

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 370 172**

51 Int. Cl.:
A23L 1/221 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04255817 .1**
96 Fecha de presentación: **23.09.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1518466**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **30.03.2005**

54 Título: **COMPOSICIONES REFRESCANTES A BASE DE EXTRACTOS VEGETALES, QUE CONTIENEN SUCCINATO DE MONOMENTILO.**

30 Prioridad:
24.09.2003 US 671411

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
13.12.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
13.12.2011

73 Titular/es:
**INTERNATIONAL FLAVORS & FRAGRANCES
INC.
521 WEST 57TH STREET
NEW YORK NEW YORK 10019, US**

72 Inventor/es:
**Hiserodt, Richard Dwyer;
John, Thumplasseril V.;
Adedeji, Jide y
Eckert, Markus A.**

74 Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 370 172 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

Composiciones refrescantes a base de extractos vegetales, que contienen succinato de monomentilo

5 **Antecedentes de la presente invención**

El succinato de monomentilo (MMS), también conocido como éster monomentílico del ácido butanodioico, es un compuesto saborizante que se usa en productos de higiene oral y en chicles por su efecto refrescante; véanse las patentes U.S. nº 5,725,865 y 5,843,466. En general el MMS se considera seguro (GRAS) para los productos que se venden en los Estados Unidos. Actualmente el MMS se produce por vía sintética para uso comercial.

Sin embargo el MMS no puede comercializarse como idéntico al natural, porque no se ha demostrado su presencia en fuentes naturales. Esto limita en algunos países la mercadotecnia de los productos que contienen MMS. Por lo tanto sería conveniente encontrar una fuente natural de MMS. S.Y. Kion y otros, Food chemistry, vol. 58(4), 297-303, 1997, revelan la determinación del contenido de componentes saborizantes seleccionados de las hojas de un tipo de espino (*Lycium ohinense* Miller), incluyendo ácido 3-metil-2-butanoico, mentol y ácido succínico.

Resumen de la presente invención

Un aspecto de la presente invención es una composición a base de extractos vegetales que contienen succinato de monomentilo, la cual es útil como refrescante. El extracto vegetal está aislado de una planta del género *Lycium* o *Mentha*, preferiblemente de *Lycium barbarum* o *Mentha piperita*.

Otro aspecto de la presente invención es un método para aislar un extracto vegetal que contenga succinato de monomentilo. El método consiste en mezclar biomasa vegetal, de una planta seleccionada, con un disolvente y filtrar la mezcla para separar la biomasa vegetal. En las formas de ejecución preferidas el disolvente es etanol y la planta detectada es del género *Lycium* o *Mentha*, preferiblemente de *Lycium barbarum* o *Mentha piperita*. El extracto vegetal refrescante de la presente invención sirve para ingredientes y productos alimenticios y también para varios productos no alimenticios.

Descripción breve de los gráficos

La figura 1A representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,62 µg/ml de MMS.
 La figura 1B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).
 La figura 1C representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,6 gramos/ml de extracto frutal de *L. barbarum*.
 La figura 1D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto frutal de *L. barbarum* (0,6 gramos/ml) con adición de 5 µl de MMS (62 µg/ml).
 La figura 2A representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,17 µg/ml de MMS.
 La figura 2B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).
 La figura 2C representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,5 gramos/ml de extracto frutal de *L. barbarum*.
 La figura 2D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto frutal de *L. barbarum* (0,5 gramos/ml) con adición de 5 µl de MMS (84 µg/ml).
 La figura 3A representa un cromatograma LC/MS/MS de 1,78 µg/ml de MMS.
 La figura 3B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).
 La figura 3C representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,6 gramos/ml de extracto de hojas de *M. piperita*.
 La figura 3D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto de hojas de *M. piperita* (0,6 gramos/ml) con adición de 2 µl de MMS (178 µg/ml).
 La figura 4A representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,17 µg/ml de MMS.
 La figura 4B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).
 La figura 4C representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,5 gramos/ml de extracto de hojas de *M. piperita*.
 La figura 4D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto de hojas de *M. piperita* (0,5 gramos/ml) con adición de 5 µl de MMS (84 µg/ml).
 La figura 5A representa un cromatograma LC/MS/MS de 1,35 µg/ml de MMS.
 La figura 5B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).
 La figura 5C representa un cromatograma LC/MS/MS de un extracto de hojas de *L. barbarum* inyectado tal cual, sin dilución previa, para análisis.
 La figura 5D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto de hojas de *L. barbarum*, utilizado directamente sin diluir antes del análisis, con adición de 1 µl de MMS (135 µg/ml).
 La figura 6A representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,62 µg/ml de MMS.
 La figura 6B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).
 La figura 6C representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,2 gramos/ml de residuo de hierbabuena/menta de Wm. Leman.
 La figura 6D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de residuo de hierbabuena/menta de Wm. Leman (0,2 gramos/ml) con adición de 10 µl de MMS (62 µg/ml).
 La figura 7A representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,68 µg/ml de MMS.
 La figura 7B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).

La figura 7C representa un cromatograma LC/MS/MS de extracto de harina inyectado tal cual.

La figura 7D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto de harina con adición de 1 µl de MMS (68 µg/ml).

La figura 8A representa un cromatograma LC/MS/MS de 0,68 µg/ml de MMS.

5 La figura 8B representa un cromatograma LC/MS/MS de un blanco (muestra de disolvente).

La figura 8C representa un cromatograma LC/MS/MS de extracto de harina inyectado tal cual.

La figura 8D representa un cromatograma LC/MS/MS de 250 µl de extracto de harina con adición de 1 µl de MMS (68 µg/ml).

10 La figura 9 representa una determinación de MMS en extracto de *M. Piperita* extracto por adición estándar. Ecuación de análisis de regresión: $Y = 0,35 X + 1,63$; $R^2 = 0,992$; $MMS_{ppm} = 5$.

La figura 10 representa una determinación de MMS en extracto de harina por adición estándar. Ecuación de análisis de regresión: $Y = 15,20 X - 0,097$; $R^2 = 0,922$; $MMS_{ppm} = 0,006$.

15 Descripción detallada de la presente invención

15 Ahora se ha comprobado que el MMS está presente en extractos vegetales naturales como el fruto de *L. barbarum* (figuras 1 y 2), las hojas de *M. piperita* (figuras 3 y 4) y un residuo de hierbabuena/menta de Wm. Leman de la destilación de menta por arrastre de vapor (figura 6), según se ha determinado mediante una técnica de separación bidimensional, empleando cromatografía líquida de alto rendimiento (HPLC) acoplada a espectrometría de masas 20 tándem (LC/MS/MS). En una columna HPLC provista de columna protectora se separó un extracto vegetal de cada muestra de planta. Se usó una válvula de desvío para que solo entraran al espectrómetro de masas componentes eluidos de la columna dentro del tiempo de retención del MMS. En los extractos vegetales naturales el MMS se identificó en el modo de ion negativo mediante ionización química a presión atmosférica (-APCI) y control selectivo de la reacción (SRM). El ion precursor se fijó a m/z 255 para la molécula desprotonada y el ion del producto se fijó a 25 m/z 99, con una frecuencia de barrido de 0,25 segundos. El SRM es similar a la obtención de un espectro de masas de barrido total, pero no da el espectro completo. Antes bien, solo examina iones escogidos del espectro de masas, lo cual proporciona un elevado grado de especificidad y sensibilidad, como el requerido para el análisis de trazas de 25 compuestos en matrices complejas. Por ejemplo, para detectar un compuesto distinto del succinato de monomentilo en las condiciones instrumentales antedichas, el compuesto debe tener carácter ácido y un peso molecular igual a 30 256, fragmento para dar un ion de producto a m/z 99, y el mismo tiempo de retención que el MMS. La especificidad se puede ampliar controlando más de un ion de producto; sin embargo el MMS solo produce un ion de tal tipo en cantidad importante. La LC/MS/MS es básicamente una comparación de datos cromatográficos y espectrométricos. La identificación del MMS se basó en la correlación de su tiempo de retención con una muestra auténtica (método cromatográfico) y sus propiedades espectrométricas (espectro de masas). Además los extractos se aditivaron a un 35 nivel adecuado, de modo que si se detectara otro compuesto con un tiempo de retención ligeramente distinto, éste aparecería como una prominencia en uno de los picos.

La muestra en blanco era disolvente, metanol o etanol. Se analizó una vez establecido el tiempo de retención del MMS. Los datos demostraron que no hubo ninguna contaminación o arrastre de la inyección anterior, incluyendo 40 artefactos instrumentales que hubieran podido producir una señal erróneamente interpretable como MMS.

Los extractos de frutos de *L. barbarum* desecados se prepararon con etanol, acetato de etilo y cloruro de metileno. El MMS se detectó principalmente en el extracto metanólico. Por consiguiente se usó etanol en la extracción de las 45 hojas desecadas de *L. barbarum* y *M. piperita*.

Para demostrar que el MMS no era un artefacto del proceso de extracción se adicionó mentol y ácido succínico a harina común y se extrajo según el mismo procedimiento empleado en la extracción de *M. piperita* y *L. barbarum*. Se realizaron dos experimentos, el primero con una adición de mentol igual a cuatro veces el nivel de MMS detectado 50 en *M. piperita* y el segundo con dos veces el nivel detectado en *M. piperita*. Los datos demostraron que el MMS se detectaba posiblemente al nivel de ruido (figuras 7 y 8). Los datos cuantitativos obtenidos con la adición estándar indicaron que el nivel de MMS en el extracto de *M. piperita* era de 5 ppm (figura 9), mientras que el nivel de MMS en el extracto de harina fue de 0,006 ppm (figura 10). El nivel de MMS es 800 veces mayor en la *M. piperita* que en el extracto de harina aditivada. Aunque es posible que una porción del MMS detectado sea consecuencia del proceso de extracción, la mayor parte del MMS detectado se extrajo de la *M. piperita*. Esto es apoyado por el informe del 55 análisis de las hojas de *L. barbarum* (figura 5), cuyo resultado indica que contienen mentol y ácido succínico, aunque con el procedimiento de extracción aquí descrito no se detectó MMS. Se ha demostrado que en las hojas de *Lycium barbarum* se encuentra mentol y ácido succínico, precursores del MMS (Kim, y otros. (1997) Food Chemistry 58: 297-303). También es sabido que la *M. piperita* contiene mentol.

60 Las extracciones de *L. barbarum* y *M. piperita* las realizaron por duplicado personas diferentes. Los datos analíticos demostraron que la recuperación del MMS de estos extractos vegetales naturales era reproducible.

Por tanto la presente invención se refiere a un extracto vegetal aislado de una planta del género *Lycium* o *Mentha*, que contiene succinato de monomentilo (MMS), para usarlo como refrescante, y a métodos de obtención del mismo. 65 La composición de la presente invención tiene las características de un extracto vegetal con cualidades refrescantes para una gran variedad de aplicaciones. Tal como se usa aquí, extracto vegetal se refiere a una sustancia derivada

de una planta, incluyendo sus modificaciones, que puede obtenerse por los métodos aquí citados y otros métodos equivalentes conocidos generalmente del estado técnico. En una forma de ejecución preferida el extracto vegetal contiene succinato de monomentilo o un derivado del mismo, como monomentil-succinato sódico, monomentil-succinato potásico, monomentil-succinato de litio, monomentil-succinato cálcico, monomentil-succinato magnésico o monomentil-succinato bórico. Estos derivados se pueden aislar de una fuente vegetal o se pueden generar mediante la modificación química de un compuesto original aislado de una fuente vegetal.

El extracto vegetal se puede aislar de una planta seleccionada entre la familia de las solanáceas o de las lamiáceas. El extracto vegetal se aísla preferiblemente de una planta escogida del género *Lycium* (p.ej. *L. afrum*, *L. shawii*, *L. barbarum*, *L. carolinianum*, *L. cestroides*, *L. chilense*, *L. chinense*, *L. depressum*, *L. europaeum*, *L. ferocissimum*, *L. flexicaule*, *L. foetidum*, *L. horridum*, *L. japonicum*, *L. oxycarpum*, *L. pallidum* o *L. ruthenicum*) o *Mentha* (p.ej. *M. villosa*, *M. aquatica*, *M. spicata*, *M. arvensis*, *M. canadensis*, *M. australis*, *M. cablin*, *M. longifolia*, *M. gracilis*, *M. cervina*, *M. piperita*, *M. cunninghamii*, *M. dahurica*, *M. dalmatica*, *M. diemenica*, *M. dumetorum*, *M. gattefossei*, *M. grandiflora*, *M. haplocalyx*, *M. suaveolens*, *M. japonica*, *M. kopetdaghensis*, *M. laxiflora*, *M. maximiliana*, *M. micrantha*, *M. muelleriana*, *M. villosa*, *M. rotundifolia*, *M. pulegium*, *M. requienii*, *M. rotundifolia*, *M. satureioides*, *M. smithiana*, *M. suaveolens*, o *M. verticillata*). Esta lista de plantas es meramente ilustrativa y no pretende de ningún modo ser excluyente. Otras fuentes vegetales útiles para la presente invención incluyen cualquier planta alimenticia reconocida generalmente como segura, y llamada comúnmente hierba, que contenga cantidades apreciables de succinato de monomentilo. Según una forma de ejecución preferida el extracto vegetal se aísla de *L. barbarum* o de *M. piperita*.

La composición del extracto vegetal de la presente invención, aislado generalmente como producto desecado, en polvo o biomasa vegetal molida, se introduce en un recipiente de extracción y se mezcla con un disolvente. Como disolvente adecuado para un método de aislamiento de un extracto vegetal conforme a la presente invención se puede usar, sin limitarse a ellos, etanol, acetona, acetato de etilo, cloruro de metileno o acetonitrilo y puede variar según la especie de planta elegida. Preferentemente el disolvente es etanol. La mezcla se extrae durante un periodo de tiempo determinado, por ejemplo 10-24 horas, preferiblemente 14 horas, y luego se filtra para separar la biomasa vegetal. El extracto vegetal se puede utilizar diluido o se puede concentrar por evaporación rotatoria, liofilización o similar, para almacenamiento y uso posterior. Luego el extracto vegetal se puede analizar del modo aquí descrito para evaluar la pureza y el contenido del refrescante, es decir del succinato de monomentilo. Debe entenderse que el proceso arriba citado se puede modificar para aumentar su velocidad o el contenido de succinato de monomentilo en el extracto vegetal.

En general una composición refrescante basada en un extracto vegetal conforme a la presente invención contiene preferiblemente entre 0,00005 por ciento en peso (0,5 partes por millón, ppm) y 0,1 por ciento en peso (1000 ppm) de succinato de monomentilo o equivalente. Con mayor preferencia, una composición refrescante basada en un extracto vegetal contiene entre 0,0001 por ciento (1 ppm) y 0,001 por ciento (10 ppm) de succinato de monomentilo y, sobre todo, 0,0005 por ciento (5 ppm) de succinato de monomentilo. Una composición refrescante basada en un extracto vegetal de la presente invención se puede usar para cualquier composición en que un agente refrescante resulte beneficioso, incluyendo ingredientes y productos alimenticios. Véanse, por ejemplo, las patentes U.S. nº 5,725,865 y 5,843,466 y la patente WO 98/11867. Los ingredientes alimenticios comprenden en general sistemas saborizantes, potenciadores del sabor y otros ingredientes comestibles incorporados a los alimentos y productos alimenticios. Los alimentos y productos comprenden en general alimentos sólidos, bebidas líquidas, medicamentos y otras sustancias comestibles, independientemente de su forma concreta, incluyendo, sin limitaciones, las bebidas alcohólicas, los antiácidos, los laxantes y los chicles. Además el extracto vegetal de la presente invención se puede aplicar a muchos productos no alimenticios, incluyendo, por ejemplo, cosméticos, artículos de aseo, productos de higiene oral, productos de higiene nasal, lociones, aceites, ungüentos y perfumes. Los extractos vegetales pueden emplearse como parte de un sistema de ingredientes, como aditivo para alimentos u otros productos, y se pueden preparar en forma seca (p.ej. en polvo) o como un concentrado o jarabe acuoso, oleoso o alcohólico, dependiendo del uso final y del método de adición propuesto. El extracto vegetal también se puede incorporar en forma sólida o como solución acuosa o jarabe en varias etapas de la elaboración de los productos e ingredientes alimenticios o de otros artículos. La cantidad de extracto vegetal refrescante incorporado a la composición de uso final variará según el contenido de succinato de monomentilo presente en aquél, el derivado concreto de succinato de monomentilo, el grado de efecto refrescante deseado y la potencia de otros saborizantes o aditivos presente en la composición.

La presente invención se describe con mayor detalle mediante los siguientes ejemplos no limitativos.

EJEMPLO 1

PREPARACIÓN DE EXTRACTOS

Se adquirieron frutos desecados de *L. barbarum* de una tienda asiática de productos alimenticios. Las hojas de *M. piperita* y *L. barbarum* desecadas se obtuvieron de Plant It Herbs (Athens, Ohio, www.plantitherbs.com).

Se congelaron frutos desecados de *L. barbarum* a -25°C durante la noche y se pulverizaron en una batidora. El contenido de humedad del polvo se determinó con un analizador halógeno de humedad (Mettler HR 73 HMA) y se

encontró igual a 16,58%. Se extrajeron 205 gramos de polvo con 800 ml de alcohol etílico del 95% en un extractor soxhlet. La extracción soxhlet se realizó durante 13,5 horas en un periodo de dos días (9 horas el primer día y 4,5 horas el segundo día). Se filtró el extracto (con papel de filtro Whatman 1) y el filtrado se concentró hasta 50 gramos en un evaporar rotatorio (rotavapor Buchi R-124) al vacío, a 55°C y 100 rpm. El concentrado, al dejarlo por la noche, formó un sedimento que se separó por filtración, dando 25,5 gramos del producto final. Se diluyeron 1,3 gramos de este extracto con 1,0 ml de metanol para análisis (concentración de la muestra = 0,6 gramos/ml, suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml). La figura 1 representa los resultados de este análisis.

En un procedimiento de extracción idéntico, 200 gramos de polvo de frutos de *L. barbarum* recién desecados dieron 84 gramos de extracto vegetal. Sin embargo en este proceso los frutos no se congelaron antes de la extracción. Se diluyeron 1,7 gramos de extracto con 2,0 ml de etanol para análisis (concentración de la muestra = 0,5 gramos/ml, suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml). La figura 2 representa los resultados de este análisis.

Se extrajeron hojas secas de *M. piperita* empleando el mismo procedimiento descrito para los frutos y las hojas de *L. barbarum*; más adelante figura otro estudio sobre las hojas. Sin embargo, debido a la diferente densidad granel en comparación con los frutos de *L. barbarum* y a las limitaciones de tamaño del equipo, se extrajo una muestra menor. Se extrajeron 30,5 gramos de hojas pulverizadas y se obtuvieron 6,1 gramos de extracto. El extracto se analizó directamente, pero la relación señal/ruido era baja y la extracción se repitió con una muestra mayor. En la segunda extracción se extrajeron 115 gramos de hojas pulverizadas y se obtuvieron 15 gramos de extracto. Se diluyeron 1,4 gramos de este extracto con 1,0 ml de metanol para análisis (concentración de la muestra = 0,6 gramos/ml, suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml). La figura 3 representa los resultados de este análisis.

Se repitió la extracción de hojas de *M. piperita* utilizando 100 gramos de hojas desecadas y se obtuvieron 18 gramos de extracto vegetal. Se diluyeron 1,8 gramos de muestra con 2,0 ml de etanol para análisis (concentración de la muestra = 0,5 gramos/ml, suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml). La figura 4 representa los resultados de este análisis.

Se extrajeron hojas desecadas de *L. barbarum* usando el procedimiento descrito para los frutos de *L. barbarum*. Se extrajeron 50,5 gramos de hojas secas y se obtuvieron 6,6 gramos de extracto. El extracto se analizó directamente sin diluir para detectar la presencia de MMS. La figura 5 representa los resultados de este análisis.

Se diluyó una muestra de 0,86 gramos de residuo de hierbabuena/menta de Wm. Leman con 5,0 ml de metanol para análisis (concentración de la muestra = 0,2 gramos/ml, suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml). La figura 6 representa los resultados de este análisis.

Una muestra de 200 gramos de harina común integral se aditivó con 3,9 miligramos de mentol y 5,7 miligramos de ácido succínico, se mezcló a fondo y se extrajo siguiendo el mismo procedimiento descrito para *L. barbarum* y *M. piperita*. El extracto se analizó directamente sin diluir para detectar la presencia de MMS. La figura 7 representa los resultados de este análisis.

Una segunda muestra de 200 gramos de harina común se aditivó con 2,0 miligramos de mentol y 3,0 miligramos de ácido succínico, se mezcló a fondo y se extrajo como arriba. El extracto se analizó directamente sin diluir para detectar la presencia de MMS. La figura 8 representa los resultados de este análisis.

EJEMPLO 2

CONDICIONES INSTRUMENTALES DE LA LC/MS/MS (SRM)

Aparato	Finnigan TSQ 7000 (API 2) acoplado a un SpectraSystem P4000 HPLC Pump
Columna	Zorbax 5 μ m SB-C18 2,1 mm (DI) x 150 mm, n° de serie: CN 2051
Fase móvil A	H ₂ O (NH ₄ OAc 10 mM)
Fase móvil B	CH ₃ OH (NH ₄ OAc 10 mM)
Gradiente	10% de B hasta 100% de B en 10 minutos (mantener 15 minutos)
Flujo	0,2 ml/minuto
Volumen inyectado	20 μ l
Modo de ionización	-APCI (SRM)
Temperatura del vaporizador	300 o 350°C
Temperatura del capilar calentado	200 o 250°C
Gas impulsor (N ₂)	70 o 80 psi
Gas auxiliar (N ₂)	0 o 20 (unidades arbitrarias)
Celda de colisión (Ar)	2 mT
Energía de colisión	+20 V
Ion precursor a ion de producto	m/z 255/99

EJEMPLO 3

PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA DETERMINAR EL PATRÓN DE MMS AÑADIDO AL EXTRACTO DE M. PIPERITA

5 Se diluyó una muestra de 2,37 gramos de extracto de *M. piperita* con 2,0 ml de metanol (concentración de la muestra = 0,54 gramos/ml, suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml). Se añadieron 400 microlitros de esta solución a cuatro viales. Se añadió MMS (84 $\mu\text{g/ml}$) a los viales 2-4 conforme a la tabla 1. Los datos de este análisis están representados en la figura 9.

10

TABLA 1

Vial	<i>M. piperita</i> (0,54 gramos/ml) μl añadidos	MMS (84 $\mu\text{g/ml}$) μl añadidos	CH ₃ OH μl añadidos	Equivalentes de MMS ppm
1	400	0	30	0
2	400	10	20	3,9
3	400	20	10	7,8
4	400	30	0	11,7

EJEMPLO 4

15

PREPARACIÓN DE MUESTRAS PARA DETERMINAR EL PATRÓN DE MMS AÑADIDO AL EXTRACTO DE HARINA

20 Se añadió MMS a una muestra de 200 μl de extracto de harina según la tabla 2. Los datos de este análisis están representados en la figura 10.

TABLA 2

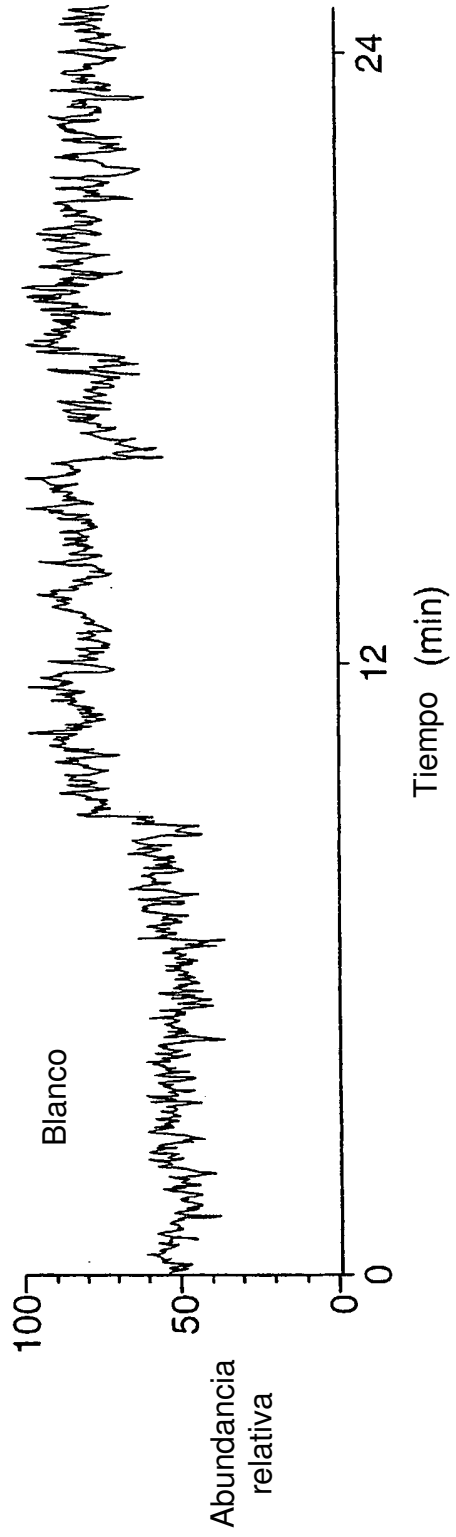
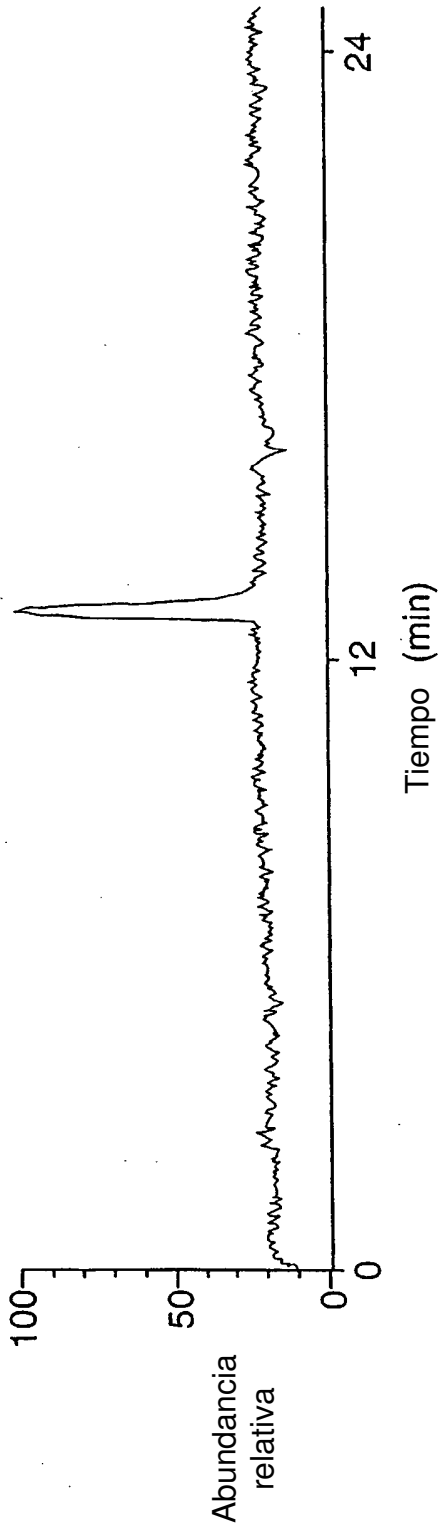
Vial	Extracto de harina μl añadidos	MMS (84 $\mu\text{g/ml}$) μl añadidos	Equivalentes de MMS* ppm
1	200	0	0
2	200	1	0,42
3	200	2	0,84
4	200	3	1,3

*Suponiendo que $d_{\text{extracto}} = 1$ gramo/ml

25

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Producto de consumo alimenticio que comprende una composición basada en un extracto vegetal con un contenido de succinato de monomentilo, en el cual dicha composición de extracto vegetal está aislada de una planta del género Lycium o Mentha.
- 2.** El producto de consumo alimenticio de la reivindicación 1, seleccionado del grupo formado por alimentos sólidos, bebidas líquidas, medicamentos y otros productos basados en sustancias comestibles.
- 10 **3.** El producto de consumo alimenticio de la reivindicación 2, de modo que dicha bebida líquida es una bebida alcohólica, dicho medicamento es un laxante o un antiácido y dicho producto basado en sustancias comestibles es un chicle.
- 15 **4.** El producto de consumo alimenticio de la reivindicación 1, el cual contiene 0,00005 por ciento hasta 0,1 por ciento de succinato de monomentilo.
- 5.** El producto de consumo alimenticio de la reivindicación 1, el cual contiene 0,0001 por ciento hasta 0,001 por ciento de succinato de monomentilo.
- 20 **6.** El producto de consumo alimenticio de la reivindicación 1, el cual contiene 0,0005 por ciento de succinato de monomentilo.
- 25 **7.** Un producto de consumo no alimenticio que comprende una composición basada en un extracto vegetal con un contenido de succinato de monomentilo, en el cual dicha composición de extracto vegetal está aislada de una planta del género Lycium o Mentha.
- 8.** El producto de consumo no alimenticio según la reivindicación 7, escogido del grupo formado por cosméticos, artículos de aseo, productos de higiene oral, productos de higiene nasal, lociones, aceites, ungüentos y perfumes.
- 30 **9.** El producto de consumo no alimenticio según la reivindicación 7, que contiene 0,0005 por ciento hasta 0,1 por ciento de succinato de monomentilo.
- 10.** El producto de consumo no alimenticio según la reivindicación 7, que contiene 0,0001 por ciento hasta 0,001 por ciento de succinato de monomentilo.
- 35 **11.** El producto de consumo no alimenticio según la reivindicación 7, que contiene 0,0005 por ciento de succinato de monomentilo.
- 40 **12.** Un aditivo para un producto de consumo que comprende una composición basada en un extracto vegetal con un contenido de succinato de monomentilo, de modo que dicha composición de extracto vegetal está aislada de una planta del género Lycium o Mentha.
- 45 **13.** El aditivo de la reivindicación 12, de modo que dicho succinato de monomentilo está incorporado en forma concentrada.
- 14.** El aditivo de la reivindicación 13, de modo que dicho concentrado es un sólido, una solución acuosa o un jarabe.
- 50 **15.** El aditivo de la reivindicación 12, de modo que dicho succinato de monomentilo está presente en un producto de consumo a una concentración final 0,0005 por ciento hasta 0,1 por ciento de succinato de monomentilo.



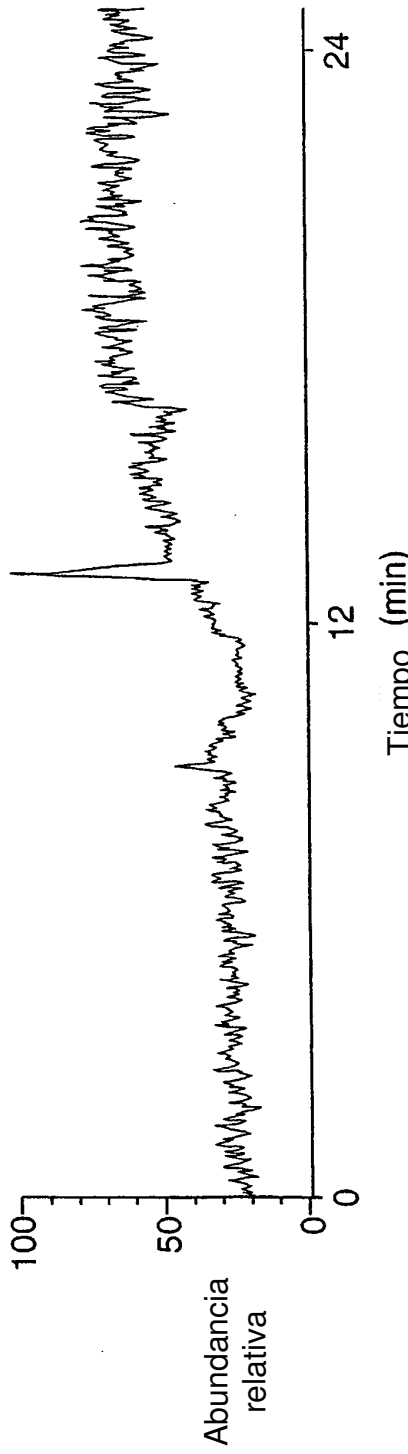


FIG. 1C

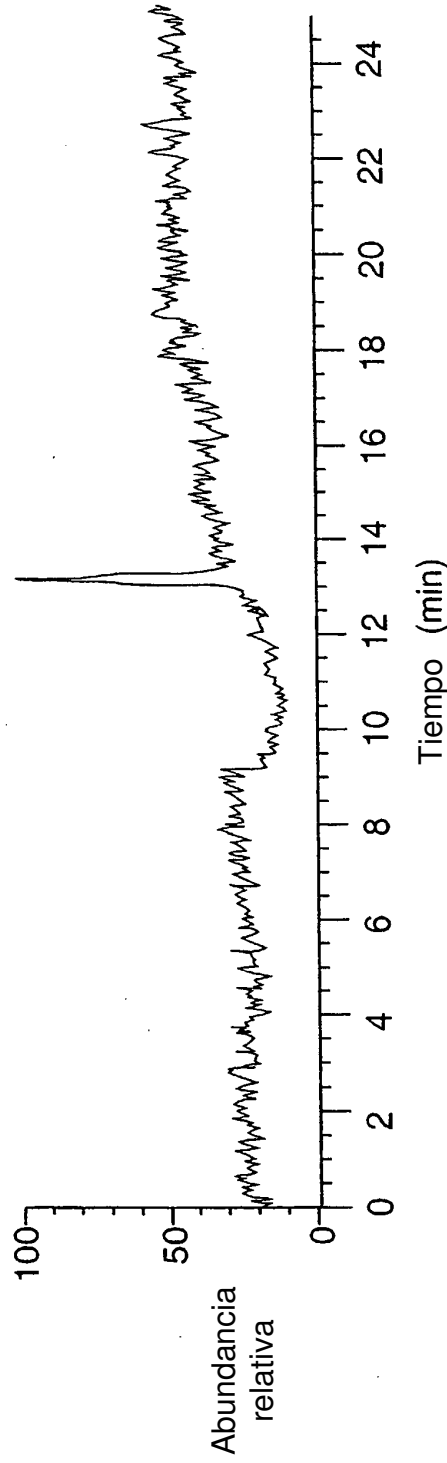


FIG. 1D

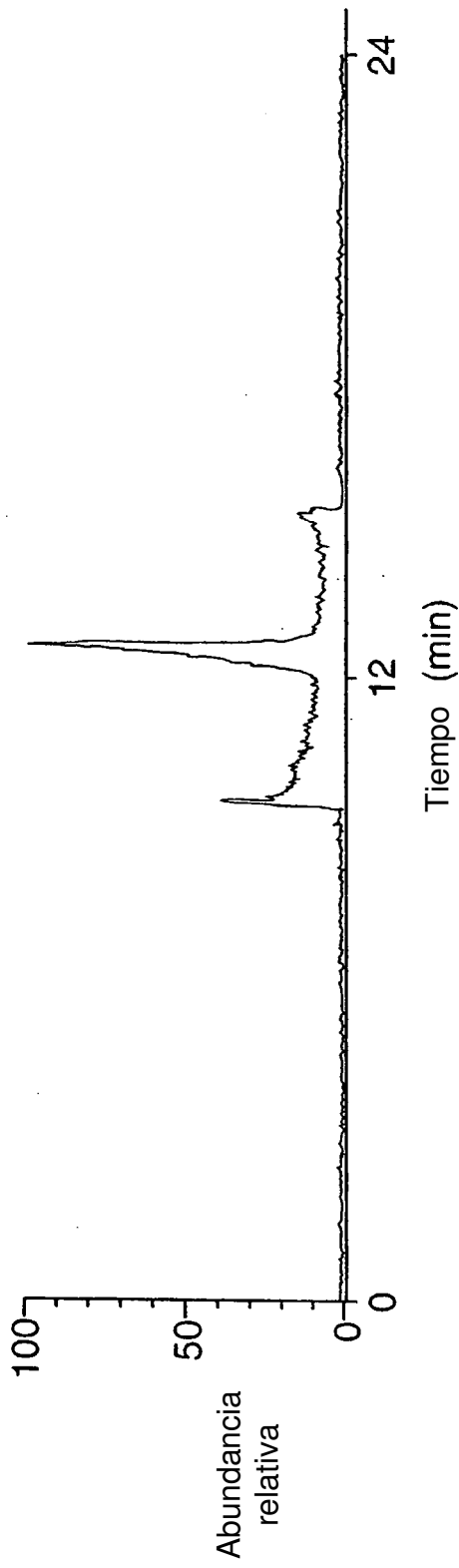


FIG. 2A

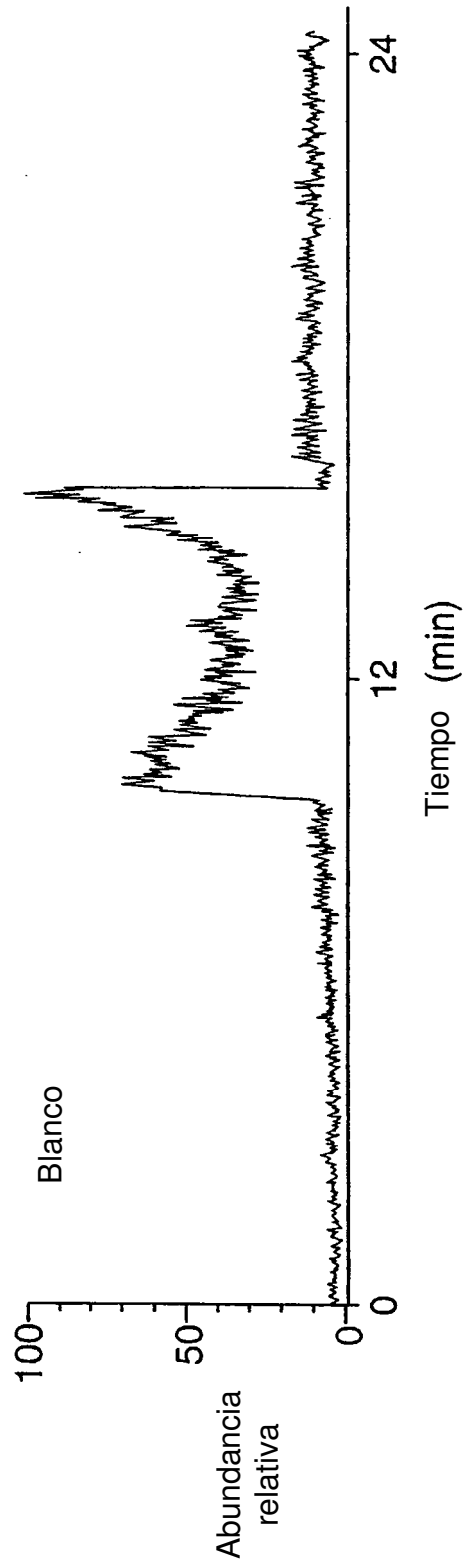


FIG. 2B

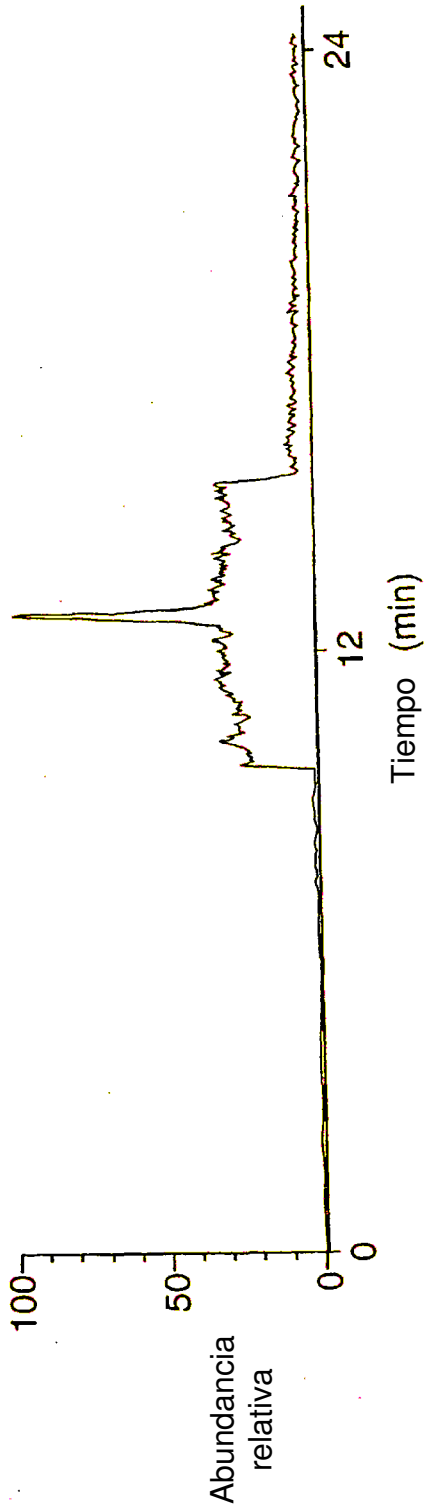


FIG. 2C

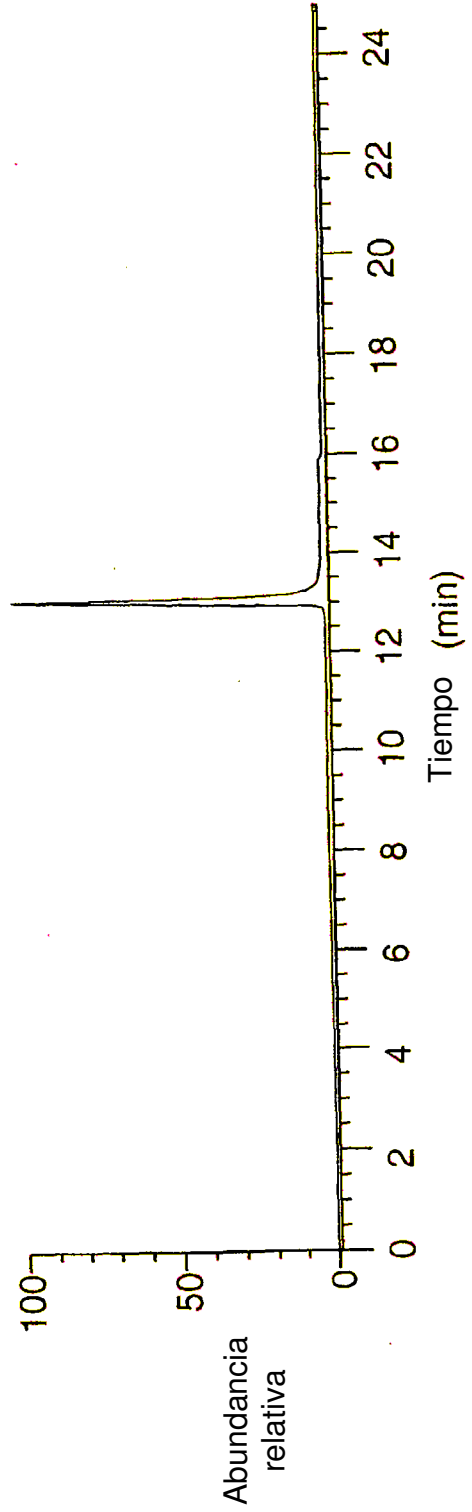


FIG. 2D

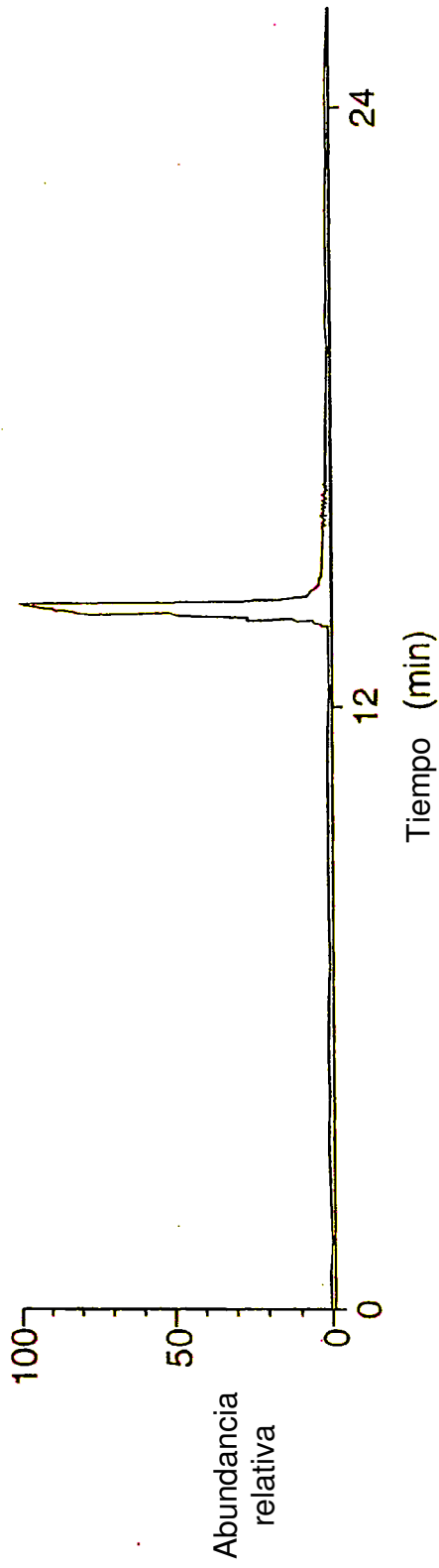


FIG. 3A

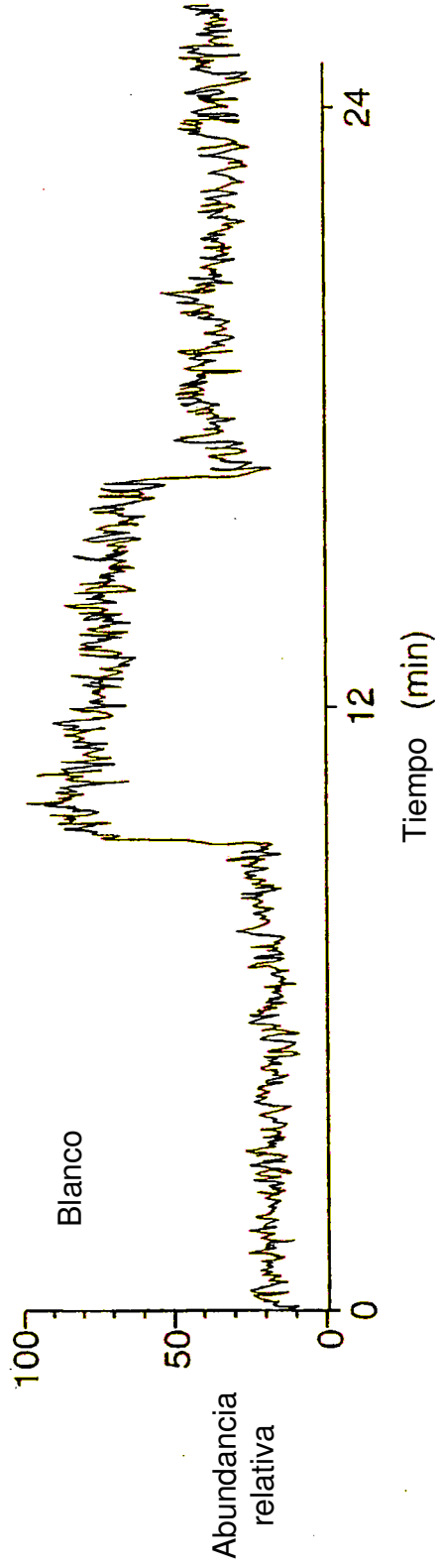


FIG. 3B

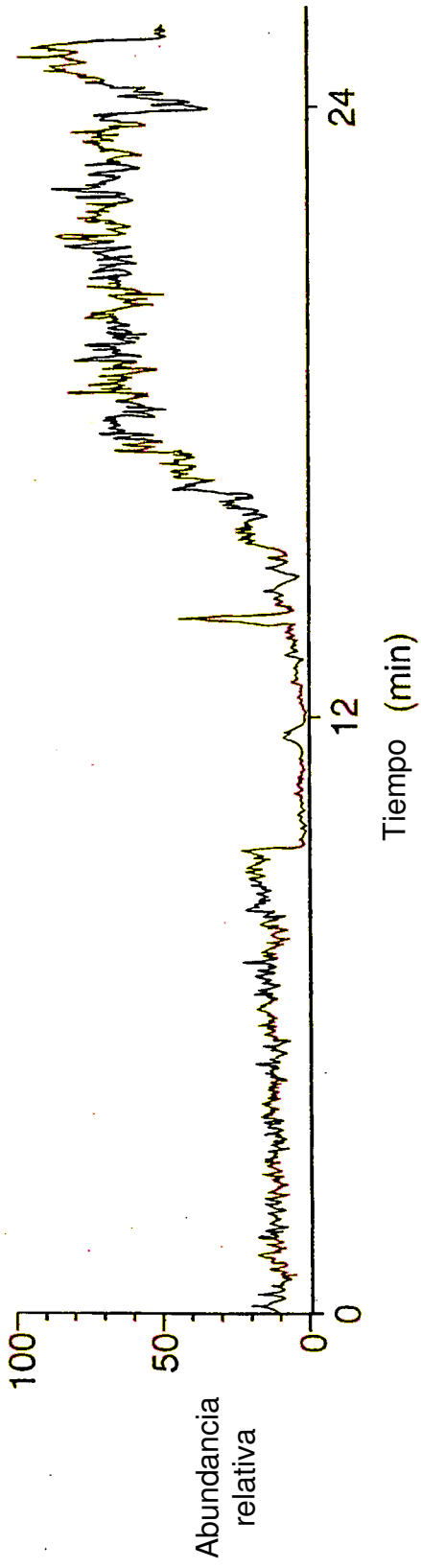


FIG. 3C

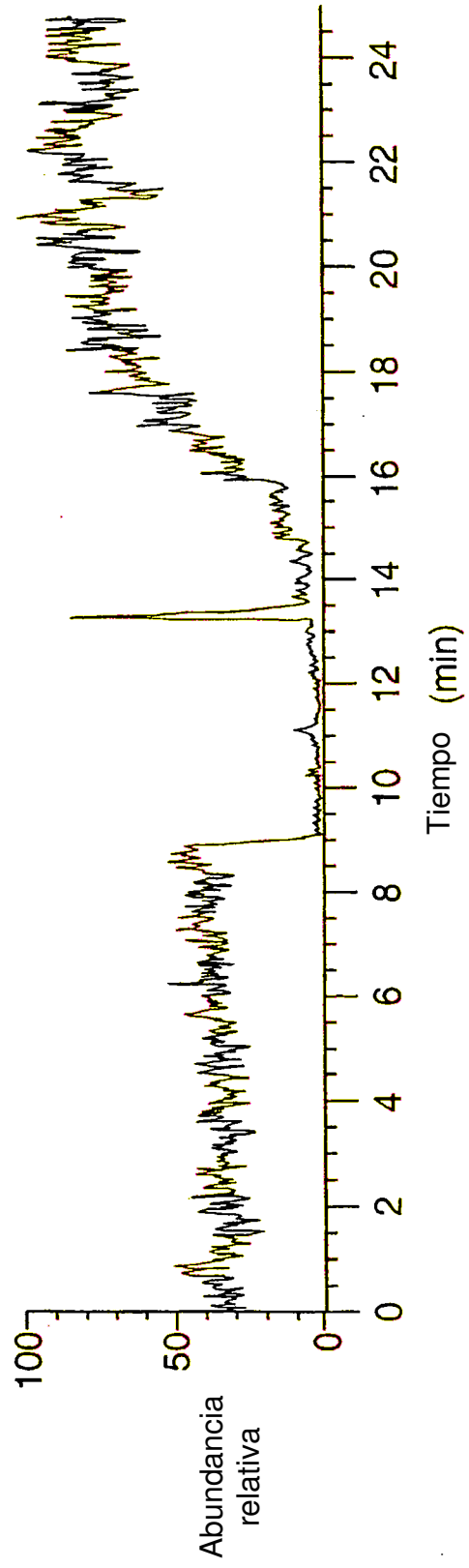


FIG. 3D

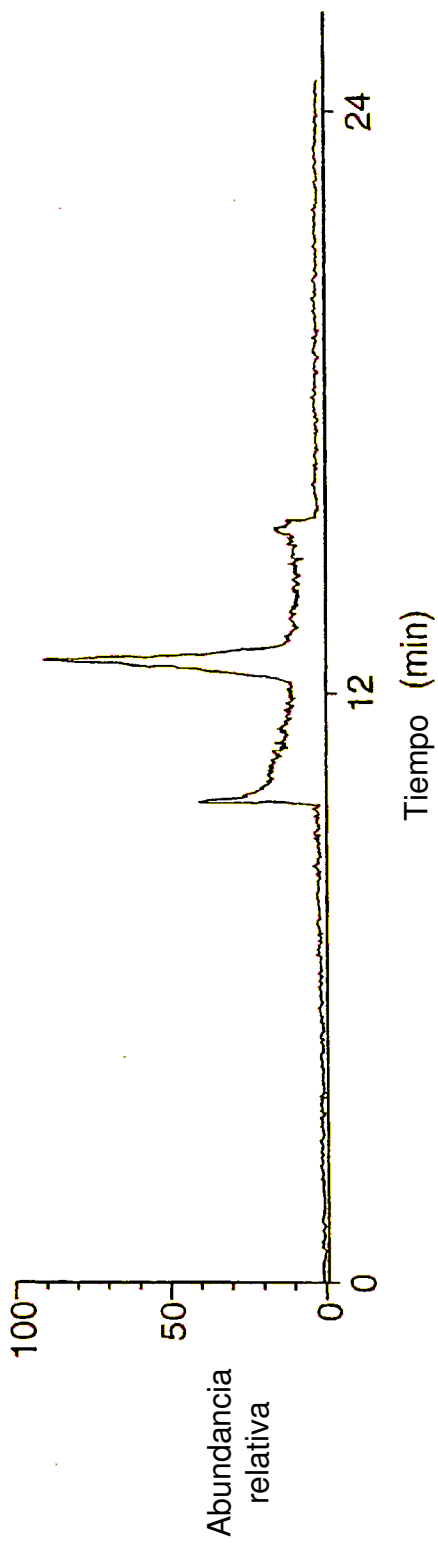


FIG. 4A

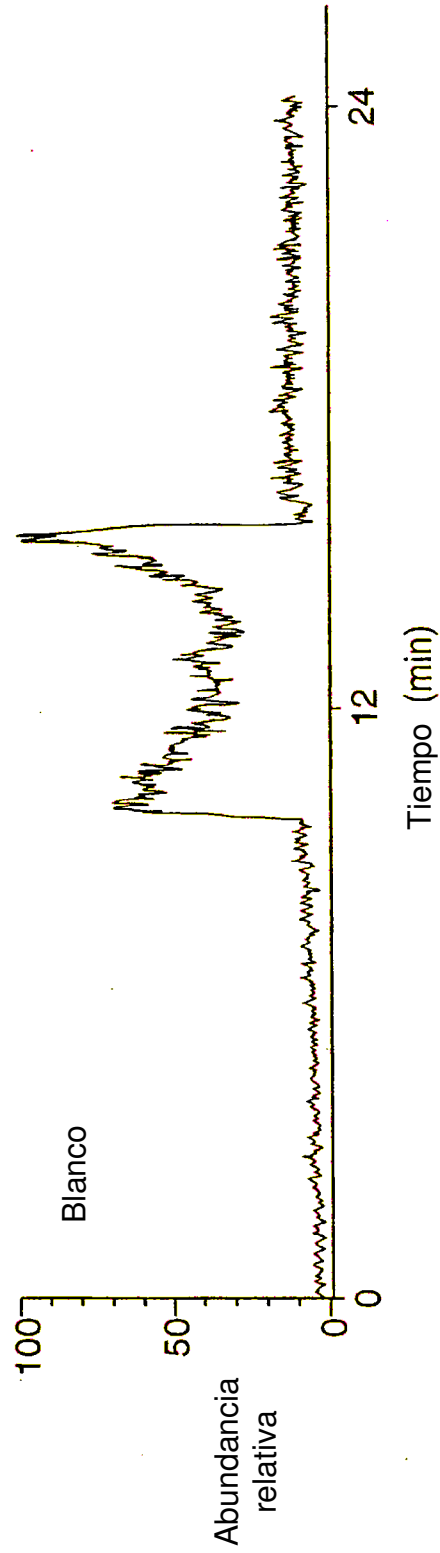


FIG. 4B

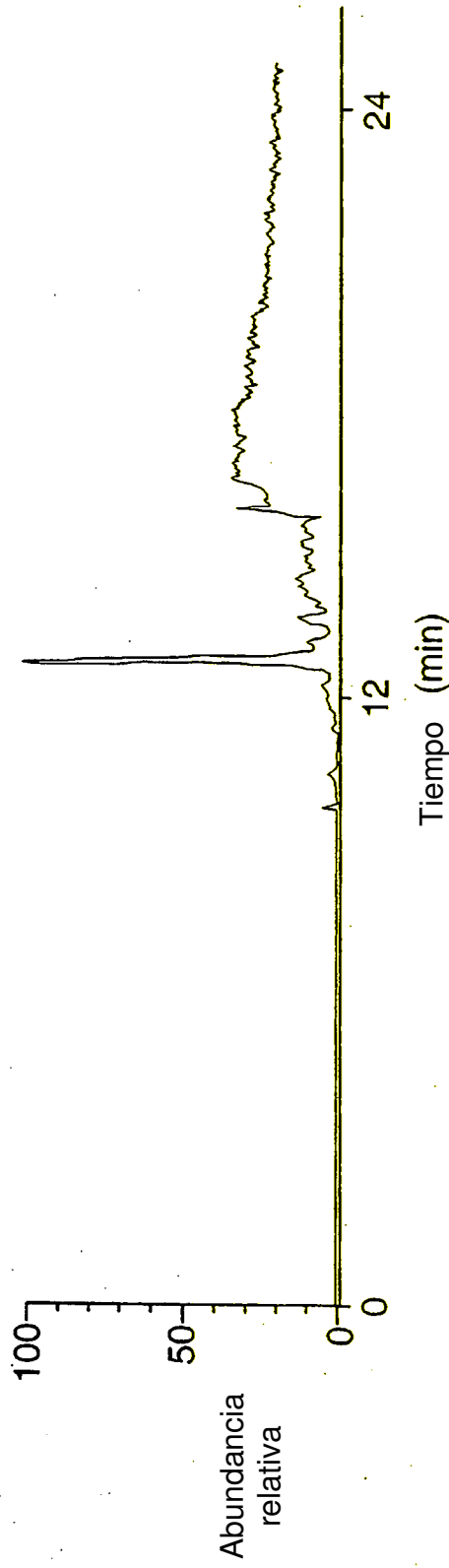


FIG. 4C

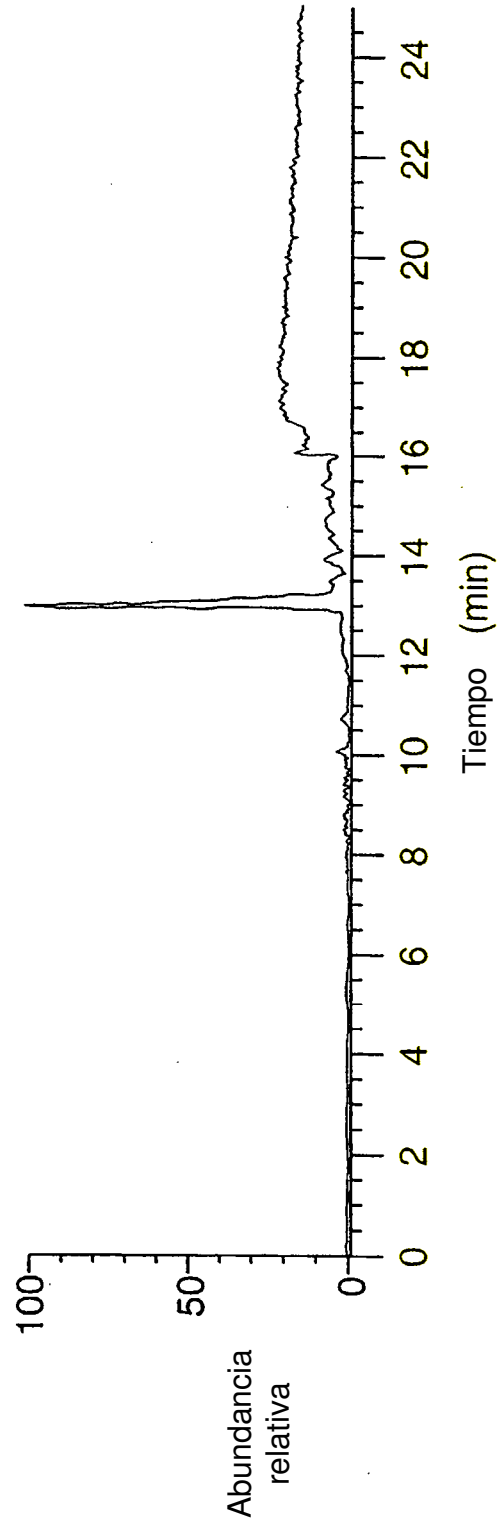


FIG. 4D

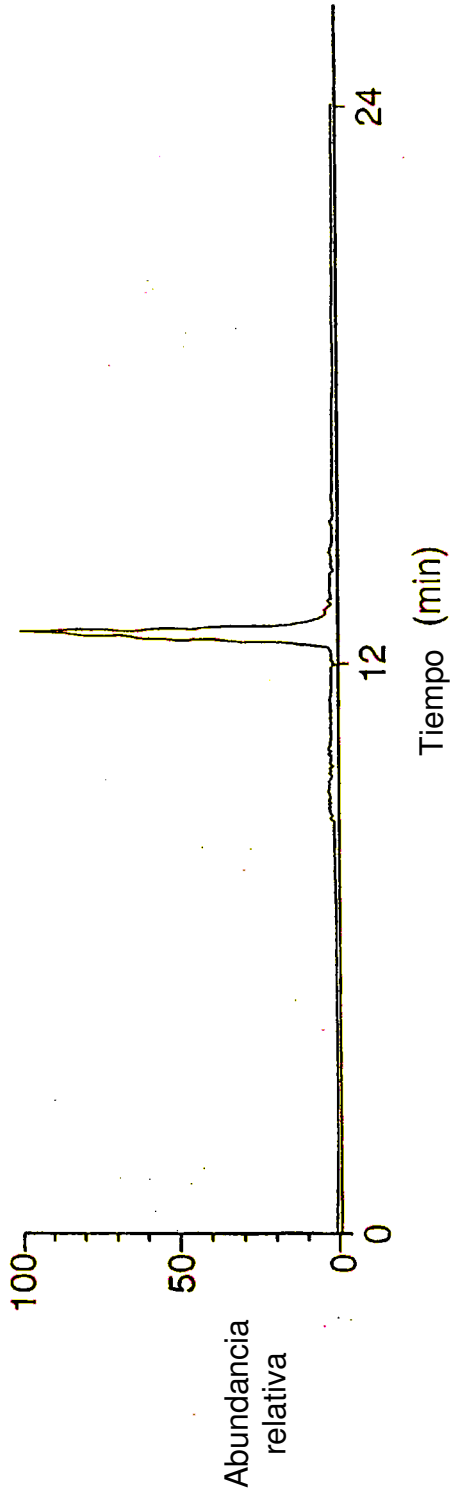


FIG. 5A

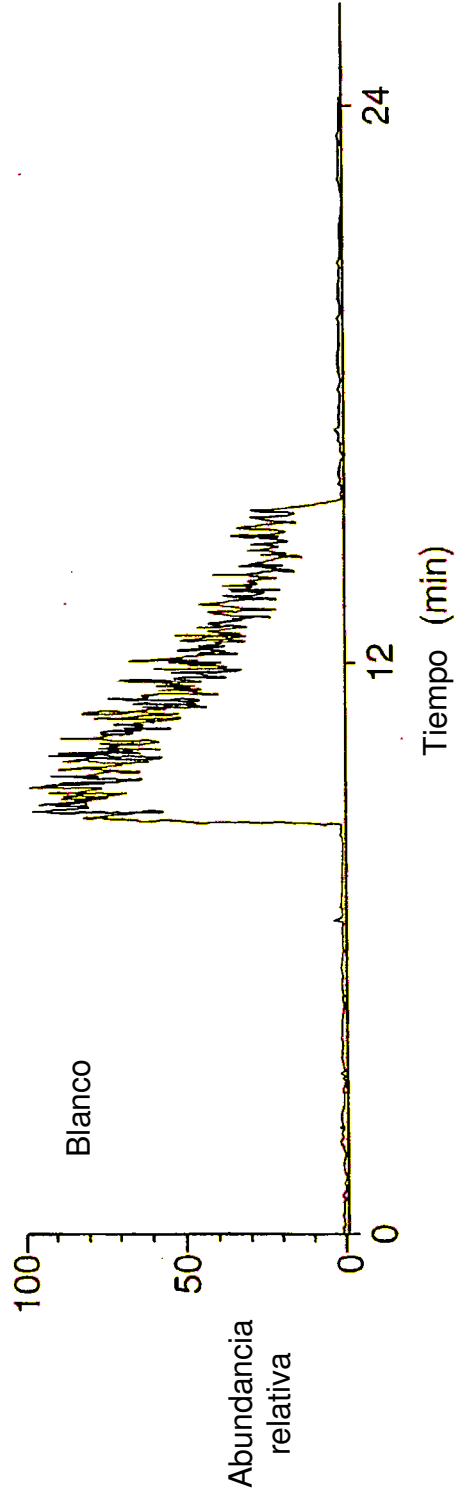


FIG. 5B

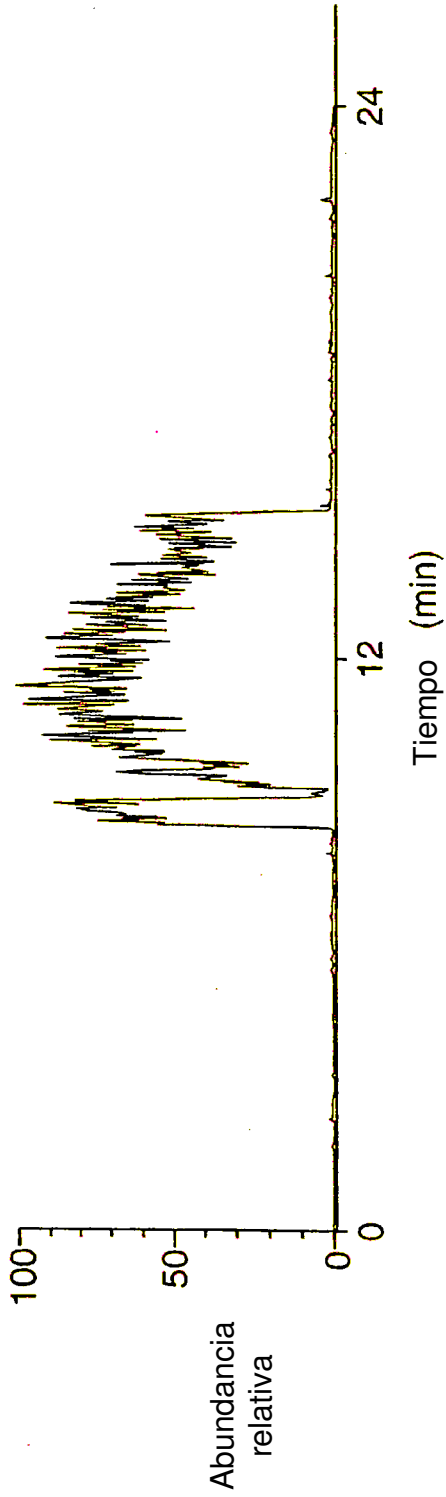


FIG. 5C

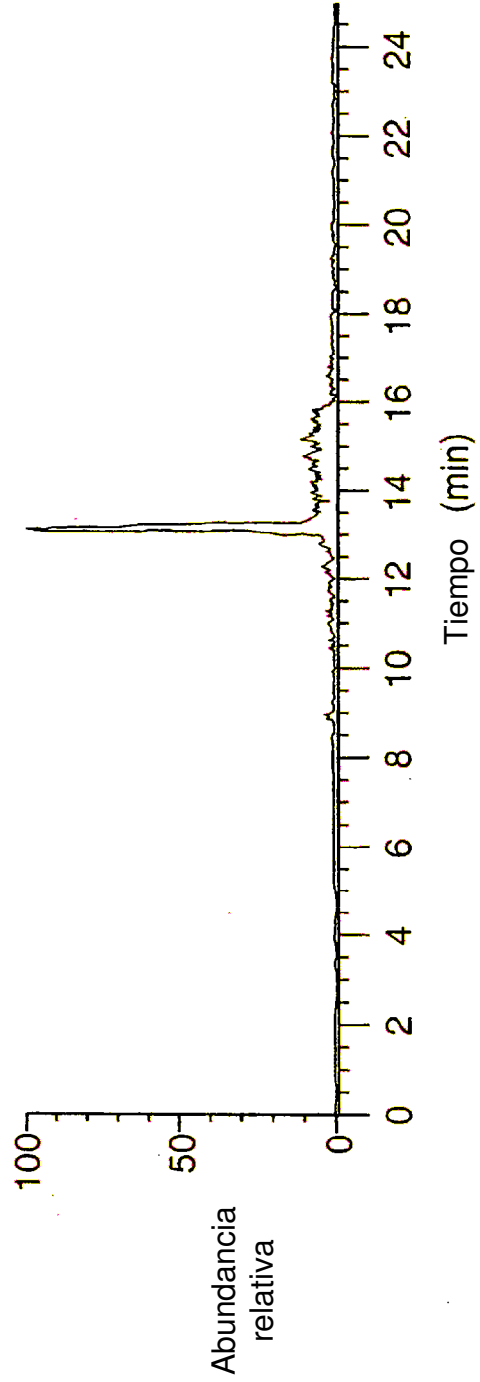


FIG. 5D

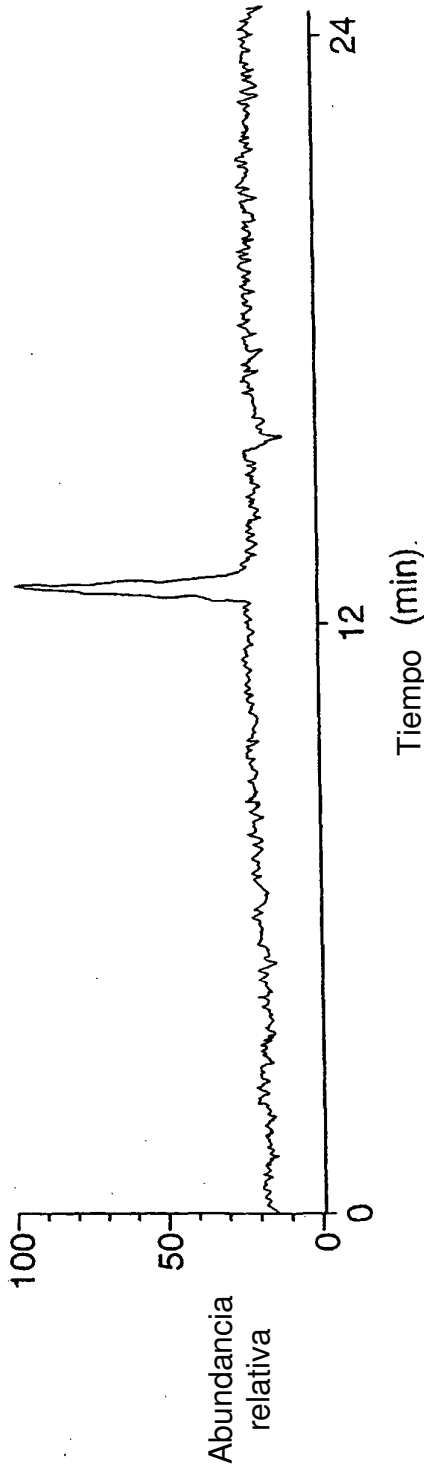


FIG. 6A

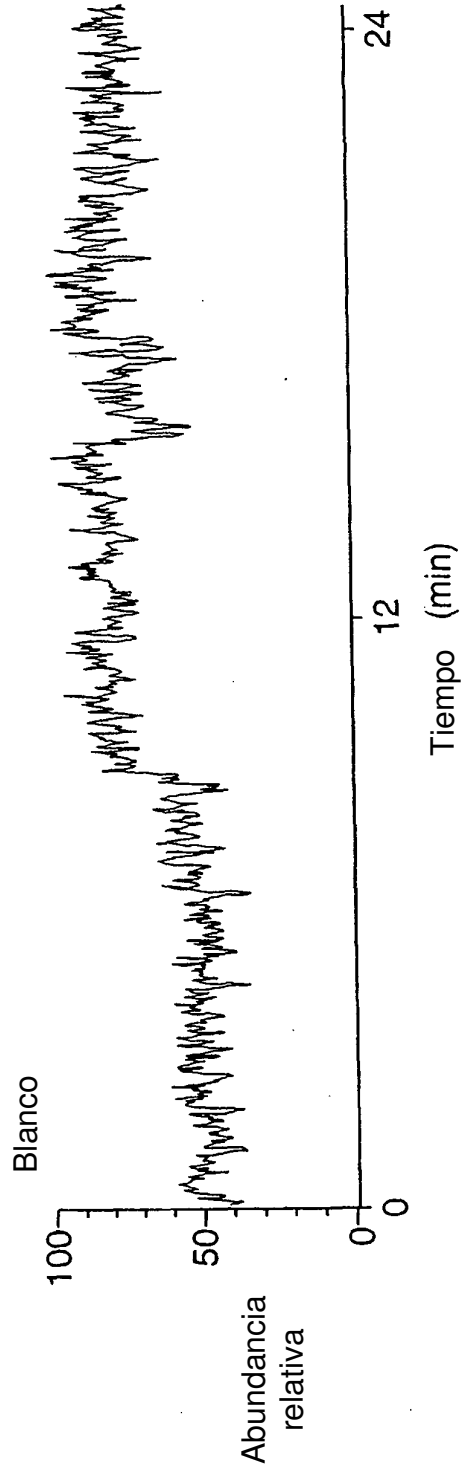


FIG. 6B

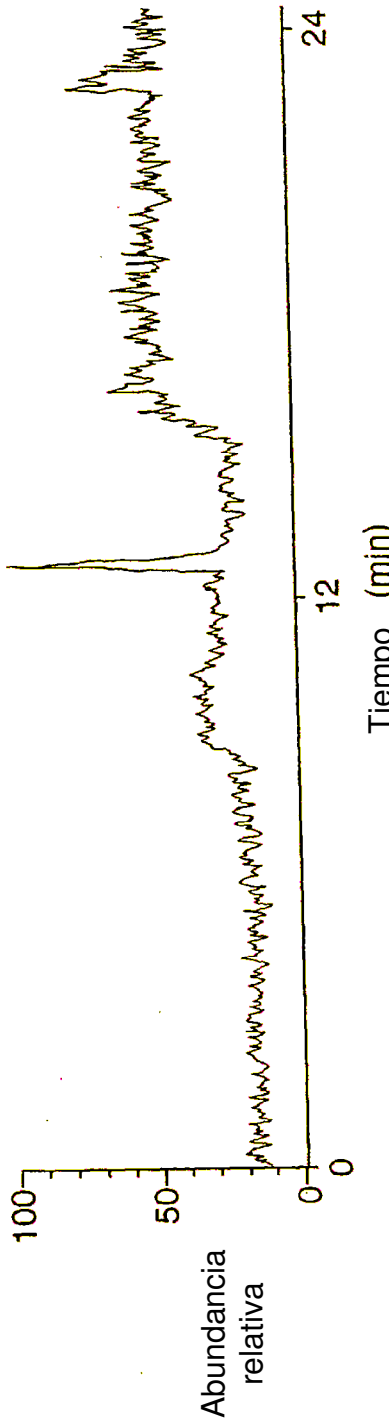


FIG. 6C

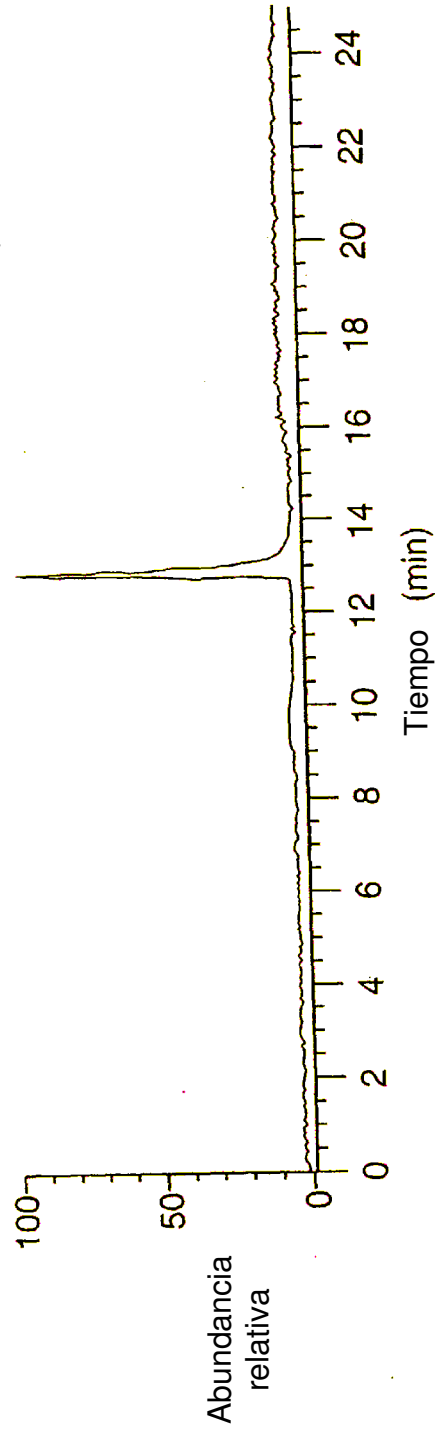
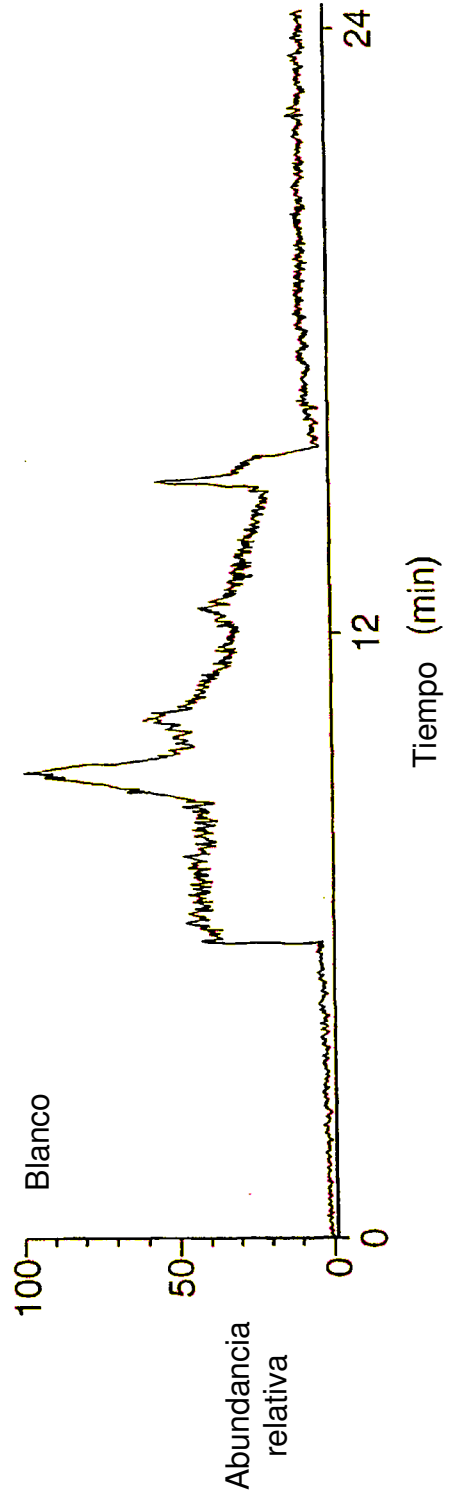
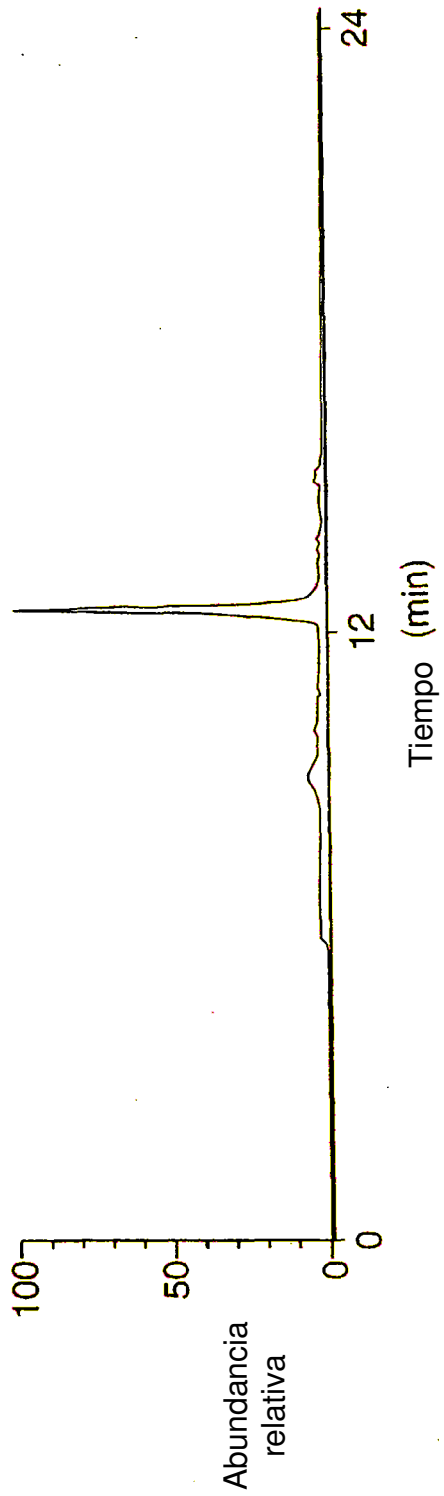


FIG. 6D



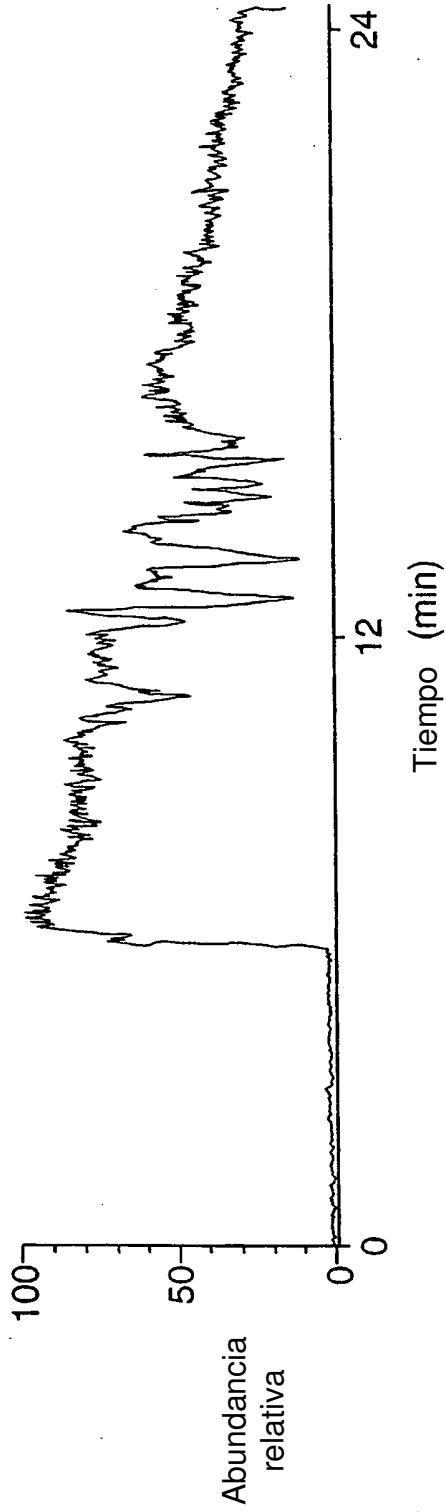


FIG. 7C

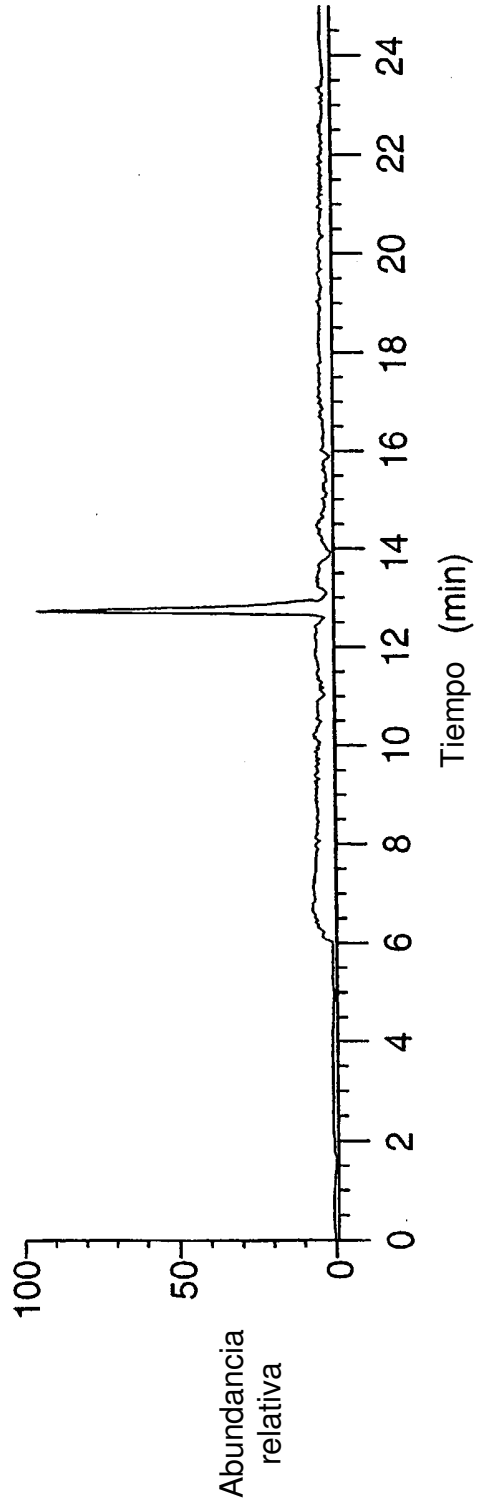


FIG. 7D

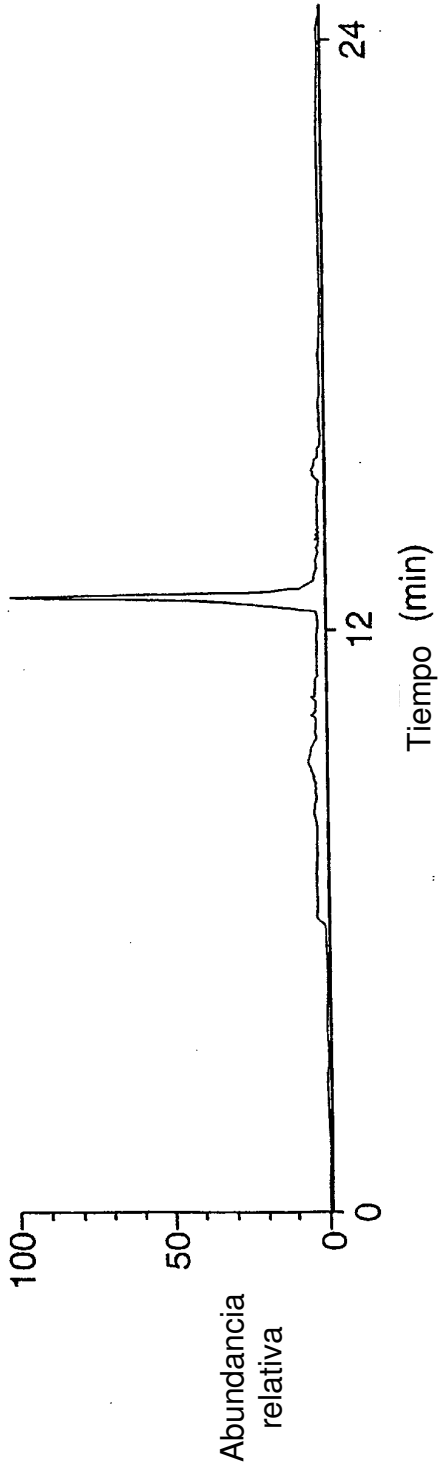


FIG. 8A

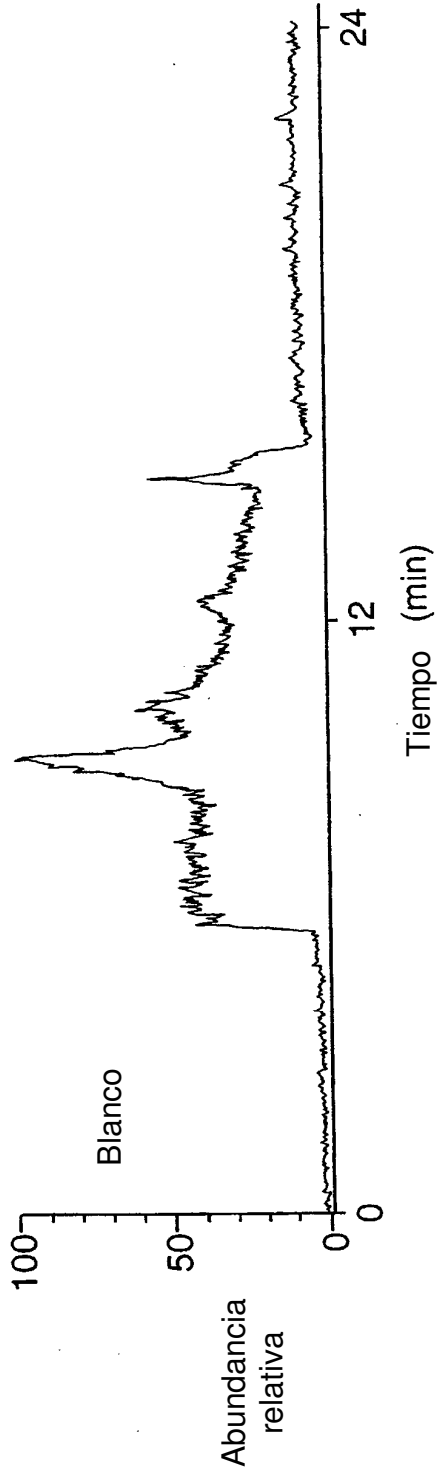


FIG. 8B

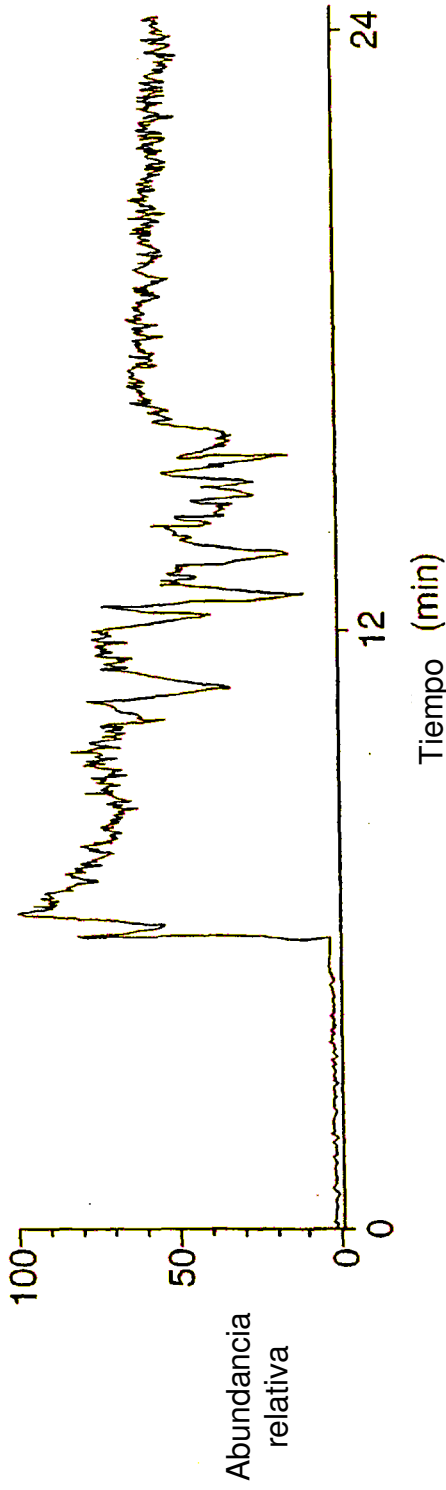


FIG. 8C

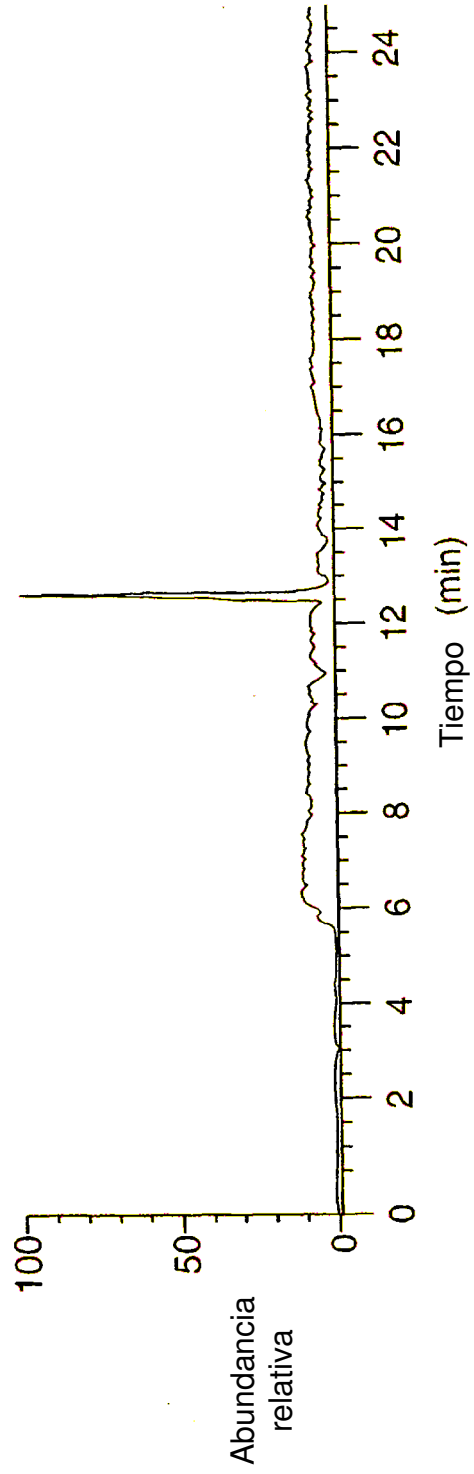


FIG. 8D

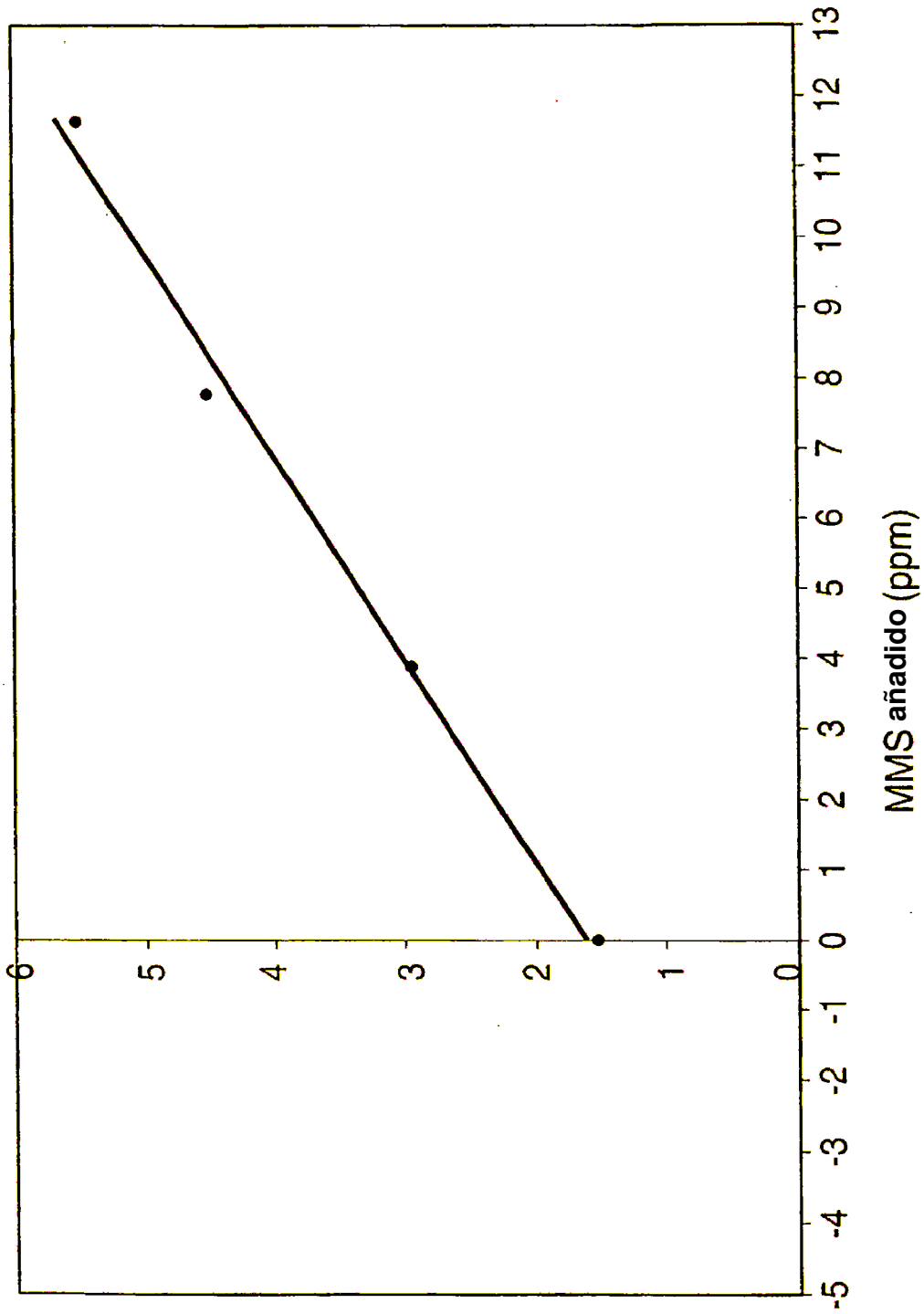


FIG. 9

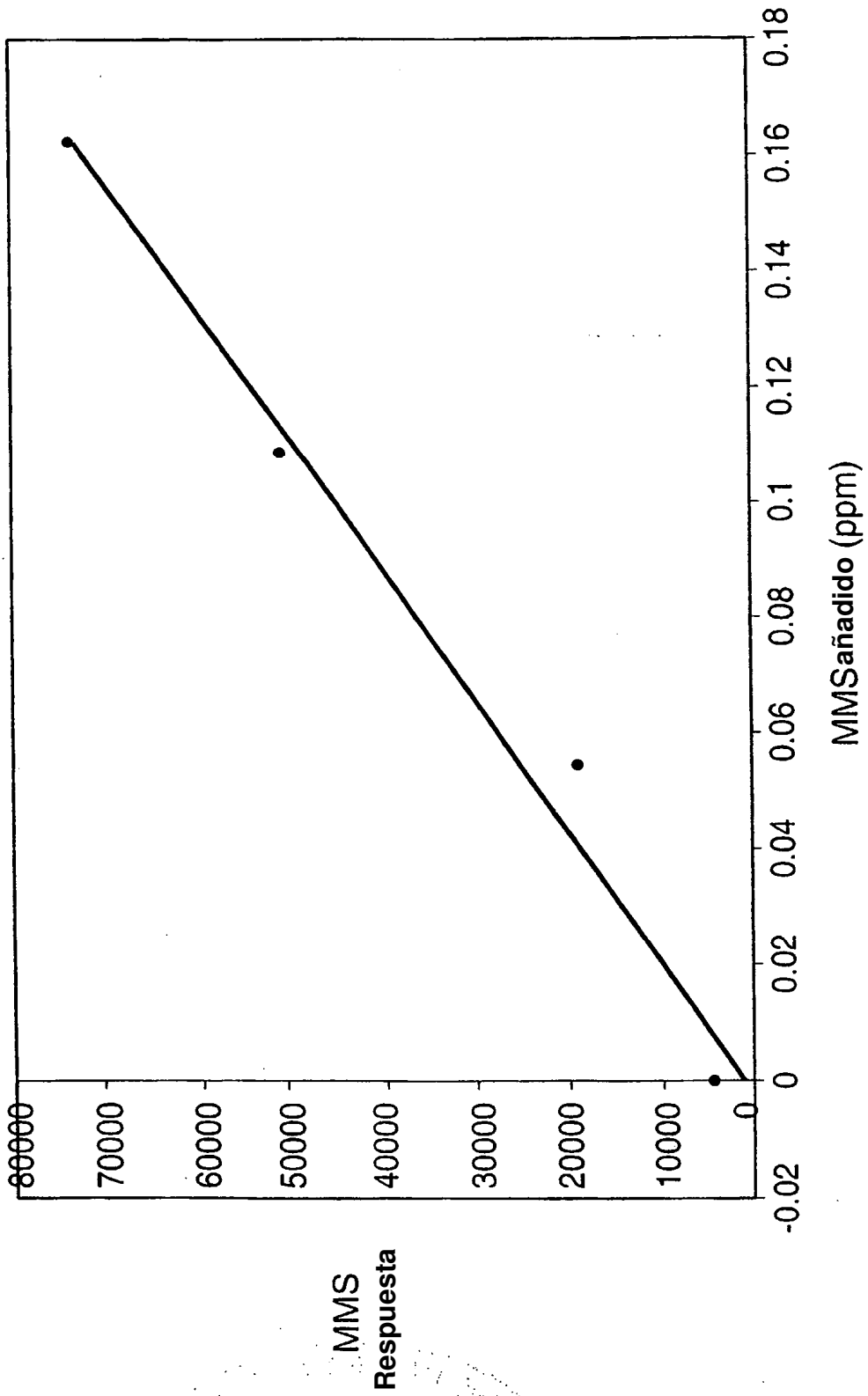


FIG. 10