

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 447 741**

51 Int. Cl.:

A23L 1/221 (2006.01)
A61K 8/33 (2006.01)
A61K 31/11 (2006.01)
C07C 47/58 (2006.01)
A61K 8/34 (2006.01)
A61Q 13/00 (2006.01)
C07C 45/81 (2006.01)
C07C 47/575 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.10.2009 E 09783849 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.11.2013 EP 2365760**

54 Título: **Nuevo compuesto basado en vainillina y etilvainillina, su preparación y sus aplicaciones**

30 Prioridad:

24.10.2008 FR 0805913

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

12.03.2014

73 Titular/es:

**RHODIA OPÉRATIONS (100.0%)
40, rue de la Haie Coq
93306 Aubervilliers, FR**

72 Inventor/es:

LE-THIESSE, JEAN-CLAUDE

74 Agente/Representante:

PÉREZ BARQUÍN, Eliana

ES 2 447 741 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

Nuevo compuesto basado en vainillina y etilvainillina, su preparación y sus aplicaciones

5 La presente invención tiene como objeto un nuevo compuesto basado en vainillina y etilvainillina y su procedimiento de preparación.

Más precisamente, la invención tiene relación con un nuevo compuesto obtenido por cocrystalización de vainillina y etilvainillina.

10 La invención se refiere igualmente a su empleo en numerosos campos de aplicación, especialmente en la alimentación humana y animal.

15 La vainillina o 4-hidroxi-3-metoxibenzaldehído es un producto ampliamente utilizado en numerosos campos de aplicación como aroma y/o perfume.

Así, la vainillina se consume abundantemente en la industria alimentaria y animal pero también tiene aplicaciones en otros campos tales como, por ejemplo, farmacia o perfumería. Se deduce que es un producto de gran consumo.

20 La vainillina está asociada muy a menudo a la etilvainillina o 3-etoxi-4-hidroxibenzaldehído, puesto que es conocido que la presencia de una pequeña cantidad de etilvainillina permite fomentar las propiedades perfumantes y/u organolépticas de la vainillina.

Así, un usuario potencial desearía tener a disposición una mezcla de vainillina y etilvainillina ya efectuada.

25 El problema que se plantea es que la preparación de dicha mezcla realizada según una técnica clásica de mezclado en seco de polvos de vainillina y etilvainillina conduce a la obtención de una mezcla que presenta la propiedad de aglomerarse de forma muy importante. Se deduce la imposibilidad de utilizar dicha mezcla a causa de su presentación, que no es en forma pulverulenta, y de las grandes dificultades para disolver la masa obtenida.

30 Por otro lado, un almacenamiento prolongado conduce a un agravamiento del fenómeno de aglomeración, desembocando en una aglutinación del polvo.

35 Así, el objetivo de la invención es proporcionar una nueva presentación basada en vainillina y etilvainillina que presente propiedades de fluidez mejoradas y ausencia de aglomeración en el almacenamiento.

Se ha encontrado ahora, y es el objeto de la presente invención, un nuevo compuesto obtenido por cocrystalización de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de vainillina/etilvainillina de 2.

40 Es otro objeto de la invención el procedimiento de obtención de dicho compuesto a partir de vainillina y etilvainillina, caracterizado porque comprende la cocrystalización de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de vainillina/etilvainillina de 2, en medio fundido o en solución en un disolvente que las disuelva.

45 De acuerdo con la invención, se ha encontrado que el compuesto obtenido mediante cocrystalización de vainillina y etilvainillina a una relación molar de 2 (correspondiente a una relación ponderal de 65/35), presentaba características que le son propias.

50 Se presenta en forma de un polvo blanco que tiene un punto de fusión medido por análisis calorimétrico diferencial de 60 ± 2 °C diferente del de vainillina y etilvainillina, respectivamente de 81 ± 1 °C y 76 ± 1 °C.

El compuesto de la invención posee un espectro de difracción de rayos X que le es específico y que es diferente del de vainillina y etilvainillina.

55 La figura 1 representa tres curvas correspondientes a los diferentes espectros de difracción de rayos X del compuesto de la invención, vainillina y etilvainillina.

En el espectro del compuesto de la invención basado en vainillina y etilvainillina, se observa especialmente la presencia de líneas a los ángulos 2θ (en °) = 20,7-25,6-27,5-28,0; estando ausentes dichas líneas en los espectros de difracción de rayos X de vainillina y etilvainillina.

60 Es otra característica del compuesto de la invención que su espectro de difracción de rayos X no experimenta una modificación significativa en el transcurso de un almacenamiento prolongado.

65 Se ha seguido la evolución de su espectro en función de la duración de almacenamiento a temperatura ambiente. En un periodo de almacenamiento prolongado (5 meses), no se observa estrictamente ninguna modificación del espectro del compuesto de la invención, como se manifiesta en la figura 1 que se formula en el ejemplo 1.

Se comprueba la ausencia de modificación de las líneas específicas del compuesto de la invención.

5 Es otra característica del compuesto de la invención que es un compuesto no higroscópico o muy poco como vainillina y etilvainillina.

La higroscopicidad del compuesto de la invención se determina midiendo su variación de masa después de mantenerlo durante 1 hora a 40 °C con aire al 80 % de humedad relativa.

10 Dicho compuesto adsorbe menos de 0,5 % en peso de agua, situándose preferiblemente su contenido entre 0,1 et 0,3 % en peso de agua. Dicho compuesto permanece perfectamente sólido.

15 Ha de observarse que la patente PL 54771 describe un aroma alimentario que comprende 57 % en peso de vainillina y 43 % en peso de etilvainillina. Esta mezcla tiene una composición diferente del producto de la invención y presenta características fisicoquímicas diferentes del producto de la invención.

Según el documento PL 54771, esta mezcla denominada eutéctica posee un punto de fusión de 49 °C en comparación con 60 °C para el producto de la invención.

20 Otra diferencia importante está relacionada con sus propiedades de higroscopicidad. Efectivamente, una mezcla que comprende 57 % en peso de vainillina y 43 % en peso de etilvainillina llevada a 40 °C y con aire al 80 % de humedad relativa, adsorbe más de 3 % en peso de agua y se vuelve pastosa hasta parcialmente líquida en estas condiciones. Es por ello imposible almacenar o emplear esta mezcla en condiciones climáticas de temperatura y/o humedad elevadas encontradas frecuentemente en ciertas zonas geográficas, mientras que el producto de la invención
25 permanece perfectamente sólido y es fácilmente manipulable.

Así, el compuesto de la invención presenta propiedades de aglomeración muy mejoradas con relación a una mezcla simple en seco de vainillina y etilvainillina.

30 Dicha mezcla en seco con una relación másica de VA/EVA comprendida entre 2/98 y 98/2 se aglutina después de un almacenamiento a temperatura ambiente (22 °C) en menos de una semana, mientras que el compuesto de la invención almacenado en las mismas condiciones no se aglutina después de un mes, hasta incluso después de varios meses (por ejemplo, al menos 6 meses).

35 El compuesto de la invención presenta buenas propiedades organolépticas.

Posee una potencia aromática elevada netamente superior a la de la vainillina. Así, en sus aplicaciones como aroma, pueden utilizarse cantidades menores, por ejemplo cantidades divididas a la mitad, sin comprobar diferencias de potencia aromática.

40 Las propiedades particulares del compuesto de la invención están ligadas a dos parámetros, a saber, la relación molar entre vainillina y etilvainillina y al hecho de que haya una cocrystalización entre vainillina y etilvainillina en una forma cristalina específica caracterizada por su punto de fusión y su espectro de difracción de rayos X.

45 Es por tanto otro objeto de la invención el procedimiento de obtención del compuesto de la invención.

De acuerdo con la invención, se ha encontrado que el nuevo compuesto de vainillina y etilvainillina presenta propiedades de aglomeración mejoradas al obtenerse por cocrystalización de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de 2.

50 Un primer modo de preparación consiste en efectuar la cocrystalización de vainillina y etilvainillina en un disolvente.

Otro modo de realización consiste en efectuar la cocrystalización según una operación de fusión seguida de una solidificación por enfriamiento a temperatura controlada.

55 Vainillina y etilvainillina intervienen en el procedimiento de la invención a una relación molar de vainillina/etilvainillina de 2, correspondiente a una mezcla ponderal que comprende 65 % de vainillina y 35 % de etilvainillina.

Según un modo de realización de la invención, se disuelven vainillina y etilvainillina en un disolvente.

60 El disolvente susceptible de utilizarse debe ser químicamente inerte frente a vainillina y etilvainillina y permanecer inerte en el calentamiento en la zona de temperatura definida a continuación.

65 Como disolventes susceptibles de emplearse en las composiciones de la invención, se puede recurrir, preferiblemente, a un disolvente polar, prótico o aprótico o a una mezcla de disolventes.

Se dan a continuación ejemplos de disolventes perfectamente convenientes para la presente invención:

- agua,

5 - alcoholes, preferiblemente alifáticos o arilalifáticos, y más preferiblemente metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, alcohol β -feniletílico, etilenglicol, dietileglicol, propilenglicol y glicerol,

10 - óxidos de éter, preferiblemente alifáticos y, más particularmente, dietiléter, dipropiléter, diisopropiléter, dibutiléter, metil-*terc*-butiléter, etil-*terc*-butiléter, di-*terc*-butiléter, etilenglicoldimetiléter y dietilenglicoldimetiléter,

10 - ésteres de alquilo o arilalquilo de ácidos carboxílicos, alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos, y más preferiblemente acetato de etilo, acetato de butilo, salicilato de bencilo, laurato de metilo, benzoato de metilo, citrato de etilo, triacetilglicol o triacetina, éster de glicerol y de ácido acético.

15 La lista dada anteriormente no es limitante.

Entre los disolventes anteriormente citados, se eligen preferiblemente agua, etanol, propilenglicol, triacetina y sus mezclas.

20 En lo referente a la cantidad de disolvente utilizada, su cantidad depende de la naturaleza del disolvente y de la temperatura de solubilización. Esta cantidad es tanto más elevada cuando más baja es la temperatura de solubilización.

25 La cantidad de disolvente empleada, expresada en peso respecto al peso de materia seca (vainillina + etilvainillina) varía generalmente entre 5 et 60 %.

30 Según la cantidad de disolvente empleada con relación al peso de material seco, la mezcla puede llevarse eventualmente a una temperatura elegida preferiblemente entre 40 y 90 °C y más preferiblemente entre 50 y 80 °C para facilitar la disolución de vainillina y etilvainillina.

30 Según otro modo de ejecución, se lleva el disolvente a la temperatura definida anteriormente y después se introducen vainillina y etilvainillina a una relación molar de 2.

35 Se mantiene la mezcla con agitación hasta la obtención de una solución homogénea. Generalmente, la duración varía entre 10 y 120 min.

A continuación, se enfría la solución así obtenida para provocar la cristalización del compuesto de la invención.

40 Si la solución se ha preparado a entre 40 y 90 °C, un enfriamiento a temperatura es generalmente suficiente, pero puede efectuarse igualmente a una temperatura de hasta 0 °C.

Se entiende por "temperatura ambiente" una temperatura situada entre 15 y 25 °C, preferiblemente comprendida entre 18 y 22 °C.

45 Si la solución se ha preparado a temperatura ambiente, es necesario un enfriamiento a una temperatura comprendida entre 0 y 10 °C, y más preferiblemente entre 0 y 5 °C, para provocar la cristalización del compuesto de la invención.

50 Cualquiera que sea la variante de preparación, se separa el producto cristalizado según técnicas clásicas de separación de sólido/líquido, preferiblemente por filtración o centrifugación.

Se efectúa a continuación una operación de secado, que puede efectuarse en un dispositivo clásico de secado tal como, por ejemplo, un horno, un secador de bandejas, un lecho fluidificado, una estufa a vacío, etc.

55 El secado puede conducirse al aire o bien en atmósfera de gases inertes, preferiblemente en atmósfera de nitrógeno. Se puede realizar también el secado en un recinto a presión reducida, por ejemplo a una presión comprendida entre 1,33 y 66,6 kPa.

60 El secado se realiza llevando los cristales del compuesto obtenido hasta una temperatura de 51 ± 1 °C.

La duración del secado varía generalmente de 15 min a 2 horas.

Se obtiene un compuesto que tiene las propiedades definidas anteriormente.

65 Una variante del procedimiento de la invención consiste en preparar el compuesto de la invención según una operación que consiste en efectuar la fusión de la mezcla de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar

de 2, enfriar después la mezcla fundida reduciendo la temperatura a 50 ± 1 °C, y mantener después esta temperatura hasta la solidificación total de la mezcla.

5 Según una variante preferida del procedimiento de la invención, se efectúa el enfriamiento en ausencia de cualquier agitación.

A tal efecto, se cargan vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de 2, separadamente o en mezcla, y se lleva la mezcla a una temperatura que se elige entre 60 y 90 °C y que se sitúa preferiblemente entre 70 y 80 °C.

10 Esta operación se efectúa generalmente con agitación en cualquier dispositivo, especialmente en un tanque equipado con un dispositivo clásico de calentamiento como, por ejemplo, un sistema de calentamiento por resistencias eléctricas o bien por circulación de un fluido termoportador en una doble camisa o también en un recinto calentado tal como un horno o estufa.

15 Es deseable efectuar la preparación de esta mezcla fundida en atmósfera de gases inertes, preferiblemente nitrógeno.

Se mantiene la mezcla a la temperatura elegida hasta la obtención de la mezcla fundida.

20 El producto fundido se transfiere a un recipiente cualquiera, por ejemplo una placa de acero inoxidable, que permitirá recuperar fácilmente el producto después de la solidificación. Este recipiente se precalienta a entre 70 y 80 °C antes de recibir la mezcla fundida.

25 En una etapa siguiente, se efectúa el enfriamiento de la mezcla fundida hasta una temperatura de 50 ± 1 °C, mediante regulación de la temperatura de enfriamiento mediante cualquier medio conocido.

Como se menciona anteriormente, el enfriamiento se efectúa preferiblemente en ausencia de cualquier agitación.

30 La mezcla solidificada obtenida puede conformarse y pueden considerarse diferentes técnicas.

Una de ellas consiste en efectuar la trituración de la mezcla obtenida de tal manera que el tamaño de las partículas sea compatible con la aplicación considerada.

35 Se gradúa lo más a menudo a entre 100 μm y 2 mm.

Generalmente, el tamaño de las partículas expresado por el diámetro mediano (d_{50}) varía de 100 a 800 μm , preferiblemente entre 200 y 300 μm . El diámetro mediano se define como aquel en que un 50 % en peso de las partículas tienen un diámetro superior o inferior al diámetro mediano.

40 La operación de trituración puede efectuarse en un aparato clásico tal como una trituradora de paletas, una trituradora de husillos y una granuladora.

Puede efectuarse otra conformación empleando la técnica de deslaminación de cilindro o de cinta.

45 Se prepara una mezcla fundida de vainillina y etilvainillina en las proporciones indicadas anteriormente. La mezcla fundida se pone a continuación en contacto con un cilindro o una cinta metálica enfriado a una temperatura de 50 °C, se rasca después con un cuchillo la película obtenida sobre el cilindro y se recupera la mezcla de vainillina y etilvainillina sólida en forma de láminas.

50 El procedimiento de la invención permite obtener, gracias a esta etapa de cocrystalización, un nuevo compuesto de vainillina y etilvainillina que presenta propiedades de almacenamiento mejoradas, puesto que el fenómeno de aglomeración se reduce en gran medida como se manifiesta en los ejemplos.

55 La invención no excluye el empleo de uno o varios excipientes con el compuesto de la invención.

Ha de observarse que la elección del excipiente o excipientes debe tener en cuenta el destino del producto final y presentar así la propiedad de comestibilidad cuando se emplea en el campo alimentario.

60 La cantidad de excipiente o excipientes puede ser muy variable y puede representar de 0,1 a 90 % del peso de la mezcla final.

Se elige ventajosamente entre 20 y 60 % en peso.

65 Según el tipo de excipiente registrado, la cantidad utilizada y el destino del producto final, el excipiente puede añadirse por mezclado en seco al compuesto de la invención, o bien incorporarse al procedimiento de obtención del compuesto de la invención, por ejemplo en la etapa de fusión de la mezcla de vainillina y etilvainillina.

Se dan a continuación ejemplos de excipientes susceptibles de utilizarse, que se dan sin carácter limitante.

Son un primer tipo de excipientes los cuerpos grasos.

5

Como ejemplos, pueden mencionarse los ácidos grasos eventualmente en forma de sales o ésteres.

Los ácidos grasos empleados son generalmente ácidos grasos saturados de cadena larga, es decir, con una longitud de cadena entre aproximadamente 9 y 21 átomos de carbono tales como, por ejemplo, ácido cáprico, ácido láurico, ácido tridecílico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido esteárico y ácido behénico.

10

Es posible que dichos ácidos estén en forma salificada y se pueden citar especialmente el estearato de calcio o de magnesio.

15

Como ésteres de ácidos grasos, se pueden citar en particular estearato de glicerilo, palmitato de isopropilo, palmitato de cetilo y miristato de isopropilo.

Se pueden citar igualmente más específicamente los ésteres de glicerol y de ácidos grasos de cadena larga tales como monoestearato de glicerol, monopalmitoestearato de glicerol, palmitoestearato de glicerol, palmitoestearato de etilenglicol, palmitoestearato de poliglicerol, palmitoestearato de poliglicol 1500 y 6000, monolinoleato de glicerol, ésteres de glicerol eventualmente mono- o diacetilados de ácidos grasos de cadena larga, tales como monoglicéridos monoacetilados o diacetilados y sus mezclas y glicéridos semisintéticos.

20

Se puede añadir igualmente un alcohol graso cuya cadena de átomos de carbono esté entre aproximadamente 16 y 22 átomos de carbono tal como, por ejemplo, alcohol miristílico, alcohol palmítico y alcohol estearílico.

25

Es igualmente posible emplear alcoholes grasos polioxietilenados resultantes de la condensación con óxido de etileno a razón de 6 a 20 moles de óxido de etileno por mol y alcoholes grasos lineales o ramificados que tienen de 10 a 20 átomos de carbono tales como, por ejemplo, alcohol de copra, tridecanol o alcohol miristílico.

30

Se pueden citar igualmente ceras tales como ceras microcristalinas, cera blanca, cera carnauba y parafina.

Se pueden citar azúcares como, por ejemplo, glucosa, sacarosa, fructosa, galactosa, ribosa, maltosa, sorbitol, manitol, xilitol, lactitol y maltitol; azúcares invertidos: jarabes de glucosa así como sucroglicéridos derivados de aceites grasos tales como aceite de copra, aceite de palma, aceite de palma hidrogenado y aceite de soja hidrogenado; sucroésteres de ácidos grasos tales como monopalmitato de sacarosa, monodiestearato de sacarosa y diestearato de sacarosa.

35

Como ejemplos de otros excipientes, se pueden mencionar los polisacáridos, y se pueden citar, entre otros, los productos siguientes y sus mezclas:

40

- almidones derivados especialmente de trigo, maíz, cebada, arroz, mandioca o patata, nativos, pregelatinizados o modificados y más particularmente almidones nativos de maíz ricos en amilosa, almidones de maíz pregelatinizados, almidones de maíz modificados, almidones de maíz cerosos modificados, almidones de maíz cerosos pregelatinizados y almidones de maíz cerosos modificados, en particular almidón OSSA/octenilsuccinato sódico;

45

- hidrolizados de almidón;

- dextrinas y maltodextrinas resultantes de la hidrólisis de un almidón (trigo, maíz) o de una fécula (patata) así como β -ciclodextrinas;

50

- celulosa, sus éteres, especialmente metilcelulosa, etilcelulosa, metiletilcelulosa, hidroxipropilcelulosa o sus ésteres, especialmente carboximetilcelulosa o carboxietilcelulosa eventualmente en forma sodada;

- gomas tales como goma de carragenano kappa o carragenano iota, pectina, goma guar, goma de algarrobo y goma de xantano, alginatos, goma arábiga, goma de acacia y agar.

55

Se elige preferiblemente una maltodextrina que tenga un grado de hidrólisis medido por "equivalencia de dextrosa" o E.D. inferior a 20 y que comprenda preferiblemente entre 5 y 19, y más preferiblemente entre 6 y 15.

60

Como otros excipientes, se pueden mencionar harinas, especialmente harina de trigo (nativa o pregelatinizada), féculas, más particularmente fécula de patata, fécula de Tolomán, fécula de maíz, Maizena, sagú o tapioca.

A modo de excipientes, es igualmente posible utilizar gelatina (que tiene preferiblemente una fuerza de gelificación medida con la ayuda de un gelómetro de 100, 175 y 250 Bloom). Puede proceder indiferentemente del tratamiento ácido de pieles de cerdo y oseína, o bien del tratamiento alcalino de pieles de bovinos y oseína.

65

Es igualmente posible añadir otros excipientes tales como sílice o bien, por ejemplo, un agente antioxidante como especialmente vitamina E o un agente emulsionante, especialmente lecitina.

- 5 Con el fin de ajustar la potencia aromática de la mezcla o elevar su sabor, puede considerarse el empleo de etilmaltol y/o propenilguetol.

La invención no excluye la adición de una cantidad suplementaria de vainillina o etilvainillina.

- 10 Las composiciones preferidas de la invención comprenden un azúcar, preferiblemente glucosa, sacarosa, fructosa y/o una dextrina o maltodextrina: esta última tiene una E.D. comprendida entre 6 y 15.

La elección de los excipientes se efectúa como se menciona anteriormente en función de la aplicación considerada.

- 15 El compuesto de la invención puede utilizarse en numerosos campos de aplicación, entre otros, en el campo alimentario y farmacéutico y en la industria de la perfumería.

Es un campo de aplicación privilegiado del compuesto de la invención el de la repostería y pastelería, y más particularmente:

- 20 - repostería seca: galletas azucaradas de tipo clásico, galletas de mantequilla, tortas, refrigerios y sablés,
- pastelería industrial: bizcochos de soletilla, lenguas de gato, soletillas blandas, pan de Génova, bizcocho genovés, madalenas, bizcocho de cuatro cuartos, bizcochos, pastelería de almendras y pastelillos.

- 25 Los elementos fundamentales presentes en las mezclas destinadas a las industrias anteriormente citadas son las proteínas (gluten) y almidón, que se aportan lo más a menudo por harina de trigo. Para la preparación de los diversos tipos de galletas y pasteles, se añade harina, ingredientes tales como sacarosa, sal, huevos, leche, cuerpos grasos, eventualmente levaduras químicas (bicarbonato de sodio u otras levaduras artificiales) o levaduras biológicas y harinas de cereales diversos, etc.

- 30 La incorporación del compuesto de vainillina y etilvainillina según la invención se realiza en el transcurso de la fabricación, en función del producto deseado, y se conduce según las técnicas clásicas del campo considerado (véase, especialmente, J.L. KIGER y J.C. KIGER, "Techniques Modernes de la Biscuiterie, Pâtisserie-Boulangerie industrielles et artisanales", DUNOD, París, 1968, vol. 2, pág. 231 y siguientes).

Preferiblemente, el compuesto de la invención se introduce en los cuerpos grasos que intervienen en la preparación de la pasta.

- 40 A modo indicativo, se precisará que el compuesto de la invención se introduce en una cantidad de 0,005 a 0,2 g por kg de pasta.

- 45 El compuesto de vainillina y etilvainillina de la invención está perfectamente adaptado para utilizarse en el campo de la chocolatería y cualquiera que sea la forma de empleo: chocolate en tableta, chocolate de cobertura o relleno de chocolate.

Puede introducirse en el transcurso del conchado, es decir, del amasado de la pasta de cacao con diferentes ingredientes, especialmente aromas, o bien después del conchado, empleándolo en la manteca de cacao.

- 50 En este campo de aplicaciones, el compuesto de vainillina y etilvainillina de la invención se utiliza según el tipo de chocolate a razón de 0,0005 g a 0,1 g por 1 kg de producto acabado: los contenidos mayores se encuentran en chocolate para cobertura.

- 55 Otra utilización del compuesto de la invención es en la fabricación de caramelos de cualquier género: peladillas, caramelos blandos, turroneos duros, caramelos duros, caramelos fundentes y otros.

La cantidad del compuesto de la invención introducida depende del sabor más o menos pronunciado que se busque. Así, las dosis de utilización del compuesto de la invención pueden variar entre 0,001 y 0,2 %.

- 60 El compuesto de la invención es bien conveniente para utilizaciones en la industria láctea y más particularmente en leches aromatizadas y gelificadas, dulces, yogures, helados y cremas heladas.

La aromatización se realiza mediante la simple adición del compuesto de la invención en uno de los estadios de mezclado requeridos en el transcurso de la elaboración del producto.

- 65 Los contenidos de dicho compuesto para emplear son generalmente bajos, del orden de 0,02 g por 1 kg de producto

acabado.

5 Es otra aplicación del compuesto de la invención en el campo alimentario la preparación de azúcar vainillada, es decir, la impregnación de azúcar con el mismo, con un contenido del orden de 7 g expresado con relación a 1 kg de producto acabado.

El compuesto de la invención puede intervenir igualmente en diferentes bebidas y se pueden citar, entre otras, granadina y bebidas chocolateadas.

10 En particular, puede emplearse en las preparaciones de bebidas instantáneas suministradas por dispensadores automáticos de bebidas, bebidas aromatizadas en polvo, chocolate en polvo o bien en preparaciones instantáneas en forma de polvo destinadas a la confección de postres de todos los géneros, flanes, pastas de tartas o tortitas después de dilución con agua o leche.

15 Es habitual utilizar la vainillina para la desnaturalización de la mantequilla. A tal efecto, el compuesto de vainillina y etilvainillina de la invención puede emplearse a razón de 6 g por tonelada de mantequilla.

20 Es otro campo de aplicación del compuesto de la invención la alimentación animal, especialmente para la preparación de harinas para alimentos de terneros y cerdos. El contenido recomendado es de aproximadamente 0,2 g por kg de harina para aromatizar.

25 El compuesto de la invención puede encontrar otras aplicaciones como agente enmascarante para la industria farmacéutica (enmascaramiento del olor del medicamento) o para otros productos industriales (de tipo goma, plástico, caucho...).

Es especialmente bien conveniente para campos totalmente diferentes tales como cosmética, la industria de la perfumería o los detergentes.

30 Puede utilizarse en cosméticos tales como cremas, leches, maquillajes y otros productos y también como ingrediente perfumante, en composiciones perfumantes, sustancias y productos perfumados.

35 Se designan por "composiciones perfumantes" las mezclas de diversos ingredientes tales como disolventes, soportes sólidos o líquidos, fijadores, compuestos olorosos diversos, etc., a los que se incorpora el compuesto de la invención, el cual se utiliza para procurar a diversos tipos de productos acabados la fragancia buscada.

Las bases de perfume constituyen ejemplos preferidos de composiciones perfumantes en las que el compuesto de la invención puede utilizarse ventajosamente a razón de un contenido de 0,1 a 2,5 % en peso.

40 Las bases de perfume pueden servir para la preparación de numerosos productos perfumados tales como, por ejemplo, aguas de baño, perfumes, lociones para después del afeitado; productos de aseo e higiene tales como geles de baño o ducha, productos desodorantes o antitranspirantes, tanto en forma de barras como de lociones, talcos o polvos de cualquier naturaleza, productos para el cabello tales como champús y productos capilares de todo tipo.

45 Otro ejemplo de empleo del compuesto de la invención es en el campo de la jabonería. Puede utilizarse a un contenido de 0,3 a 0,75 % de la masa total para perfumar. Generalmente, está asociado en esta aplicación a resinoide de benjuí e hiposulfito de sodio (al 2 %).

50 El compuesto de vainillina y etilvainillina según la invención puede encontrar numerosas otras aplicaciones, especialmente en los ambientadores o cualquier producto de limpieza.

55 En las diferentes aplicaciones mencionadas anteriormente a modo ilustrativo, el compuesto de la invención puede introducirse solo o en forma de una composición que lo comprende, asociado a uno o varios excipientes de los que se han dado ciertos ejemplos anteriormente.

Se dan a continuación ejemplos que ilustran la presente invención, sin carácter limitante.

En los ejemplos, los porcentajes mencionados se expresan en peso.

60 **Ejemplo 1**

Preparación del compuesto de la invención

65 Se introducen en un matraz de 125 ml 5,2 g de vainillina (VA) en polvo y 2,8 g de etilvainillina (EVA) en polvo, o sea a una relación másica de VA/EVA= 65/35.

Se homogeneiza la mezcla por inversiones del matraz.

A continuación, se dispone el matraz en una estufa a 70 °C durante 2 horas con el fin de obtener la fusión completa.

- 5 Se vierte entonces la mezcla fundida en un crisol de aluminio precalentado en la estufa a 70 °C, el líquido se extiende formando una película de grosor homogéneo que no supera 1 mm.

Se mantiene el crisol en la estufa, cuya temperatura se baja de 70 a 51 °C a razón de 1 °C/min, y después se observa una meseta de como mínimo una hora a 51 °C para permitir la solidificación total de la mezcla de VA-EVA.

- 10 Se baja entonces la temperatura de la estufa progresivamente hasta la temperatura ambiente (aproximadamente a 1 °C/min).

- 15 Se tritura moderadamente la placa sólida obtenida con la ayuda de una granuladora de brazo oscilante (calibrador Erweka de tipo FGS) dotada de una tela de tamiz de 1,6 mm de abertura.

El compuesto de la invención obtenido está en forma de gránulos.

Características fisicoquímicas del compuesto de la invención

- 20 Se mide el punto de fusión del compuesto de la invención mediante análisis calorimétrico diferencial. La medida se efectúa con la ayuda de un analizador diferencial Mettler DSC822e en las condiciones siguientes:

25 - preparación de la muestra a temperatura ambiente: pesada e introducción en un portamuestras,

- portamuestras: cápsula de aluminio engastada,

- porción de ensayo: 8,4 mg,

- 30 - velocidad de aumento de temperatura: 2 °C/min,

- intervalo de estudio: 10-90 °C.

- 35 Se pesa la muestra de compuesto, que se introduce en la cápsula que se engasta y después se pone en el aparato. Se lanza la programación de temperatura y se obtiene el perfil de fusión en un termograma. La temperatura de fusión se define a partir de un termograma realizado en las condiciones operativas anteriores. Se registra la temperatura de partida: temperatura correspondiente a la pendiente máxima del punto de fusión. El compuesto de la invención tiene una temperatura de fusión como se describe anteriormente (T_{inicial})= 60 °C.

- 40 Se determina el espectro de difracción de rayos X del compuesto de la invención con la ayuda del aparato X'Pert Pro MPD PANalytical equipado con un detector X' Celerator, en las condiciones siguientes:

- posición de partida [$^{\circ}$ Th.]: 1,5124

- 45 - posición final [$^{\circ}$ Th.] : 49,9794

- tamaño de paso [$^{\circ}$ Th.] : 0,0170

- 50 - tiempo de paso de barrido [s] : 41,0051

- material anódico: Cu

- K-Alfa1 [\AA] : 1,54060

- 55 - ajustes del generador: 30 mA, 40 kV

Se compara con el de vainillina y etilvainillina.

- 60 La figura 1 representa tres curvas correspondientes a los diferentes espectros de difracción de rayos X del compuesto de la invención, vainillina y etilvainillina.

El espectro de difracción de rayos del compuesto de la invención presenta varias líneas características a los ángulos 2θ (en $^{\circ}$)= 20,7-25,6-27,5-28,0 (medidas con relación a la línea de cobre K-Alfa1 = 1,54060 \AA), lo que le diferencia de los espectros de vainillina y etilvainillina.

- 65 El compuesto de la invención no experimenta evolución después de un almacenamiento prolongado de 2 a 5 meses

a temperatura ambiente.

Así, la figura 2 muestra la evolución del espectro de difracción de rayos X del compuesto de la invención en función de la duración de almacenamiento. Representa tres curvas correspondientes a diferentes espectros de difracción de rayos X del compuesto de la invención obtenido en el momento $t=0$, y después de un almacenamiento de 2 meses y 5 meses.

Las tres curvas obtenidas normalmente se superponen. Con el fin de poder diferenciarlas mejor, dos de las tres curvas de la figura 2 tienen un valor basal voluntariamente desplazado con relación al valor basal de referencia que es el espectro de difracción de rayos X en el momento $t=0$. La curva correspondiente al espectro de difracción de rayos X obtenida después de un almacenamiento de 2 meses se desplaza 5.000 veces/s y la obtenida después de un almacenamiento de 5 meses se desplaza 10.000 veces/s.

La figura 2 manifiesta que no hay evolución del compuesto de la invención después de un almacenamiento prolongado.

La figura 3 representa a modo de comparación el espectro de difracción de rayos X de una mezcla en seco de los dos polvos de vainillina y etilvainillina a una relación molar de 2.

Las condiciones de medida son las mencionadas anteriormente.

El espectro de difracción de rayos X de la mezcla no presenta las líneas características del compuesto de la invención. En cuanto a la higroscopicidad, se cuantifica mediante el aumento de peso de una muestra del compuesto de la invención dispuesto en capa fina (1 a 2 mm de grosor) en un recinto climatizado a 40 °C y con aire al 80 % de humedad relativa durante 1 hora.

El compuesto de la invención solo adsorbe, después de mantenerlo durante 1 hora a 40 °C y con aire al 80 % de humedad relativa, un 0,27 % de agua en peso; este aumento de masa es totalmente reversible al volver a 25 °C y 40 % de humedad relativa.

Los gránulos obtenidos, conservados durante un mes a 22 °C en un matraz cerrado, siguen presentando una buena fluidez.

A modo de comparación, una mezcla de los dos polvos de vainillina y etilvainillina, conservada en las mismas condiciones, aumenta en masa en gran medida después de una semana y esto cualquiera que sea la relación másica de VA/EVA comprendida entre 2/98 y 98/2.

Ejemplo 2

Se introducen en un matraz de 125 ml 4,9 g de etanol absoluto, 5,2 g de vainillina y 2,8 g de etilvainillina, o sea a una relación másica de VA/EVA= 65/35.

Se agita el matraz con la ayuda de un agitador para matraces y se mantiene a 25 °C hasta la disolución completa de los dos productos (aproximadamente 2 horas).

Se dispone entonces el matraz en una nevera a 3 °C durante 10 horas.

Se observa la aparición de una fase sólida blanca que se separa rápidamente del líquido por filtración.

Se seca a vacío el sólido así obtenido (13,3 kPa), al principio a 20 °C durante una hora y después se aumenta lentamente la temperatura a razón de 1 °C/min hasta 52 °C.

Se prosigue el secado a vacío (13,3 kPa) a 52 °C durante 1 hora.

El producto seco tiene un punto de fusión de 61 °C medido por análisis calorimétrico diferencial.

Su espectro de difracción de rayos X presenta las líneas características que lo diferencian de vainillina y etilvainillina.

Ejemplo 3

Se introducen en un matraz de 125 ml 8,5 g de vainillina, 4,6 g de etilvainillina y 1,0 g de agua desmineralizada.

Se dispone este matraz en una estufa a 62 °C durante 2 horas de forma que se obtenga una sola fase líquida homogénea.

Se vierte este líquido en un crisol de aluminio y se extiende de modo que forma una película de grosor homogéneo.

Se dispone entonces el crisol en una nevera a 3 °C durante 10 horas.

Se observa entonces un aumento de la masa total de todo el producto.

5 Después de volver a temperatura ambiente, el producto permanece sólido, que se tritura moderadamente con la ayuda de una granuladora de brazo oscilante (calibrador Erweka de tipo FGS) dotada de una tela de tamiz de 1,6 mm de abertura.

10 El compuesto de la invención obtenido en forma de gránulo se seca a vacío (13,3 kPa), al principio a 20 °C durante una hora y después se aumenta lentamente la temperatura a razón de 1° C/min hasta 52 °C.

Se prosigue el secado a vacío (13,3 kPa) a 52 °C durante una hora.

15 El producto seco tiene un punto de fusión de 60 °C medido por análisis calorimétrico diferencial.

Su espectro de difracción de rayos X presenta las líneas características que lo diferencian de vainillina y etilvainillina.

Ejemplos 4 a 6

20 En los ejemplos 4 a 6, se preparan gránulos del compuesto de la invención (ejemplo 4) y de composiciones que los comprenden (ejemplos 5 y 6).

25 Se observa su comportamiento ante el almacenamiento en comparación con la vainillina (ejemplo comparativo A), la etilvainillina (ejemplo comparativo B) y una mezcla en seco de vainillina y etilvainillina (ejemplo comparativo C).

Ejemplo 4

30 Se introducen en un reactor agitado equipado con calentamiento por doble camisa 350 g de vainillina en polvo y 188,5 g de etilvainillina en polvo, o sea una relación molar de 2 entre vainillina y etilvainillina. La humedad de estos polvos es de $0,1 \pm 0,02$ % en peso.

Se lleva esta mezcla a 70 °C con agitación. Se obtiene así una fase líquida homogénea.

35 Se vierte la mezcla fundida sobre una placa de acero inoxidable mantenida a 50 °C de modo que se forme una película fina de aproximadamente 1 mm de grosor. La cristalización se completa en 10 minutos.

La placa sólida así formada se desprende fácilmente del acero inoxidable; se deja a temperatura ambiente hasta que se completa el enfriamiento.

40 Se desmenuza toscamente entonces esta placa para poder alimentar una granuladora de brazo oscilante (calibrador Erweka de tipo FGS) dotado de una tela de tamiz de 1,0 mm de abertura. Se tritura moderadamente el producto para conducir a gránulos cuyo tamaño varía de 0,1 a 1,0 mm.

45 Los gránulos así obtenidos tienen un punto de fusión de 59,8 °C medido por análisis calorimétrico diferencial (T inicial) y determinado a partir del termograma representado en la figura 4.

El termograma es una gráfica que representa la potencia térmica proporcionada a la muestra (expresada en W/g) en función de la temperatura a entre 20 y 90 °C.

50 La integral de la curva obtenida permite determinar que la entalpía de fusión es de 129,5 J/g.

Su espectro de difracción de rayos X presenta las líneas características a los ángulos 2θ (°) = 20,7-25,6-27,5-28,0 que lo diferencian de los espectros de vainillina y etilvainillina, como se ilustra en la figura 1.

55 Ejemplo 5

Los gránulos preparados según el ejemplo 4 pueden mezclarse en seco con un excipiente, por ejemplo a 50/50 en peso, lo que mejora más su propiedad de fluidez.

60 En este ejemplo, se prepara una composición que comprende 50 % en peso de gránulos preparados según el ejemplo 4 y 50 % en peso de un excipiente, sacarosa.

65 La operación de mezclado de aproximadamente 5 min se efectúa a temperatura ambiente en un mezclador de rejas WAM (plough mixer).

Ejemplo 6

En este ejemplo, se prepara una composición que comprende 50 % en peso de los gránulos preparados según el ejemplo 4 y 50 % en peso de una maltodextrina que tiene una E.D. de 6 (Roquette Glucidex IT6).

5 La operación de mezclado se efectúa como se describe en el ejemplo 5.

Ejemplos comparativos A a C

10 Estos ejemplos hacen intervenir respectivamente a vainillina, etilvainillina y la mezcla en seco de polvos de vainillina y etilvainillina a una relación molar de 2 efectuada en un mezclador como en el ejemplo 4.

15 Se comparan las propiedades de fluidez y capacidad de aglomeración del compuesto de la invención y de las composiciones que lo emplean con la de polvo de vainillina, polvo de etilvainillina y una mezcla simple en seco de estos dos polvos.

20 La fluidez de los polvos es un concepto técnico bien conocido por el especialista en la técnica. Para más detalles, puede remitirse especialmente a la obra "Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell", publicada por "The Institution of Chemicals Engineers", 1989 (ISBN: 0 85295 232 5).

La medida del índice de fluidez se efectúa de la manera siguiente.

25 La fluidez de los polvos se mide mediante cizallamiento de una muestra en una celda anular (comercializada por D. Schulze, Alemania).

El precizamiento de los polvos se efectúa a una tensión normal de 5,2 kPa.

30 Los puntos de cizallamiento necesarios en el trazado del sitio de vertido de la muestra se obtienen para 4 tensiones normales inferiores a la tensión de precizamiento, típicamente 0,48, 0,85, 2,05 y 3,02 kPa.

A partir de los círculos de Mohr en el diagrama de "tensión de cizallamiento en función de las tensiones normales", se determinan en el sitio de vertido dos tensiones que caracterizan la muestra:

35 - la tensión normal en la dirección principal: se da por el extremo del círculo grande de Mohr que pasa por el punto de precizamiento,

- la fuerza de cohesión: se da por el extremo del círculo pequeño de Mohr que es tangente al sitio de vertido y pasa por el origen.

40 La relación entre la tensión normal en la dirección principal y la fuerza de cohesión es un número adimensional llamado "i, índice de fluidez".

Estas medidas se realizan inmediatamente después de rellenar la celda anular, se obtiene así el índice de fluidez instantánea.

45 Se realiza otra serie de medidas con una celda que se almacena durante 24 horas a 40 °C y 80 % de humedad relativa a una tensión normal de 2,4 kPa.

Se obtiene así el índice de aglomeración.

50 Los resultados reseñados en la tabla (I) permiten comparar los índices de fluidez instantánea y los índices de aglomeración del polvo de vainillina (ejemplo comparativo A), del polvo de etilvainillina (ejemplo comparativo B), de una mezcla simple en seco de estos dos polvos (ejemplo comparativo C), de gránulos obtenidos según el procedimiento de la invención (ejemplo 4), de gránulos obtenidos según el procedimiento de la invención y mezclados a 50/50 en peso con sacarosa (ejemplo 5) y de gránulos obtenidos según el procedimiento de la invención y mezclados a 50/50 en peso con una maltodextrina (ejemplo 6).

Tabla (I)

Referencia	Naturaleza del producto	Índice de fluidez instantánea	Índice de aglomeración tras almacenamiento
Ejemplo comparativo A	Polvo de vainillina	5,6	0,66
Ejemplo comparativo B	Polvo de etilvainillina	6,5	0,61

Ejemplo comparativo C	Mezcla de polvos de vainillina y etilvainillina a relación molar= 2	18	0,03
Ejemplo 4	Gránulos de la invención descritos en el ejemplo 4	22	0,13
Ejemplo 5	Composición que comprende los gránulos del ejemplo 4 y sacarosa	20	0,18
Ejemplo 6	Composición que comprende los gránulos del ejemplo 4 y una maltodextrina	34	0,73

Se comprueba que los gránulos obtenidos según el procedimiento de la invención tienen un índice de aglomeración después del almacenamiento bajo tensión muy superior al de una mezcla simple en seco de los polvos de vainillina y etilvainillina.

5

En mezcla 50/50 en peso con una maltodextrina, estos gránulos tienen un índice de aglomeración comparable al de los polvos de vainillina pura o etilvainillina pura.

REIVINDICACIONES

1. Compuesto de vainillina y etilvainillina a una relación molar de vainillina/etilvainillina de 2 que tiene un punto de fusión de 60 ± 2 °C y presenta un espectro de difracción de rayos X con varias líneas características a los ángulos 2θ (en °) = 20,7-25,6-27,5-28,0 (medidas con relación a la línea del cobre K-alfa1 = 1,54060 Å).
2. Compuesto según la reivindicación 1, caracterizado porque adsorbe menos de 0,5 % en peso de agua, preferiblemente entre 0,1 y 0,3 % en peso de agua, y porque permanece perfectamente sólido a 40 °C con aire a 80 % de humedad relativa.
3. Compuesto según la reivindicación 1 o 2, caracterizado porque presenta propiedades de fluidez mejoradas y ausencia de aglomeración después de almacenamiento a 22 °C durante 1 mes.
4. Procedimiento de preparación del compuesto descrito en una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque comprende la cocristalización de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de vainillina/etilvainillina de 2, en medio fundido o en solución en un disolvente que las disuelve.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se disuelve por calentamiento y con agitación la mezcla de vainillina y etilvainillina en el disolvente, se enfría el conjunto y se separan los cristales del compuesto obtenido.
6. Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el disolvente orgánico es agua y/o un disolvente orgánico polar, prótico o aprótico.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 y 6, caracterizado porque el disolvente se elige entre:
- agua,
 - alcoholes, preferiblemente alifáticos o arilalifáticos, y más preferiblemente metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, alcohol β -feniletílico, etilenglicol, dietileglicol, propilenglicol y glicerol,
 - óxidos de éter, preferiblemente alifáticos y, más particularmente, dietiléter, dipropiléter, diisopropiléter, dibutiléter, metil-*terc*-butiléter, etil-*terc*-butiléter, di-*terc*-butiléter, etilenglicoldimetiléter y dietilenglicoldimetiléter,
 - ésteres de alquilo o arilalquilo de ácidos carboxílicos, alifáticos, cicloalifáticos o aromáticos, y más preferiblemente acetato de etilo, acetato de butilo, salicilato de bencilo, laurato de metilo, benzoato de metilo, citrato de etilo, triacetilglicol o triacetina, éster de glicerol y de ácido acético.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 a 7, caracterizado porque el disolvente es agua, etanol, propilenglicol, triacetina y sus mezclas.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 a 8, caracterizado porque la cantidad de disolvente empleada, expresada en peso con relación al peso de materia seca (vainillina + etilvainillina) es de 5 a 60 %.
10. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque se efectúa la fusión de la mezcla de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de 2 y después el enfriamiento de la mezcla fundida bajando la temperatura a 50 ± 1 °C, y después se mantiene esta temperatura hasta la solidificación total de la mezcla.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque se cargan vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de 2, separadamente o en mezcla, y se lleva la mezcla a una temperatura que se elige entre 60 y 90 °C y que se sitúa preferiblemente entre 70 y 80 °C.
12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque la preparación de esta mezcla fundida se realiza en atmósfera de gases inertes, preferiblemente de nitrógeno.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 12, caracterizado porque se efectúa el enfriamiento de la mezcla fundida en ausencia de agitación.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 4 a 13, caracterizado porque el compuesto obtenido se conforma según una técnica de trituración.
15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 12, caracterizado porque la mezcla fundida se conforma según una técnica de deslaminación.
16. Compuesto de vainillina y etilvainillina, caracterizado porque se obtiene por fusión de una mezcla de vainillina y etilvainillina empleadas a una relación molar de 2 a una temperatura elegida entre 60 y 90 °C y preferiblemente entre

70 y 80 °C, seguida de enfriamiento de la mezcla fundida bajando la temperatura a 50 ± 1 °C, y manteniendo después esta temperatura hasta la solidificación total de la mezcla.

5 17. Composición que comprende al menos un compuesto de vainillina y etilvainillina descrito en una de las reivindicaciones 1 a 3 o 16 y al menos un excipiente elegido entre cuerpos grasos, alcoholes grasos, azúcares, polisacáridos, sílice, vainillina y etilvainillina.

18. Composición según la reivindicación 17, caracterizada porque el excipiente se elige entre:

10 - azúcares, preferiblemente glucosa, sacarosa, fructosa, galactosa, ribosa, maltosa, sorbitol, manitol, xilitol, lactitol, maltitol; azúcares invertidos: jarabes de glucosa así como sucroglicéridos derivados de aceites grasos, preferiblemente aceite de copra, aceite de palma, aceite de palma hidrogenado y aceite de soja hidrogenado; sucroésteres de ácidos grasos tales como monopalmitato de sacarosa, monodiestearato de sacarosa y diestearato de sacarosa;

15 - almidones derivados especialmente de trigo, maíz, cebada, arroz, mandioca o patata, nativos, pregelatinizados o modificados y más particularmente almidones nativos de maíz ricos en amilosa, almidones de maíz pregelatinizados, almidones de maíz modificados, almidones de maíz cerosos modificados, almidones de maíz cerosos pregelatinizados y almidones de maíz cerosos modificados, en particular almidón OSSA/octenilsuccinato sódico;

20 - hidrolizados de almidón;

25 - dextrinas y maltodextrinas resultantes de la hidrólisis de un almidón (trigo, maíz) o de una fécula (patata) así como β -ciclodextrinas, preferiblemente maltodextrinas que tienen una E.D. inferior a 20, comprendida preferiblemente entre 5 y 19 y más preferiblemente entre 6 y 15;

- celulosa, sus éteres, especialmente metilcelulosa, etilcelulosa, metilcelulosa, hidroxipropilcelulosa o sus ésteres, especialmente carboximetilcelulosa o carboxietilcelulosa eventualmente en forma sodada;

30 - gomas tales como goma de carragenano kappa o carragenano iota, pectina, goma guar, goma de algarrobo y goma de xantano, alginatos, goma arábica, goma de acacia y agar;

- harinas, preferiblemente harina de trigo (nativa o pregelatinizada), féculas, preferiblemente fécula de patata;

35 - gelatina;

- sílice;

- un agente antioxidante, preferiblemente vitamina E;

40 - un agente emulsionante, preferiblemente lecitina;

- vainillina o etilvainillina.

45 19. Composición según una de las reivindicaciones 17 y 18, caracterizada porque comprende de 0,1 a 90 % en peso de excipiente o excipientes, preferiblemente de 20 a 60 % en peso de excipiente o excipientes.

50 20. Aplicación del compuesto descrito en una de las reivindicaciones 1 a 3 o 16 o de la composición descrita en una de las reivindicaciones 17 a 19 como aroma en el campo de la alimentación humana y animal, la farmacia y, como perfume, en la industria cosmética, de la perfumería y los detergentes.

55 21. Aplicación según la reivindicación 20, caracterizada porque se emplea el compuesto o la composición de la invención en el transcurso de la fabricación de una pasta, preferiblemente en un cuerpo graso, en el campo de la repostería seca y la pastelería industrial; en el campo de la chocolatería, especialmente para la preparación de chocolates en tableta, chocolates de cobertura o relleno de chocolate; en el transcurso de la fabricación de caramelos de cualquier género: peladillas, caramelos blandos, turroneos duros, caramelos duros, caramelos fundentes y otros; en la industria láctea y más particularmente en leches aromatizadas y gelificadas, dulces, yogures, helados y cremas heladas; en la preparación de azúcar vainillado por impregnación de azúcar con el mismo; en la preparación de diferentes bebidas, preferiblemente granadina y bebidas chocolateadas; en la preparación de bebidas instantáneas tales como bebidas aromatizadas en polvo, chocolate en polvo o bien en preparaciones instantáneas en forma de polvo destinadas a la confección de postres de cualquier género o para la desnaturalización de mantequilla.

65 22. Aplicación según la reivindicación 20, caracterizada porque se emplea el compuesto o la composición de la invención en alimentación animal, especialmente para la preparación de harinas.

23. Aplicación según la reivindicación 20, caracterizada porque se emplea el compuesto o composición de la invención como agente enmascarante del olor, especialmente en la industria farmacéutica; en el campo de la cosmética para la preparación de cremas, leches y maquillajes y otros productos, como base perfumante en perfumería y en el campo de los detergentes, especialmente en jabonería.

Figura 1

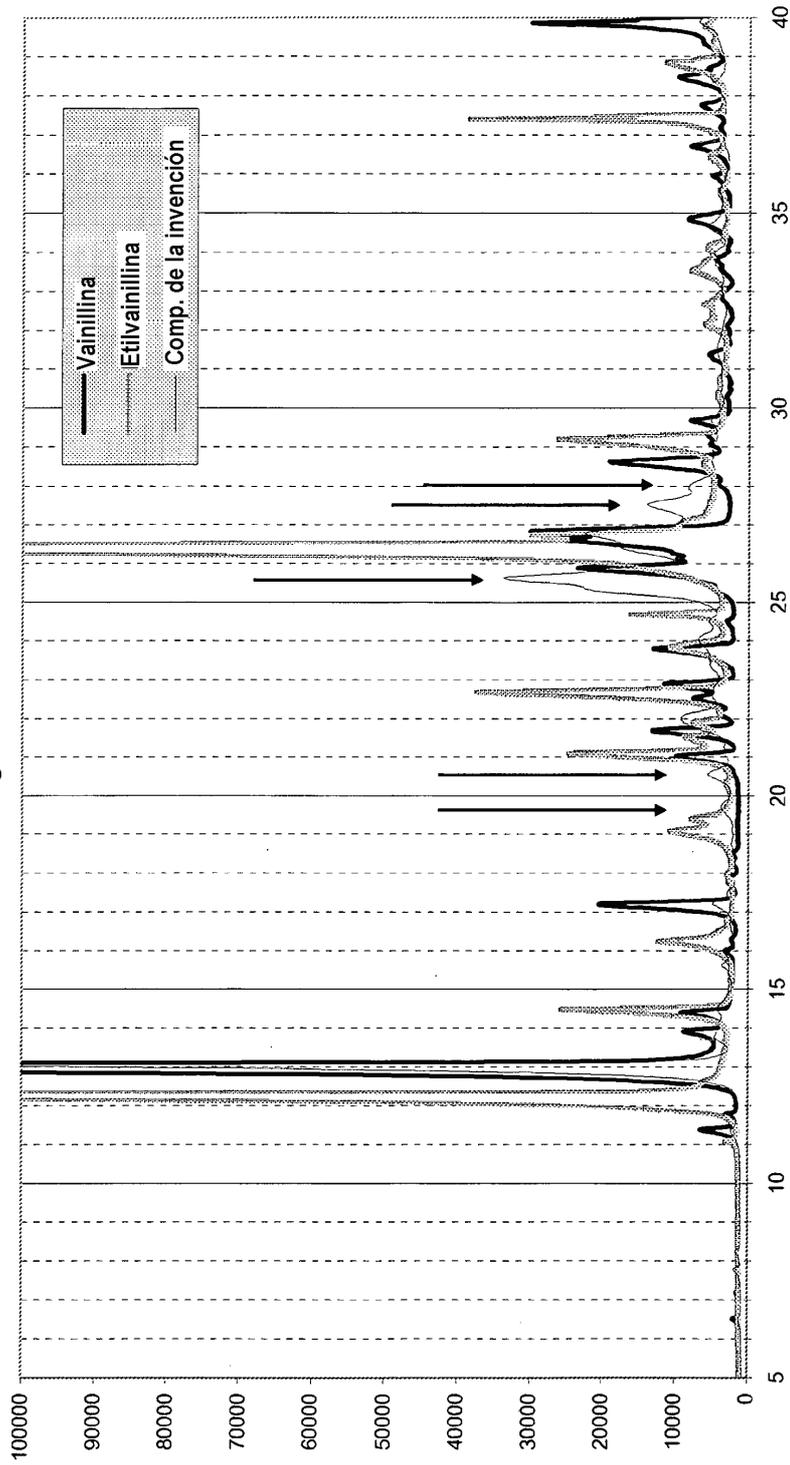


Figura 2

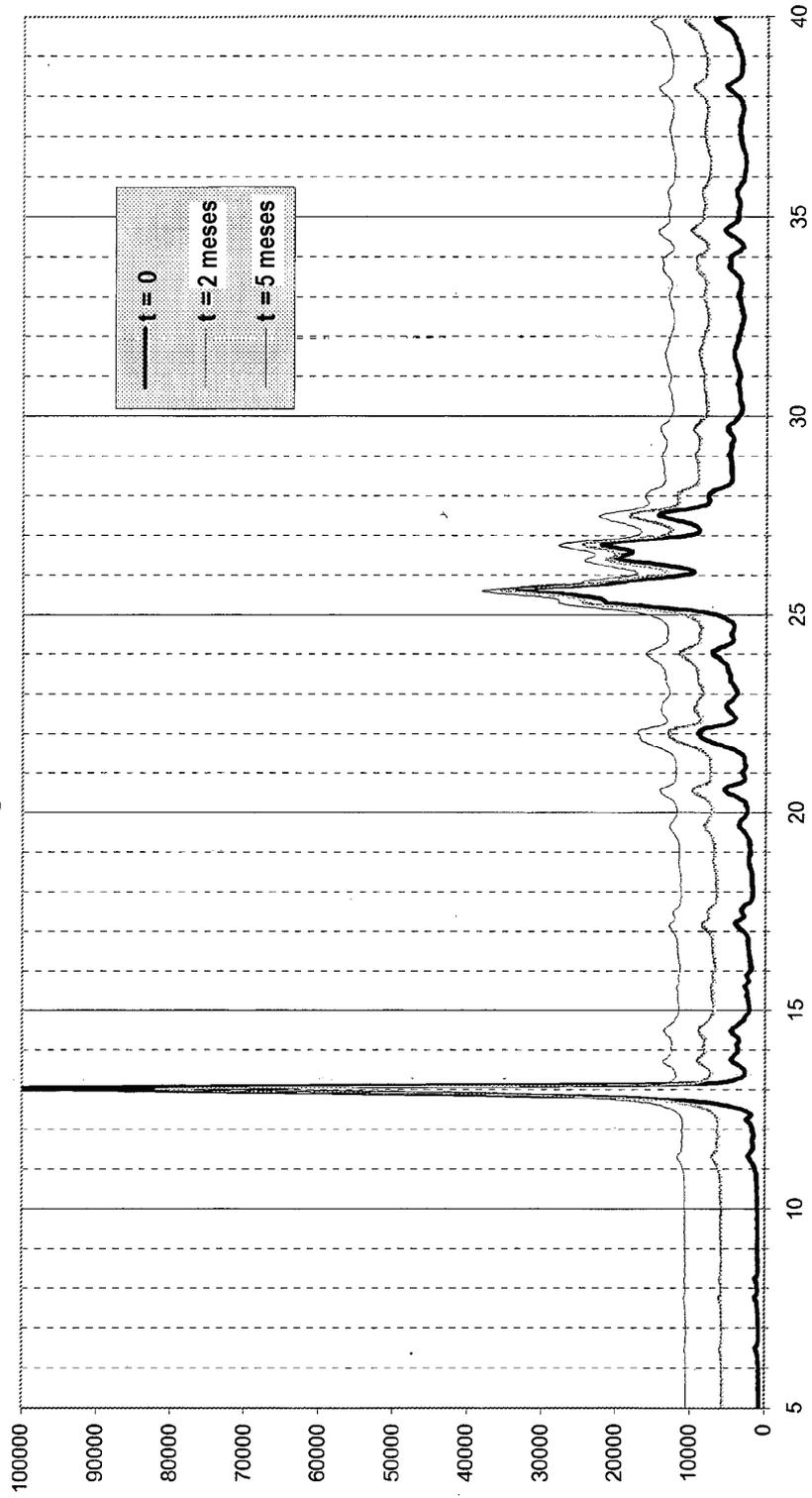


Figura 3

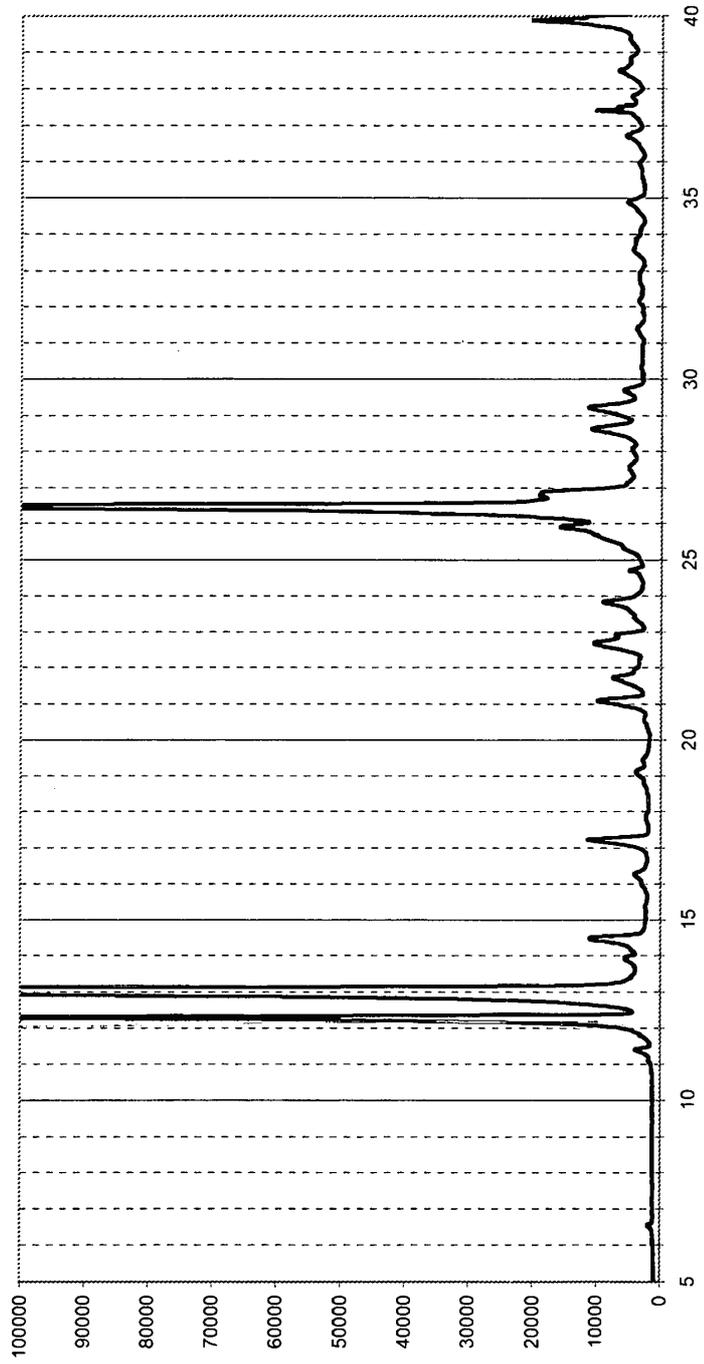


Figura 4

