-------------|-------------------------------|-----------|--------------|------|---------------------------|--------------------------------|------|---------------------------------------------|
| 210158A1                 | 5           | G                             | Ninguno   | 2,44         | 0,18 | Sí                        | 0,01                           | 0    | No                                          |
| 210164                   | 5           | G                             | PVDC      | 2,57         | 0,2  | Sí                        | 2,35                           | 0,35 | Sí                                          |
| 547824                   | 3,5         | G                             | Ninguno   | 1,37         | 0,12 | Sí                        | 0,01                           | 0    | No                                          |
| 16030 AK6                | 3,5         | G                             | PVDC      | 1,64         | 0,15 | Sí                        | 1,53                           | 0,23 | Sí                                          |
| 363086                   | 4,5         | G                             | Ninguno   | 3,04         | 0,28 | Sí                        | 0,01                           | 0    | No                                          |
| 15015 E1                 | 4,5         | G                             | Quitosano | 3,54         | 0,32 | Sí                        | 1,26                           | 0,17 | No                                          |
| 12044 A1                 | 4,5         | G                             | HPMC      | 2,48         | 0,46 | Sí                        | 0,84                           | 0,43 | No                                          |
| 10042 B1                 | 4,5         | G                             | Goma Laca | 1,2          | 0,44 | Sí                        | 0,01                           | 0    | No                                          |
| 10042 F1                 | 4,5         | G                             | EC        | 2,72         | 0,34 | Sí                        | 2,15                           | 0,18 | No                                          |
| ZG6626                   | 5           | V                             | Ninguno   | 2,23         | 0,4  | Sí                        | 0,01                           | 0    | No                                          |
| 210057 A1                | 5           | V                             | PVDC      | 2,23         | 0,45 | Sí                        | 2,12                           | 0,43 | Sí                                          |

**[0136]** G= gelatina

**[0137]** V= carragenano o goma gelana

**[0138]** [Tabla 6] Dureza y sonido en la ruptura después de ensayo de disolución.

| Referencia de la cápsula | Tamaño (mm) | Cáscara base Animal/No Animal | Laminante | Dureza (kgF) | ET   | Chasquido audible (Sí/No) | Dureza después del ensayo (KgF) | ET   | Chasquido audible después del ensayo (Sí/No) |
|--------------------------|-------------|-------------------------------|-----------|--------------|------|---------------------------|---------------------------------|------|----------------------------------------------|
| 210158A1                 | 5           | G                             | Ninguno   | 2,44         | 0,18 | Sí                        | 0                               | 0    | No                                           |
| 210164                   | 5           | G                             | PVDC      | 2,57         | 0,2  | Sí                        | 2,49                            | 0,43 | Sí                                           |
| 547824                   | 3,5         | G                             | Ninguno   | 1,37         | 0,12 | Sí                        | 1,35                            | 0,21 | Sí                                           |
| 16030 AK6                | 3,5         | G                             | PVDC      | 1,64         | 0,15 | Sí                        | 1,68                            | 0,33 | Sí                                           |
| 363086                   | 4,5         | G                             | Ninguno   | 3,04         | 0,28 | Sí                        | 0,30                            | 0,20 | No                                           |
| 15015 E1                 | 4,5         | G                             | Quitano   | 3,54         | 0,32 | Sí                        | 0,83                            | 0,44 | No                                           |
| 12044 A1                 | 4,5         | G                             | HPMC      | 2,48         | 0,46 | Sí                        | 0,53                            | 0,09 | No                                           |
| 10042 B1                 | 4,5         | G                             | Goma laca | 1,2          | 0,44 | Sí                        | 0,49                            | 0,12 | No                                           |
| 10042 F1                 | 4,5         | G                             | EC        | 2,72         | 0,34 | Sí                        | 2,04                            | 0,21 | Sí                                           |
| ZG6626                   | 5           | V                             | Ninguno   | 2,23         | 0,4  | Sí                        | 0,00                            | 0,00 | No                                           |
| 210057 A1                | 5           | V                             | PVDC      | 2,23         | 0,45 | Sí                        | 2,08                            | 0,46 | Sí                                           |

5

**[0139]** G= gelatina

**[0140]** V= carragenano o goma gellan

**[0141]** Se verifica que todas las cápsulas laminadas con la ayuda de un polímero distinto al PVDC no resisten durante el ensayo de inmersión en agua a 60°C durante 6 minutos.

- 10 **[0142]** En el caso de la etilcelulosa, se verifica que las cápsulas (referencia 10042/F1) han resistido al ensayo de inmersión, sin embargo, el sonido emitido en la ruptura de la cápsula es muy inferior a 80 db (49 db). Esta resistencia relativa no se debe al hecho de que la etilcelulosa aporte esta propiedad, sino que se debe al hecho de que la etilcelulosa es utilizada en gran cantidad (15% de depósito seco, ver. Tabla Figura 5).
- 15 **[0143]** El PVDC (aquí utilizado en mezcla con el TEC) es el único agente de laminación que permite a la cápsula resistir los ensayos de inmersión y de disolución.

#### **[0144] EJEMPLO 4**

**[0145]** G= gelatina

- 20 **[0146]** Influencia del tamaño de la cápsula sobre el espesor de laminante. Relación entre el espesor de laminante, el depósito seco y la determinación de la ratio (espesor de la capa de laminante) x 2 / diámetro de la cápsula.

**[0147]** En el Ejemplo 4, cápsulas de diámetros diferentes son laminadas según el Ejemplo 1 con PVDC o etilcelulosa.

**[0148]** Las tablas de las Figuras 9 a 11 resumen las características de laminación.

**[0149]** A idéntico valor de depósitos secos, el espesor de la capa de laminante es diferente según el tamaño de la cápsula. Cuando el depósito seco aumenta, el espesor de la capa de laminante aumenta con el tamaño de la cápsula.

**[0150]** Por ejemplo, un depósito seco de 3% para una cápsula de 3,5 mm de diámetro, no tiene el mismo impacto sobre el espesor de la capa de laminante que un depósito seco de 3 % sobre una cápsula de 5 mm de diámetro. Es respectivamente de 10,059  $\mu\text{m}$  y de 14,364  $\mu\text{m}$ .

**[0151]** En cuanto a la ratio (espesor de la capa de laminante)  $\times 2$  / diámetro de la cápsula queda idéntico sea cual fuere el tamaño de la cápsula, en el marco del ejemplo de más arriba,  $R = 0,575$ .