

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11)

Numéro de publication:

**0 235 539
A2**

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(21)

Numéro de dépôt: **87100873.6**

(51)

Int. Cl.⁴: **A24B 15/30**

(22)

Date de dépôt: **22.01.87**

(30)

Priorité: **05.02.86 CH 438/86**

(43)

Date de publication de la demande:
09.09.87 Bulletin 87/37

(84)

Etats contractants désignés:
CH DE ES FR GB IT LI

(71)

Demandeur: **FIRMENICH SA**
Case postale 239
CH-1211 Genève 9(CH)

(72)

Inventeur: **Holzner, Günter**
15, Chemin des Palettes
CH-1212 Grand-Lancy(CH)
Inventeur: **Uhde, Gérald**
2, Chemin de Murcie
CH-1232 Confignon(CH)
Inventeur: **Salavadori, Giuseppe**
31B, route de la Gare
CH-1242 Satigny(CH)

(74)

Mandataire: **Salvadori, Giuseppe, Dr.**
c/o Firmenich S.A. Case Postale 239
CH-1211 Genève 8(CH)

(54)

Procédé d'aromatisation du tabac.

(57)

On décrit un procédé d'aromatisation du tabac consistant en le giclement d'une émulsion constituée par une substance aromatisante active non-miscible à l'eau, une solution aqueuse d'un support hydrosoluble et un agent émulsifiant sur des feuilles ou particules de tabac.

Ce procédé est plus avantageux que celui, traditionnel, qui consiste en le giclement d'une solution alcoolique de la substance aromatisante même.

EP 0 235 539 A2

Procédé d'aromatisation du tabac

Selon une pratique courante, l'industrie du tabac a recours à l'utilisation de différentes substances aromatisantes afin d'améliorer les qualités organoleptiques des différentes sortes de produits d'origine végétale variée qu'elle a à traiter.

Diverses techniques d'aromatisation ont été proposées par le passé. Toutefois, l'industrie a recours presque exclusivement à deux techniques traditionnelles: le trempage du tabac dans une solution appropriée, généralement aqueuse, de la substance aromatisante ou le giclement de cette solution sur le tabac même.

Le désavantage principal de ces techniques est que les composants aromatiques actifs possèdent pour la plupart une tension de vapeur appréciable déjà à température ambiante et, de ce fait, ils s'évaporent et s'échappent plus ou moins rapidement de la surface du produit traité.

Pour pallier ce désavantage, diverses techniques d'encapsulation ont été proposées. Le brevet US 3,550,598 décrit un procédé qui consiste à gicler une suspension de capsules hydrosolubles renfermant la substance aromatisante sur le produit de tabac à aromatiser. Un tel procédé a été appliqué en particulier à la manufacture de feuilles de tabac reconstituées utilisant des coupes moins nobles, poudres ou nervures, provenant du traitement des feuilles.

Le brevet US 3,623,489 décrit un procédé pour l'aromatisation du tabac qui consiste à faire adhérer à des coupes de tabac ou des feuilles reconstituées des microcapsules renfermant une substance aromatisante volatile. Les microcapsules ont la propriété d'écarter sous l'effet de la chaleur, telle qu'elle se dégage par exemple lorsqu'on allume ou que l'on fume une cigarette, pour libérer les composants volatils actifs de l'arôme, généralement de l'eugénol. Le brevet US susmentionné suggère que les microcapsules peuvent être obtenues par n'importe quelle méthode d'encapsulation ordinaire.

D'autres techniques d'aromatisation du tabac ont été suggérées mais n'ont guère rencontré jusqu'ici un intérêt majeur. Parmi celles-ci, on peut mentionner l'adjonction d'arôme à un élément polymérique destiné à être incorporé dans un filtre à cigarette (brevet US 3,603,319) ou l'utilisation d'une résine échangeuse cationique ou anionique pouvant se combiner avec certaines molécules d'agent aromatisant basique ou acide (brevet US 3,280,823).

L'art antérieur est riche en exemples spécifiques concernant l'aromatisation d'aliments par microencapsulation. Parmi les procédés récemment rendus publics, il convient de citer ceux décrits dans la demande de brevet européen 11324, le brevet US 4,339,422 et le brevet européen 70719. Ces documents décrivent des procédés pour la préparation de microcapsules par des méthodes ayant recours à la technique dite du lit fluidisé. Plus particulièrement, le brevet européen 70719 décrit un procédé d'encapsulation de liquides volatils, lequel procédé consiste à gicler une suspension contenant le liquide volatil et une solution d'un support approprié sur des particules solides, poudres ou écailles, mises en agitation dans un mélangeur à lit fluidisé. Il se forme ainsi des capsules renfermant le liquide volatil actif, lesquelles capsules peuvent être ensuite utilisées pour l'aromatisation de produits de consommation selon l'une des méthodes connues.

Nous avons maintenant découvert qu'il était possible de procéder à l'aromatisation directe de tabac, sous forme de feuilles, poudres, particules ou film, par un procédé simple qui consiste à mettre en contact une substance aromatisante volatile active non-miscible à l'eau avec les feuilles ou particules de tabac, le contact étant obtenu par giclement direct sur leur surface exposée d'une émulsion obtenue par mélange de la substance aromatisante avec une solution aqueuse d'un support hydrosoluble en présence d'un agent émulsifiant.

La substance aromatisante volatile est d'abord retenue à la surface des feuilles ou particules de tabac par adhésion de l'émulsion grâce à l'effet de liaison exercée par la substance de support. Sous l'effet du séchage qui s'ensuit, et qui s'effectue par simple exposition graduelle du tabac ainsi traité à l'air ou par l'emploi d'une source de chaleur, le cas échéant en appliquant une légère aspiration ou ventilation, la substance aromatisante est retenue sous forme de petites gouttelettes enrobées d'une couche protectrice hydrosoluble constituée par le support désormais sec.

Il s'agit en l'occurrence d'un procédé simple qui ne nécessite pas l'emploi d'un appareillage particulier, tel que pourrait l'être un atomiseur ou un mélangeur à lit fluidisé. L'opération a d'ailleurs lieu à température ambiante, ce qui se traduit par une économie d'énergie par rapport aux méthodes mentionnées. Dans la plupart des cas, il n'est même pas nécessaire de procéder au séchage du tabac, la quantité d'eau utilisée pour la préparation de l'émulsion étant absorbée entièrement par le tabac afin de le maintenir au taux d'humidité requis.

A titre de support hydrosoluble, on peut utiliser l'acétate de polyvinyle (PVA), l'alcool polyvinylique, des dextrines (naturelles ou modifiées), de l'amidon (naturel ou modifié), des gommes végétales, des protéines (naturelles ou modifiées), des alginates, des carragénanes, des pectines, des xanthanes ou des dérivés de la cellulose telles par exemple la carboxyméthylcellulose, la méthylcellulose, l'hydroxyméthylcellulose. Ces supports hydrosolubles peuvent être employés séparément ou en mélange. A titre préférentiel, on utilise la gomme arabique, la gomme laque, les maltodextrines, l'amidon ou des protéines partiellement hydrolysées.

A titre d'agent émulsifiant, on peut utiliser des mono-ou diglycérides d'acides gras, des esters d'acides gras avec le sorbitol ou les saccharides ou des esters d'acide tartrique, citrique, ascorbique ou lactique.

Le procédé de l'invention s'effectue par giclement d'une émulsion et à cet effet on a recours à un gicleur, par exemple à air comprimé. On peut bien entendu varier la pression en fonction de la viscosité de l'émulsion, du débit désiré et du produit que l'on désire aromatiser. Une pression comprise entre 2 et 10 bar, de préférence de 3 à 5 bar, semble être parfaitement adaptée aux différents cas examinés.

Selon un mode préférentiel d'exécution, on utilise un gicleur du type Venturi à air comprimé à 4 bar, avec une buse d'air d'un diamètre de 4 à 8 mm, une buse d'aspiration du liquide de 0,6-0,9 mm et un débit d'émulsion de 10 à 40 g/minute.

L'application de l'émulsion sur le produit à traiter peut se faire en disposant le produit sur une surface plane, par exemple, en l'étalant sur une bande roulante ou dans un tambour rotatif, ce qui permet d'obtenir un enrobage très homogène du tabac.

Comme indiqué plus haut, l'eau apportée par le giclement de l'émulsion sur le tabac est absorbée ou s'évapore rapidement à température ambiante, ce qui rend un séchage superflu. Si l'émulsion toutefois devait ajouter au tabac des quantités d'eau supérieures à 10-15%, un séchage à l'étuve du tabac traité à environ 40°C pendant 10 à 20 minutes pourrait s'avérer nécessaire.

Les proportions pondérales respectives des différents ingrédients de l'émulsion peuvent varier dans une gamme de valeurs assez étendue. De préférence, elles sont

- a. de 0,5% à 20% pour la substance aromatisante volatile active,
- b. de 5% à 30% pour le support hydrosoluble,
- c. de 0,1% à 10% pour l'agent émulsifiant, et
- d. pour le restant d'eau.

Le procédé de l'invention présente des avantages certains par rapport aux méthodes connues d'aromatisation du tabac.

Il s'agit en effet d'une méthode "directe" qui ne fait pas appel aux techniques d'encapsulation indirecte d'arôme connues dans l'art. Le procédé est donc plus économique. Comparé aux méthodes traditionnelles pratiquées dans l'industrie du tabac, telle l'aspersion de l'arôme sous forme de solution alcoolique, le procédé de l'invention se révèle être plus efficace et plus fiable. La dispersion des constituants volatiles de l'arôme dans l'atmosphère environnante pendant l'opération de giclement est moindre, ce qui entraîne d'une part une moindre perte de l'arôme et d'autre part, une aromatisation plus équilibrée, le rapport respectif des différents constituants de l'arôme restant pratiquement constant pendant toute l'opération. Enfin, le tabac ainsi aromatisé conserve pendant longtemps les propriétés organoleptiques acquises sans se dénaturer, l'arôme étant à l'abri des influences et agents extérieurs (telle l'évaporation ou l'oxydation) qui pourraient en modifier le caractère propre.

Le procédé de l'invention peut s'appliquer tout aussi bien à l'aromatisation de tabac d'origine naturelle qu'à celle de tabac artificiel. Le giclement de l'émulsion peut s'effectuer pendant n'importe quelle phase du traitement de tabac, soit sur les feuilles, soit sur des coupes.

A titre de substance aromatisante active, on peut employer les compositions aromatisantes généralement utilisées pour conférer, améliorer ou modifier le goût et l'arôme de tabac. Le cas échéant, on peut bien entendu utiliser des substances aromatiques spécifiques isolées, tel le menthol ou l'eugénol. Parmi les substances volatiles utiles qui peuvent être employées à cet effet, il convient de mentionner celles décrites dans le brevet FR 2.175.236. Leurs concentrations dans l'émulsion dépendent de la nature du produit à traiter, ainsi que de l'effet aromatique particulier que l'on recherche. Des concentrations de l'ordre de 10 à 100-200 ppm (parties par million) en poids, par rapport au poids du tabac aromatisé peuvent généralement être employées dans la plupart des cas pratiques.

L'invention sera illustrée de manière plus détaillée mais non limitative par les exemples qui suivent.

Exemple 1

Une composition aromatisante de type tabac (origine : Firmenich SA, Genève : Tabac 52.644) a été incorporée à raison de 1% en poids dans une émulsion obtenue en mélangeant les ingrédients suivants -
 5 (parties en poids) :

	Malto-dextrine 1)	
10	(Maltrin-Glucidex, marques enregistrées)	225
	Manuacol 2) LF	5
	Eau déminéralisée	770
15	Total	1000

1) un mélange 10:90 de maltodextrines (origine : Roquette Frères, Beinheim, France et Grain Processing Corporation, Muscatine, Iowa USA)

2) alginate de sodium (origine : Alginate Industries Ltd., Grande-Bretagne).

20 La viscosité de ce mélange est de 72 cps.

100 Grammes de l'émulsion aromatique ainsi obtenue a été dispersée par giclement à l'aide d'un gicleur Venturi sur 1000 grammes de tabac coupé (mélange de type "american blend"). Le tabac aromatisé a été ensuite laissé au repos pendant 8 semaines, puis il a été utilisé pour la fabrication de cigarettes (test) dont la fumée a été soumise à l'évaluation de la part d'un groupe d'experts aromaticiens. Par comparaison
 25 avec l'arôme de cigarettes aromatisées à l'aide de la même composition aromatisante par giclement d'une solution alcoolique de celle-ci (contrôle) (100g de solution de l'arôme à 1% dans l'alcool éthylique à 95% sur 1000 grammes de tabac), on a observé que les cigarettes "test" développaient un arôme plus marqué et plus harmonieux ; elles développaient également une fumée indirecte (side stream) ayant un arôme plus soutenu.

30

Exemple 2

35 Une composition aromatisante de type Tabac de Virginie (origine : Firmenich SA, Genève : Tabac 53.476) a été incorporée à raison de 0,5% en poids à l'émulsion décrite à l'Exemple 1.

100 Grammes de l'émulsion aromatique obtenue a été dispersée par giclement selon la méthode décrite à l'exemple précédent. On a procédé à la fabrication de cigarettes "test" et "contrôle", ainsi qu'à l'évaluation de leur fumée, comme indiqué dans ledit exemple.

40 Le panel d'experts a pu déterminer que l'arôme développé par les cigarettes "test" possédaient une note plus riche, tandis que le caractère âcre et irritant propre au tabac était amoindri.

Exemple 3

45 Une composition aromatisante de type fruité pour tabac (origine : Firmenich SA, Genève : Tabac 53.911) particulièrement adaptée à l'aromatisation de tabac (mélange de tabac de type "flue-" et "air-cured" avec des tabacs orientaux) pour la manufacture de kreteks (cigarettes de type Indonésien) a été incorporée à raison de 1% en poids dans l'émulsion décrite à l'Exemple 1. La fabrication des cigarettes "test" et "contrôle" ainsi que l'évaluation de leur fumée ont été effectuées comme décrit précédemment.

50 Les cigarettes test développaient un caractère fruité marqué de type banane mûre, avec une tonalité légère de fruit sec.

Exemple 4

55

La composition aromatisante utilisée à l'exemple précédent (Tabac 53.911, Firmenich SA) a été incorporée à raison de 1% en poids à l'émulsion obtenue en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids) :

	Gomme arabique	50
5	Malto-dextrine 1)	
	(Maltrin-Glucidex, marques enregistrées)	200
	Manucol 2) LF	2
	Gélatine	40
10	Hydrokollan 3) PP4	50
	Eau déminéralisée	658
	Total	1000

15 1) mélange 10:90 de maltodextrines (origine : Roquette Frères, Beinheim, France et Grain Processing Corporation, Muscatine, Iowa USA)

2) alginate de sodium (origine : Alginate Industries Ltd., Grande-Bretagne).

3) hydrolysate de collagène (origine : Friedrich Naumann, Memmingen, RFA).

20 On a ensuite préparé des cigarettes "test" et "contrôle" comme indiqué à l'Exemple 1. L'évaluation de la part d'un groupe d'experts a indiqué que la fumée des cigarettes "test" possédaient un caractère de fruit sec et une note légèrement caramel.

25 Exemple 5

La composition aromatisante utilisée à l'Exemple 3 (Tabac 53.911, Firmenich SA) a été incorporée à raison de 1% en poids dans l'émulsion obtenue en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids) :

30	Gomme arabique	12
	Malto-dextrine 1)	
	(Maltrin-Glucidex, marques enregistrées)	100
35	Manucol 2) LF	2
	Capsul 3)	100
	Arlacel 4) 20	50
40	Hydrokollan 5) PP4	50
	Eau déminéralisée	686
	Total	1000

45 1), 2) et 5) voir Exemple 4

3) Amidon modifié de maïs (origine : National Starch and Chemical Corp., Bridgewater N.J., USA)

4) Laurate de sorbitol (origine : Atlas Chemical Industries N.V., Everberg, Belgique).

50 En suivant la méthode décrite à l'Exemple 1, on a préparé des cigarettes "test" et "contrôle" qui ont été ensuite soumises à évaluation (voir exemples précédents). Le groupe d'experts a indiqué que la fumée des cigarettes "test" possédaient un caractère de fruit sec et un arôme typique de banane mûre. L'arôme développé par les cigarettes de "contrôle", aromatisées à l'aide d'une solution alcoolique de l'arôme dans l'alcool à 95%, possédait par contre un caractère légèrement gras, beurré et caramel. La fumée développée par les cigarettes "test" était en outre moins irritante grâce à sa note de fond plus fruitée.

55

Exemple 6

Une composition aromatisante pour cigarettes de type "kretek", constituée pour l'essentiel par de l'eugénoï a été ajoutée, à raison de 8% en poids, à une émulsion préparée selon la méthode indiquée à l'Exemple 5. On procède à l'aromatisation d'un mélange de tabac, comme indiqué à l'Exemple 1, et conduit ensuite l'évaluation organoleptique sur les cigarettes obtenues par comparaison avec des cigarettes de "contrôle" aromatisées par giclement sur le même type de tabac d'une solution alcoolique (alcool éthylique à 95%) du même arôme.

Les cigarettes "test" développaient une fumée dont l'arôme était plus complet tout en possédant un meilleur pouvoir de diffusion.

L'évaluation organoleptique répétée après 20 semaines n'a pas indiqué des différences notables de goût.

15 Exemple 7

Une solution à 20% en poids de menthol dans un mélange 1:1 d'éthanol/propylène glycol a été incorporé à l'émulsion décrite à l'Exemple 5 à raison de 25 parties de solution mentholée pour 100 parties d'émulsion. En suivant la méthode décrite à l'Exemple 1, on a ensuite procédé à l'aromatisation d'un mélange de tabac de type "american blend", en utilisant 100 g d'émulsion aromatisante pour 1 kg de tabac.

Le tabac aromatisé a été ensuite laissé au repos pendant 8 semaines, puis il a servi à la fabrication de cigarettes "test" dont la fumée a été soumise à évaluation organoleptique par comparaison avec celle développée par des cigarettes de "contrôle" obtenues par aromatisation à l'aide d'une solution alcoolique du même arôme dans l'alcool à 95%.

L'arôme des cigarettes "test" a été trouvé plus marqué que celui des cigarettes de "contrôle".

Une évaluation organoleptique a été répétée après 20 semaines et dans ce cas également, le groupe d'experts a indiqué une préférence nette en faveur des cigarettes "test".

30

Exemple 8

On a procédé comme indiqué à l'exemple précédent mais en utilisant une émulsion obtenue en mélangeant les ingrédients suivants (parties en poids) :

35

	Gomme arabique	12
	Malto-dextrine 1)	
	(Maltrin-Glucidex, marques enregistrées)	100
40	Manucol 2) LF	2
	Capsul 3)	100
	Arlacel 4) 20	50
45	Eau déminéralisée	736
	Total	1000

50

1) à 4) voir Exemple 5

L'arôme des cigarettes "test" est tout à fait comparable à celui obtenu par l'utilisation de l'émulsion selon l'Exemple 5.

55

Dans les exemples décrits plus haut, l'émulsion a été préparée ainsi: Dans un récipient approprié, l'eau a été mise en agitation lente au moyen d'un agitateur magnétique ou d'un agitateur à hélice. Les composants solides constitués par le support hydrosoluble (tel l'amidon, les dextrines ou l'alginate) a été ajouté lentement par petites portions. On laisse ensuite gonfler et dissoudre le support à température ambiante, après quoi l'émulsifiant d'abord et l'arôme ensuite ont été ajoutés à la solution aqueuse maintenue sous agitation jusqu'à l'obtention d'une émulsion homogène et fine.

Revendications

10

1. Procédé pour l'aromatisation de feuilles ou particules de tabac, d'origine naturelle ou artificielle, à l'aide d'une substance aromatisante volatile active non-miscible à l'eau, caractérisé en ce que ladite substance aromatisante est intimement mise en contact avec les feuilles ou particules de tabac par giclement direct sur leur surface exposée d'une émulsion obtenue par mélange de la substance aromatisante avec une solution aqueuse d'un support hydrosoluble en présence d'un agent émulsifiant.

15

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le support hydrosoluble consiste en l'acétate de polyvinyle, l'alcool polyvinylique, des dextrines, de l'amidon, de la gélatine, des gommes végétales, des protéines, des alginates, des carragénanes, des pectines, des xanthanes, de la carboxyméthylcellulose, de la méthylcellulose ou de l'hydroxyéthylcellulose.

20

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'agent émulsifiant consiste en un mono-ou un diglycéride d'acide gras, d'ester d'acide gras avec le sorbitol ou un saccharide, ou un ester de l'acide tartrique, citrique, ascorbique ou lactique.

4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'émulsion est constituée par

25

a) 0,5% à 20% de substance aromatisante volatile active,

b) 5% à 30% de support hydrosoluble,

c) 0,1% à 10% d'agent émulsifiant, et

d) le restant d'eau.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'émulsion est utilisée à raison de 5% à 15% en poids par rapport au poids des feuilles ou particules de tabac traitées.

30

6. Article à fumer essentiellement constitué par du tabac aromatisé au moyen du procédé selon la revendication 1.

35

40

45

50

55