

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 375 512**

51 Int. Cl.:
A23L 1/22 (2006.01)
A24B 15/28 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **08826635 .8**
96 Fecha de presentación: **24.07.2008**
97 Número de publicación de la solicitud: **2166877**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **31.03.2010**

54 Título: **SALES DE ÉSTERES DE ÁCIDOS POLICARBOXÍLICOS AROMATIZANTES Y MÉTODOS PARA SUMINISTRAR AROMATIZANTES QUE CONTIENEN GRUPOS HIDROXILO.**

30 Prioridad:
25.07.2007 US 935068 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.03.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.03.2012

73 Titular/es:
**PHILIP MORRIS PRODUCTS S.A.
QUAI JEANRENAUD 3
2000 NEUCHÂTEL, CH**

72 Inventor/es:
**MISHRA, Munmaya K.;
LIU, Shengsheng y
KELLOGG, Diane S.**

74 Agente/Representante:
de Elzaburu Márquez, Alberto

ES 2 375 512 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

Sales de ésteres de ácidos policarboxílicos aromatizantes y métodos para suministrar aromatizantes que contienen grupos hidroxilo

SUMARIO

- 5 En una realización, se proporciona una composición para fumar que comprende un material fumable y un éster de un resto de alcohol que es un aromatizante, y un resto ácido que es una sal de un ácido policarboxílico (FES). Un grupo carboxílico de un ácido policarboxílico está esterificado con el resto de alcohol, en el que al menos uno de los grupos carboxílicos restantes del ácido policarboxílico está en forma de una sal, y en el que hay al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico del éster y el carbono carboxílico que forma la sal.
- 10 En otra realización, se proporciona un método para suministrar un compuesto aromatizante que contiene al menos un grupo hidroxílico de una FES.
- 15 En otra realización, se proporciona un artículo manufacturado que comprende una FES. El artículo puede comprender un cilindro de tabaco, en el que el éster ha sido aplicado al cilindro de tabaco.
- En otra realización, se proporciona un producto comestible que comprende un material comestible y una FES.
- 20 El documento de patente CA 70009 se refiere a un producto de tabaco para fumar que tiene incorporado un monoéster de mentol y un ácido o anhídrido policarboxílico del mismo. El documento de patente US 2305622 se refiere a un producto de alimentación que comprende un sabor y aroma formado por interacción química de un grupo hidroxílico de un agente reaccionante y un grupo carboxílico de otro agente reaccionante, por el cual al menos un agente reaccionante es un constituyente de aceite volátil que lleva un sabor y aroma.

DESCRIPCIÓN BREVE DE LOS DIBUJOS

- 25 La figura 1 ilustra un espectro de ^1H RMN de succinato de monomentilo;
La figura 2 ilustra una representación de CG/EM de la pirolisis de succinato de monomentilo a 300°C; y
La figura 3 ilustra una representación de CG/EM de la pirolisis de succinato potásico de monomentilo a 300°C.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS

- 35 Esta descripción se refiere a métodos para inmovilizar y liberar de manera controlada aromatizantes que contienen grupo(s) hidroxílico(s), y a composiciones que contienen los aromatizantes inmovilizados.

Aromatizantes

- 40 Un aromatizante es un compuesto que imparte un sabor o aroma deseado a una composición, tal como una composición comestible o fumable. Los aromatizantes contienen al menos un grupo hidroxílico y no se descomponen durante la formación del éster o durante la liberación del aromatizante. Los ejemplos incluyen, pero no están limitados a, vainillina, linalol, mentol, guayacol, timol, eugenol y geraniol. Los aromatizantes inmovilizados son aromatizantes que necesitan una liberación posterior para impartir el sabor o aroma, preferiblemente mediante pirolisis, hidrólisis, u otra escisión de un enlace de éster.

Ésteres aromatizantes

- 45 Un éster aromatizante es un éster que contiene un aromatizante como un resto de alcohol, y un resto ácido, preferiblemente un resto de ácido carboxílico, y más preferiblemente un resto de ácido policarboxílico. Los restos de ácido policarboxílicos preferidos incluyen restos de ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico y ácido adípico.

Sales de ésteres aromatizantes de ácidos policarboxílicos

- 50 Una sal de éster aromatizante de un ácido policarboxílico (FES) es un éster que contiene un resto de alcohol aromatizante y un resto de ácido policarboxílico, en la que al menos un grupo carboxílico está esterificado con el aromatizante, y al menos un grupo carboxílico está en forma de una sal iónica. El contraión de la sal de carboxilato puede ser cualquier catión que no impacte negativamente las características aromatizantes en la liberación del aromatizante. Los cationes preferidos son cationes metálicos, particularmente, cationes de metales alcalinos o alcalinotérreos. Las sales de sodio, potasio, calcio y magnesio son los cationes de metales alcalinos y alcalinotérreos preferidos. Si múltiples grupos de carboxilato forman sales en las FES, los contraiones pueden ser los mismos o diferentes. Si múltiples grupos carboxílicos están esterificados con aromatizantes en la FES, los aromatizantes pueden ser los mismos o diferentes.
- 60

Preferiblemente, hay al menos un átomo de carbono entre el resto carboxílico esterificado y la sal de carboxilato en la FES. Más preferiblemente, el resto carboxílico esterificado está de uno a cuatro átomos de carbono de distancia del resto de la sal de carboxilato. Lo más preferiblemente, el resto carboxílico esterificado está de dos a tres átomos de distancia del resto de la sal de carboxilato.

5

Material fumable

Un material fumable es cualquier material que ha de encenderse o hacer arder e inhalarse. Los ejemplos preferidos incluyen tabaco y sustitutos de tabaco, particularmente cilindros de tabaco o sustitutos del tabaco, o sus combinaciones. Los materiales fumables no incluyen preferiblemente papeles y envolturas combustibles, u otro material que rodee, solape, o contenga cilindros de tabaco o sustitutos del tabaco.

10

Formación de sales de ésteres aromatizantes de ácidos policarboxílicos

Una FES puede formarse mediante diversos métodos. Por ejemplo, puede hacerse reaccionar un anhídrido de ácido carboxílico con un aromatizante que contiene al menos un grupo hidroxílico. En esta reacción, se forma un éster aromatizante usando uno de los grupos carbonílicos del anhídrido, mientras que se forma un ácido carboxílico en el otro grupo carbonílico del anhídrido. Esta reacción se lleva a cabo usualmente en un disolvente y en atmósfera inerte. Esta reacción puede llevarse a cabo también en presencia de un agente mejorador de la reacción de sustitución, tal como ácido p-toluenosulfónico o ácido metanosulfónico. El ácido carboxílico del éster aromatizante resultante puede tratarse luego con una base para formar la sal del ácido carboxílico del éster aromatizante.

15

20

25

Como ejemplo adicional, pueden formarse ácidos carboxílicos de ésteres aromatizantes mediante esterificación parcial de ácidos policarboxílicos. Este método puede ser particularmente eficaz si uno de los restos de ácido carboxílico del ácido policarboxílico está menos impedido estéricamente, o es más reactivo de otra manera que los otros restos de ácido carboxílico en el ácido policarboxílico. El éster aromatizante resultante puede tratarse luego con una base para formar la sal del éster aromatizante.

30

Liberación del aromatizante de las sales de ésteres aromatizantes de ácidos policarboxílicos

Hay diversos modos en los que los compuestos aromatizantes pueden liberarse de las FES y ser suministrados dentro, o ser suministrados mediante el producto asociado, que incluyen pirolisis e hidrólisis. El método de liberación variará dependiendo de la naturaleza del producto en el que se usa la FES. Por ejemplo, si la FES está contenida en un producto combustible o fumable, la liberación del aromatizante puede lograrse mediante pirolisis. Por otra parte, si la FES está contenida en un comestible, por ejemplo, la liberación del aromatizante puede lograrse mediante hidrólisis.

35

40

Comparación de la liberación pirolítica del aromatizante desde ácidos carboxílicos de ésteres aromatizantes y desde sales de ésteres aromatizantes de ácidos policarboxílicos

La pirolisis de ésteres produce a menudo productos de eliminación, y cuando se está buscando liberar mediante pirolisis un compuesto aromatizante que contiene uno o más grupos hidroxílicos de un éster, estos productos de eliminación son a menudo un subproducto principal indeseable. Por ejemplo, los experimentos muestran que la pirolisis de succinato de monomentilo produce aproximadamente el doble de menteno que de mentol. Esta producción de subproducto es indeseable, por al menos la razón que reduce el rendimiento de mentol del aditivo cuando se usa la composición para fumar, lo que puede requerir que se añada más FES para obtener el efecto de aroma deseado. Además, ya que el rendimiento de menteno de una reacción típica de pirolisis puede variar, es difícil conocer con antelación cuánto FES hay que añadir a una composición combustible o fumable para obtener un efecto aromatizante dado. Sorprendentemente, se ha encontrado que la pirolisis de sales de succinato de monomentilo produce mentol con muy poca, si alguna, producción de menteno. Sin estar limitado por la teoría, se piensa que la sal de carboxilato interacciona con el éster, posiblemente con su resto carbonílico, de tal modo que disminuye, si no se detiene completamente, la formación de menteno en la pirolisis del éster.

45

50

55

Se han encontrado estos resultados sorprendentes con varias sales de succinato de monomentilo, que incluyen sales de sodio, potasio, calcio y magnesio, y se cree que también se extienden a otras sales.

La sorprendente reducción de la producción de menteno obtenida incluyendo una FES en una composición combustible o fumable tiene varias ventajas, que incluyen un aumento de la eficacia de la liberación de mentol del éster de mentilo, así como un mayor control sobre el aroma de los productos fabricados usando tales compuestos.

60

Composiciones para fumar

En una realización, se proporciona una composición para fumar que comprende un material fumable y una o más FES, en la que al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico de cualquier éster y el carbono carboxílico de cualquier sal de carboxilato.

65

En una realización, la FES comprende entre 0,001 por ciento en peso y 10 por ciento en peso de la composición para fumar, basado en el peso del material fumable.

5 En una realización, el material fumable comprende tabaco.

Las FES pueden incorporarse en una composición para fumar de diversas maneras. Por ejemplo, las FES pueden elaborarse en formas sólidas, que pueden colocarse en cualquier lugar deseado del cilindro de tabaco para un cigarrillo, cigarro puro, purito, u otro artículo similar.

10 Adicionalmente, las FES pueden disolverse en un disolvente apropiado y aplicarse a un sustituto de tabaco o que no sea de tabaco, por ejemplo, mediante pulverización. Además, las FES pueden ser suspendidas en un líquido, y aplicarse a un sustituto de tabaco o que no sea de tabaco, por ejemplo, mediante pulverización. También, las FES pueden añadirse como sólido, por ejemplo, en forma de polvo o gránulos, a un sustituto de tabaco o que no sea de tabaco.

15 Los sustitutos de tabaco o que no sean de tabaco, tratados mediante uno de estos métodos, pueden usarse también como sustituto de tabaco o que no sea de tabaco con aroma mejorado, que puede mezclarse más tarde opcionalmente con otros sustitutos de tabaco o que no sean de tabaco.

20 La liberación del aromatizante desde la FES puede lograrse mediante pirolisis en aplicaciones en las que la composición para fumar se quema, así como en aplicaciones en las que la composición para fumar solamente se calienta, tales como, por ejemplo, cigarrillos calentados eléctricamente.

25 En una realización, el aromatizante se selecciona del grupo que consiste en mentol, vainillina, linalol, guayacol, timol, geraniol y eugenol.

Artículos para fumar

30 En una realización, se proporcionan artículos para fumar que comprenden una composición para fumar que incorpora una o más FES.

35 En otra realización, las FES se aplican a, o se incorporan en, la envoltura del artículo para fumar. Por ejemplo, las FES pueden imprimirse sobre la envoltura del artículo para fumar. Además, las FES pueden imprimirse en distintos patrones sobre la envoltura, para proporcionar diferentes efectos cuando se usa el artículo para fumar. Por ejemplo, las FES pueden imprimirse sobre la envoltura cerca del extremo del filtro del cilindro de tabaco, lo que proporcionaría un aroma único cuando se llega al extremo del artículo para fumar. Adicionalmente, pueden imprimirse múltiples FES que incorporan diferentes compuestos aromatizantes sobre la envoltura del artículo para fumar, para proporcionar diferentes aromas en tiempos diferentes. Este efecto de aroma múltiple podría producirse también colocando partículas sólidas de diferentes FES en diferentes posiciones del cilindro de tabaco del artículo para fumar.

40 Los cigarrillos puros, cigarrillos, puritos y similares comprenden generalmente un cilindro de material fumable de sección transversal sustancialmente circular, rodeado por una envoltura, que puede estar hecha de papel, hojas de tabaco reconstituidas, envolturas de hojas naturales, u otros materiales en forma de hoja combustibles. Opcionalmente, estos artículos pueden incluir un filtro, a través del cual el consumidor inhala. En un cigarrillo, cigarro puro, purito u otro artículo similar, las FES pueden incorporarse en cualquiera de las partes del artículo para fumar. Por ejemplo, las FES pueden añadirse a la masa de tabaco a partir de la cual se fabrica el cilindro de tabaco. Adicionalmente, las FES pueden incorporarse dentro de la envoltura de un cigarro puro, cigarrillo, purito u otro artículo similar. Además, las FES pueden estar formadas por un sólido unitario e insertarse mecánicamente dentro del cilindro de tabaco de un cigarro puro, cigarrillo, purito u otro artículo similar. Las FES pueden incorporarse también en los filtros (si se usan) de un cigarro puro, cigarrillo o purito. Son posibles otras maneras de incorporar las FES dentro de un cigarro puro, cigarrillo, purito u otro artículo similar, y están dentro del ámbito de esta descripción.

45 Los cigarrillos calentados eléctricamente (EHC), por ejemplo, como se describen en la patente de EE.UU. nº 5.692.525, la descripción de la cual se incorpora por la presente mediante referencia, son artículos para fumar que se usan en combinación con sistemas para fumar, que incluyen calentadores eléctricos que reciben una parte del EHC. Una vez que el EHC se inserta dentro de un sistema para fumar apropiado, se usa prácticamente de la misma manera que un cigarrillo tradicional, pero sin encender o hacer arder el cigarrillo. Cuando se calienta un EHC en su sistema para fumar, produce humo de tabaco que luego el consumidor inhala.

50 Los EHC pueden tomar diversas formas, y pueden incluir alguna o todas de las partes siguientes: una sobreenvoltura de papel de cigarrillo, banda de tabaco, taco(s) de tabaco, filtros de diversas formas, huecos o bolsas de aire. La sobreenvoltura de papel de cigarrillo, si se usa, proporciona la superficie más exterior de al menos una parte de la longitud del EHC. Una banda de tabaco es un material en forma de hoja que comprende partículas y

5 fibras de tabaco, así como otros ingredientes usados como aglutinantes, humectantes y con otras diversas funciones. La banda de tabaco está hecha a menudo de forma cilíndrica que rodea, durante al menos parte de la longitud del EHC, todos los componentes del EHC, excepto la sobreenvoltura de papel. Los tacos de tabaco son generalmente aglomeraciones cilíndricas de tabaco. Los tacos de tabaco pueden usarse en EHC, y si se usan, sólo se extenderán de modo general a través de una parte de la longitud del EHC. Si se usa, el taco de tabaco es el centro concéntrico de la sección transversal del EHC, y estará rodeado por una banda de tabaco, una sobreenvoltura de papel de cigarrillo, o por ambos. Pueden incorporarse filtros de diversas formas, que incluyen filtros de flujo libre, filtros de retorno y filtros de boquilla en un EHC. También pueden incorporarse huecos o espacios abiertos o bolsas de aire en el diseño de un EHC.

10 En un cigarrillo calentado eléctricamente, las FES pueden incorporarse en cualquiera de las partes del EHC. Por ejemplo, las FES pueden incorporarse en la banda de tabaco, taco de tabaco, sobreenvoltura de papel, o en o sobre cualquiera de los filtros usados para fabricar el EHC. Son posibles otras maneras de incorporar FES dentro de un cigarrillo calentado eléctricamente, y están dentro del ámbito de esta descripción.

15 Composiciones de tabaco sin humo

20 En una realización, se proporciona una composición de tabaco sin humo, que comprende una mezcla de tabaco y una o más FES.

25 Las FES pueden incorporarse dentro de una composición de tabaco sin humo de varias maneras. Por ejemplo, las FES pueden disolverse en un disolvente apropiado, y aplicarse a un tabaco o mezcla de tabacos, por ejemplo, mediante pulverización. Las FES pueden también ser suspendidas en un líquido, y aplicarse a un tabaco o mezcla de tabacos, por ejemplo, mediante pulverización. Además, las FES pueden añadirse como polvo a un tabaco o mezcla de tabaco. La liberación del aromatizante puede lograrse mediante masticación, hidrólisis o alguna mezcla de mecanismos de liberación no pirolíticos. De este modo, sería posible usar estas FES para preparar, por ejemplo, un recipiente que encierre múltiples aromas de rapé, en el que cada aroma no esté afectado por los otros aromas en el recipiente.

30 Comestibles y otros productos para uso oral

35 En otra realización, se usan una o más FES en productos comestibles. Se proporciona un producto comestible que comprende un material comestible y una FES, en la que hay al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico del éster y el carbono carboxílico que forma la sal. El material comestible puede comprender una comida, bebida, y composición para el cuidado bucal. En una realización, el producto comestible contiene una comida, bebida, composición para el cuidado bucal, u otro material comestible que se haya tratado con de 0,0001 por ciento en peso a 10 por ciento en peso de una o más FES. Las FES pueden añadirse en cualquier punto adecuado de la elaboración del material comestible, siempre que la mezcla no se someta posteriormente a condiciones, tales como altas temperaturas, que puedan causar una liberación prematura del(los) compuesto(s) aromatizante(s) (es decir, antes del uso por el consumidor). La liberación de los compuestos aromatizantes puede lograrse mediante la hidrólisis que se produce cuando se consume el comestible. De este modo, sería posible fabricar, por ejemplo, un chocolate con aroma de menta que no aromatice otros chocolates sin menta con los que esté empaquetado. En otra realización, la liberación de los compuestos aromatizantes puede lograrse mediante la hidrólisis que se produce cuando el comestible se prepara por el consumidor para el uso, tal como la liberación de la menta u otro aroma en una bebida caliente de chocolate, cacao, café o té cuando se añade agua caliente.

40 En otra realización, se usan una o más FES en otras composiciones para uso oral, por ejemplo en pastillas, formulaciones farmacéuticas, hilo dental, tratamientos y dispositivos, palillos, y otros productos pensados para usarse por vía oral. En esta realización, las características de liberación de las FES son similares a las de para comestibles, como se ha descrito anteriormente.

50 Artículos que se pueden calentar o combustibles de fabricación

55 Pueden incorporarse una o más FES dentro de productos calentados o combustibles, para liberar fragancias agradables dentro de la atmósfera local cuando el producto se calienta o se quema. Por ejemplo, incorporando de 0,0001 por ciento en peso a 10 por ciento en peso de las FES dentro de una vela de otra manera sin perfume, se prepara una vela que tiene poca fragancia o una fragancia que no se puede percibir antes de encenderla, pero que libera una fragancia tras la combustión. Otros productos contemplados que incorporan una FES incluyen varillas de fragancia, incienso, ambientadores para el hogar, troncos para chimenea artificiales o tratados, y otros productos que se calientan o someten a combustión en un entorno doméstico u otro entorno por razones estéticas.

60 Ejemplo 1 – Síntesis de succinato de monomentilo

65 Se cargó un matraz de fondo redondo de 500 ml con anhídrido succínico (25 g, 0,25 moles), ácido p-toluenosulfónico (1,0 g) y tolueno anhidro (125 ml), y se calentó a reflujo. Se añadió gota a gota mentol (25 g, 0,25

5 moles) disuelto en tolueno anhidro (100 ml) a la disolución a reflujo a 135°C. Después de añadir la disolución de mentol, la mezcla se sometió a reflujo durante cinco horas más. Después de enfriar a temperatura ambiente, la mezcla se lavó con agua desionizada (DI) (5 x 200 ml). El tolueno se retiró mediante un rotavapor, seguido de eliminación a alto vacío a 70°C. No se destiló mentol del producto en bruto a alto vacío (0,1 torr) a 120°C, mostrando una conversión completa en succinato de monomentilo. El producto en bruto se recristalizó en hexano, para formar cristales blancos. El ¹H RMN mostró succinato de monomentilo con alta pureza (figura 1).

Ejemplo 2- Conversión de succinato de monomentilo en succinato potásico de monomentilo

10 Se añadió succinato de monomentilo (5,0 g, 19,5 mmoles) a una disolución acuosa de hidróxido potásico (1,09 g, 19,5 mmoles en 50 ml de agua DI) a temperatura ambiente. La mezcla se agitó durante dos horas hasta que el succinato de mentilo se disolvió completamente. Se retiró el agua mediante liofilización, para dar lugar a un polvo blanco. Las muestras secas se analizaron mediante termogravimetría / espectrometría de masas (TGA/EM) y cromatografía de gases / espectrometría de masas (CG/EM). Adicionalmente, se calentó una pequeña muestra en un vial con una pistola de calor, y se liberó una cantidad considerable de mentol.

Ejemplo 3 – Pirolisis comparativa de succinato de monomentilo, succinato potásico de mentilo, y una mezcla de succinato de monomentilo e hidróxido potásico

20 Se analizó la pirolisis de succinato de monomentilo mediante CG/EM, así como mediante TGA/EM. A 300°C, el succinato de monomentilo liberó menteno y mentol con un cociente aproximado de 2:1 (figura 2).

25 La pirolisis de succinato potásico de monomentilo se analizó mediante CG/EM, así como mediante TGA/EM. A 300°C, el succinato potásico de monomentilo liberó solamente mentol, no produciendo menteno (figura 3).

La pirolisis de una mezcla física de succinato de monomentilo e hidróxido potásico se analizó mediante CG/EM. No se observó liberación de mentol.

Ejemplo 4 – Conversión de succinato de monomentilo en succinato cálcico de monomentilo

30 Se disolvió succinato de monomentilo (5,0 g, 19,5 mmoles) en etanol (104 ml). Se añadió lentamente a temperatura ambiente una suspensión de Ca(OH)₂ en agua (1,52 g de Ca(OH)₂ al 95%, 19,5 mmoles en 62 ml de H₂O DI). La mezcla se agitó durante 19 horas. Se retiraron el agua y el etanol con un rotavapor, a 50°C, y luego con una línea de alto vacío a 50°C, para proporcionar succinato cálcico de monomentilo como un polvo blanco fino.

Ejemplo 5 – Conversión de succinato de monomentilo en succinato sódico de monomentilo con carbonato sódico

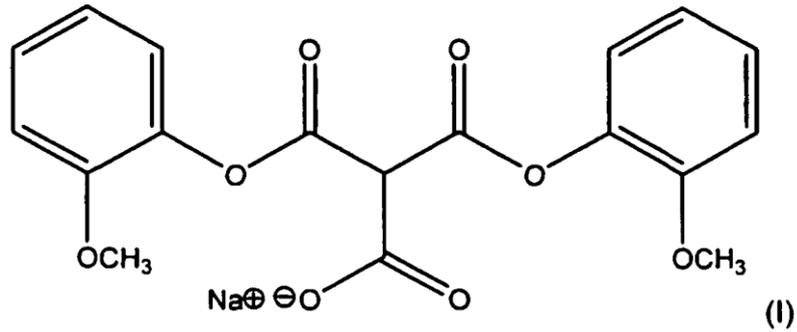
40 Se disolvió succinato de monomentilo (0,5 g, 1,95 mmoles) en etanol (6,3 ml). Se añadió lentamente a la disolución de succinato de monomentilo, a temperatura ambiente, una disolución de carbonato sódico (0,207 g, 1,95 mmoles en 10 ml de H₂O DI). La mezcla se agitó durante 19 horas. Se retiraron el agua y el etanol con un rotavapor, a 50°C, seguido de una línea de alto vacío a 50°C, para proporcionar succinato sódico de monomentilo como un polvo blanco fino.

Ejemplo 6 – Conversión de succinato de monomentilo en succinato sódico de monomentilo con bicarbonato sódico

45 Se disolvió succinato de monomentilo (0,5 g, 1,95 mmoles) en etanol (6,3 ml). Se añadió lentamente a la disolución de succinato de monomentilo, a temperatura ambiente, una disolución de bicarbonato sódico (0,196 g, 2,33 mmoles en 10 ml de H₂O DI). La mezcla se agitó durante 19 horas. Se retiraron el agua y el etanol con un rotavapor, a 50°C, seguido de una línea de alto vacío a 50°C, para proporcionar succinato sódico de monomentilo como un polvo blanco fino.

Ejemplo 7 – Pirolisis del éster de diguayacol del ácido metanotricarboxílico sódico

55 El éster de diguayacol del ácido metanotricarboxílico sódico (fórmula I) se calentó en un vial usando una pistola de calor. Se liberó guayacol de la FES, y fue detectable por su olor característico.



Ejemplo 8 – Síntesis de glutarato sódico de monogeraniílo

- 5 Se cargó un matraz de fondo redondo con anhídrido glutárico (28,5 g, 0,25 moles), ácido p-toluenosulfónico (1,0 g) y tolueno anhidro (100 ml), y se calentó a reflujo en una atmósfera de nitrógeno. Se disolvió geraniol (38,5 g, 0,25 moles) en tolueno anhidro, y se añadió gota a gota a la disolución a reflujo. Después de completar la adición, la mezcla se mantuvo a reflujo durante la noche. Después de enfriar la disolución a temperatura ambiente, se lavó con agua destilada. Luego, se retiró el tolueno de la mezcla a alto vacío, a una temperatura elevada (60°C a 80°C). El polvo resultante se disolvió luego en etanol (100 ml). Se añadió lentamente, a la disolución de etanol, una disolución de bicarbonato sódico (3,0 M en H₂O DI, 100 ml, 0,3 moles), y se agitó durante aproximadamente un día. Se retiraron el agua y el etanol con una línea de alto vacío a una temperatura elevada (60°C a 80°C), para dar lugar a glutarato sódico de monogeraniílo como polvo.
- 10
- 15 Aunque lo anterior se ha descrito en detalle con referencia a sus realizaciones específicas, será evidente para un experto en la técnica que pueden hacerse diversos cambios y modificaciones, y emplearse sus equivalentes, sin apartarse del alcance de las reivindicaciones.

20

25

30

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Una composición para fumar que comprende un material fumable y un éster que contiene un resto de alcohol que es un aromatizante, y un resto ácido que es un ácido policarboxílico, en la que al menos uno de los grupos carboxílicos del ácido policarboxílico está en forma de una sal, y en la que hay al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico del éster y el carbono carboxílico que forma la sal.
- 10 2.- Una composición para fumar conforme a la reivindicación 1, en la que el ácido policarboxílico se selecciona del grupo que consiste en ácido malónico, ácido succínico, ácido glutárico y ácido adípico.
- 3.- Una composición para fumar conforme a la reivindicación 1, en la que la sal es una sal metálica.
- 15 4.- Una composición para fumar conforme a la reivindicación 3, en la que el metal se selecciona del grupo que consiste en sodio, potasio, magnesio y calcio.
- 20 5.- Un método para suministrar un aromatizante que contiene al menos un grupo hidroxílico, que comprende calentar, someter a combustión, o hidrolizar un éster que contiene un resto de alcohol que es un aromatizante y un resto ácido que es un ácido policarboxílico, en el que al menos uno de los grupos carboxílicos del ácido licarboxílico está en forma de una sal, y en el que hay al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico del éster y el carbono carboxílico que forma la sal.
- 25 6.- Un artículo manufacturado que comprende un éster que contiene un resto de alcohol que es un aromatizante, y un resto ácido que es un ácido policarboxílico, en el que al menos uno de los grupos carboxílicos del ácido policarboxílico está en forma de una sal, y en el que hay al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico del éster y el carbono carboxílico que forma la sal.
- 30 7.- Un artículo manufacturado conforme a la reivindicación 6, en el que el artículo comprende un componente de un cigarrillo calentado eléctricamente.
- 8.- Un artículo manufacturado conforme a la reivindicación 6, en el que el artículo es un artículo combustible o calentado de fabricación.
- 35 9.- Un producto comestible que comprende un material comestible y un éster que contiene un resto de alcohol que es un aromatizante, y un resto ácido que es un ácido policarboxílico, en el que al menos uno de los grupos carboxílicos del ácido policarboxílico está en forma de una sal, y en el que hay al menos un átomo de carbono entre el carbono carbonílico del éster y el carbono carboxílico que forma la sal.

FIGURA 1

RMN de protón de succinato de monomentilo:

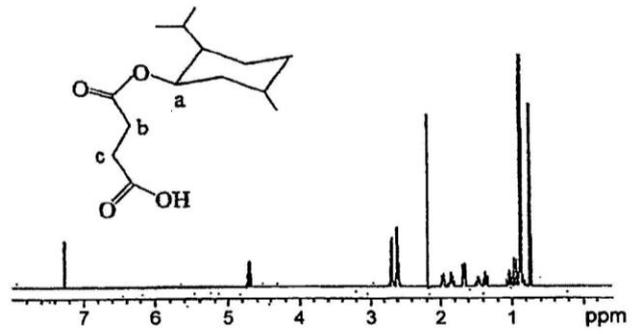


FIGURA 2

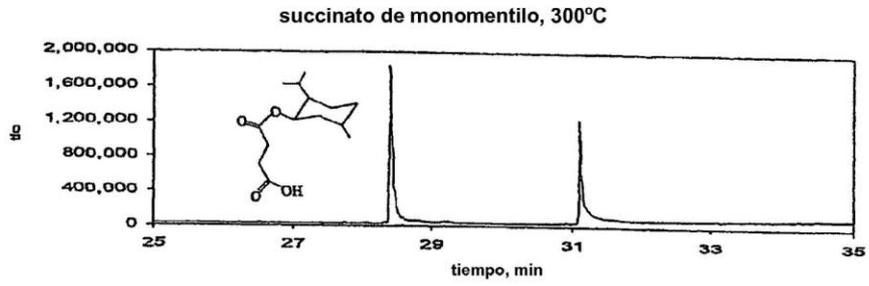


FIGURA 3

