

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 656 989**

51 Int. Cl.:

**C07C 67/54** (2006.01)

**C07C 69/704** (2006.01)

**B01D 15/08** (2006.01)

**C07C 67/08** (2006.01)

**A24B 15/24** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2012 PCT/US2012/063510**

87 Fecha y número de publicación internacional: **23.05.2013 WO13074315**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2012 E 12849256 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.12.2017 EP 2780314**

54 Título: **Método para producir citrato de trietilo a partir de tabaco**

30 Prioridad:

**17.11.2011 US 201113298602**

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

**01.03.2018**

73 Titular/es:

**R. J. REYNOLDS TOBACCO COMPANY (100.0%)  
401 North Main Street  
Winston-Salem, North Carolina 27101, US**

72 Inventor/es:

**DUBE, MICHAEL FRANCIS y  
COLEMAN, WILLIAM**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 656 989 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

Método para producir citrato de trietilo a partir de tabaco

## 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a productos fabricados o derivados a partir de tabaco o, de manera más general, fabricados o derivados a partir de cualquier biomasa derivada de cualquiera una o más especies del género *Nicotiana*, o que de otro modo incorpore tabaco, y que están destinados para el consumo humano. Son de particular interés los ingredientes o componentes obtenidos o derivados de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana*.

Antecedentes de la invención

15 Los artículos de fumar populares, tales como cigarros, tiene una estructura con forma de caña sustancialmente cilíndrica e incluyen una carga, rollo o columna de material fumable tal como tabaco triturado (por ejemplo, en forma de relleno de corte) rodeado por un envoltorio de papel formando, de este modo, la denominada "caña de tabaco". Normalmente, un cigarro tiene un elemento de filtro cilíndrico alineado en una relación extremo a extremo con la caña de tabaco. Típicamente, un elemento de filtro comprende filtro de acetato de celulosa plastificado circunscrito por un material de papel conocido como "papel de envolver". Determinados cigarros incorporan un elemento de filtro que tiene múltiples segmentos y uno de esos segmentos puede comprender partículas de carbón activado. Típicamente, el elemento de filtro está unido a un extremo de la caña de tabaco usando un material de envoltura circunscrito conocido como "papel boquilla". También se ha convertido deseable perforar el material de boquilla y el papel de envolver, para proporcionar la dilución del humo exhalado que se ha calado con el aire ambiente. Un cigarro se emplea por un fumador encendiendo un extremo del mismo y quemando la caña de tabaco. El fumador a continuación recibe humo exhalado en su boca al realizar una calada el extremo opuesto (por ejemplo, el extremo del filtro) del cigarro.

30 El tabaco usado para la fabricación de cigarros se usa típicamente en forma mezclada. Por ejemplo, determinadas mezclas de tabaco populares, a menudo denominadas "mezclas americanas", comprenden mezclas de tabaco curado al aire caliente, tabaco Burley y tabaco oriental y, en muchos casos, determinados tabacos procesados, tales como tabaco reconstituido y tallos de tabaco procesados. La cantidad precisa de cada tipo de tabaco dentro de una mezcla de tabaco usada para la fabricación de una marca de cigarros particular varía de marca a marca. Sin embargo, para muchas mezclas de tabaco, el tabaco curado al aire caliente constituye una proporción relativamente grande de la mezcla, mientras que el tabaco oriental constituye una proporción relativamente pequeña de la mezcla. Véase, por ejemplo, Tobacco Encyclopedia, Voges (Ed.) pág. 44-45 (1984), Browne, The Design of Cigarettes, 3ª Ed., pág. 43 (1990) y Tobacco Production, Chemistry and Technology, Davis y col. (Eds.) pág. 346 (1999).

40 A través de los años, se han propuesto diversos métodos de tratamiento y aditivos para alterar el carácter completo o naturaleza de los materiales de tabaco utilizados en los productos de tabaco. Por ejemplo, se han utilizado aditivos o procesos de tratamiento con el fin de alterar la química o propiedades sensoriales del material de tabaco, o en el caso de materiales de tabaco fumable, alterar la química o propiedades sensoriales de humo exhalado generado al fumar artículos que incluyen el material de tabaco. Los atributos del humo de cigarro pueden potenciarse mediante la incorporación de materiales saborizantes en diversos componentes del cigarro. Entre los aditivos saborizantes ilustrativos se incluyen metanol y productos de reacciones de Maillard, tales como pirazinas, aminoazúcares y compuestos de Amadori. Véanse también, Leffingwell y col., Tobacco Flavoring for Smoking Products, R.J. Reynolds Tobacco Company (1972). En algunos casos, los procesos de tratamiento que implican el uso de calor pueden transmitir al tabaco procesado un color o carácter visual deseado, propiedades sensoriales deseadas o una naturaleza física o textura deseada. Diversos procesos para la preparación de composiciones sabrosas y aromáticas para su uso en composiciones de tabaco se exponen en las Pat. de EE.UU. n.º 3.424.171 a Rooker; 3.476.118 a Luttich; 4.150.677 a Osborne, Jr. y col.; 4.986.286 a Roberts y col.; 5.074.319 a White y col.; 5.099.862 a White y col.; 5.235.992 a Sensabaugh, Jr.; 5.301.694 a Raymond y col.; 6.298.858 a Coleman, III y col.; 6.325.860 a Coleman, III y col.; 6.428.624 a Coleman, III y col.; 6.440.223 a Dube y col.; 6.499.489 to Coleman, III; y 6.591.841 a White y col.; Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2004/0173228 a Coleman, III; y Solicitud de los EE.UU. n.º de serie 12/191.751 a Coleman, III y col., presentada el 14 de agosto de 2008. Adicionalmente, ejemplos de componentes representativos que pueden emplearse como los denominados diluyentes de alquitrán natural en productos de tabaco se establecen en el documento PCT WO 2007/012980 a Lipowicz.

60 El tabaco también se puede disfrutar en la forma denominada "sin humo". Particularmente, los productos de tabaco sin humo populares se emplan insertando alguna forma de tabaco procesado o formulación que contiene tabaco en la boca del consumidor. Diversos tipos de productos de tabaco sin humo se establecen en las Pat. de los EE.UU. n.º 1.376.586 a Schwartz; 3,696,917 a Levi; 4.513.756 a Pittman y col.; 4.528.993 a Sensabaugh, Jr. y col.; 4.624.269 a Story y col.; 4.987.907 a Townsend; 5.092.352 a Sprinkle, III y col.; y 5.387.416 a White y col.; Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2005/0244521 a Strickland y col.; 2008/0196730 a Engstrom y col.; y 2009/0293889 a Kumar y col.; PCT WO 04/095959 a Arnarp y col.; PCT WO 05/063060 a Atchley y col.; PCT WO 05/016036 a Bjorkholm; y PCT WO 05/041699 a Quinter y col. Véase, por ejemplo, los tipos de formulaciones de

tabaco sin humo, ingredientes y metodologías de procesamiento que se establecen en las Pat. de los EE.UU. 6.953.040 a Atchley y col. y 7.032.601 a Atchley y col.

5 Un tipo de producto de tabaco sin humo es el denominado como "rapé". Tipos representativos de productos rapé húmedo, comúnmente denominado como "snus", se ha fabricado en Europa, particularmente en Suecia, por o mediante empresas tales como Swedish Match AB, Fiedler & Lundgren AB, Gustavus AB, Skandinavisk Tobakskompagni A/S, y Rocker Production AB. Los productos de *snus* disponibles en los E.U.A se han comercializado con los nombres comerciales de Camel Snus Frost, Camel Snus Original y Camel Snus Spice por R. J. Reynolds Tobacco Company. Véanse también, por ejemplo, Bryzgalov y col., 1N1800 Life Cycle Assessment, Comparative Life Cycle Assessment of General Loose and Portion Snus (2005). Además, determinados estándares de calidad asociados con la fabricación de *snus* se han recopilado como el denominado estándar GothiaTek. Productos de tabaco sin humo representativos también se han comercializado con los nombres comerciales de Oliver Twist by House of Oliver Twist A/S; Copenhagen, Skoal, SkoalDry, Rooster, Red Seal, Husky, y Revel por U.S. Smokeless Tobacco Co.; "taboka" por Philip Morris USA; Levi Garrett, Peachy, Taylor's Pride, Kodiak, Hawken Wintergreen, Grizzly, Dental, Kentucky King, and Mammoth Cave by Conwood Company, LLC; y Camel Orbs, Camel Sticks, and Camel Strips por R. J. Reynolds Tobacco Company.

20 Los atributos sensoriales de tabaco sin humo también pueden potenciarse mediante la incorporación de determinados materiales saborizantes. Véase, por ejemplo, Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. N.º 2002/0162562 a Williams; 2002/0162563 a Williams; 2003/0070687 a Atchley y col.; 2004/0020503 a Williams, 2005/0178398 a Breslin y col.; 2006/0191548 a Strickland y col.; 2007/0062549 a Holton, Jr. y col.; 2007/0186941 a Holton, Jr. y col.; 2007/0186942 a Strickland y col.; 2008/0029110 a Dube y col.; 2008/0029116 a Robinson y col.; 2008/0029117 a Mua y col.; 2008/0173317 a Robinson y col.; y 2008/0209586 a Neilsen y col.

25 Encontrado como un ingrediente en cualquiera de una cantidad de formulaciones de productos de tabaco es el citrato de trietilo (CAS 102-76-1). El citrato de trietilo también se conoce como éster de etilo, de ácido cítrico; también se denomina como trietilis citras. Mientras que puede servir cualquiera de una cantidad de funciones en las formulaciones de producto de tabaco, el citrato de trietilo se conoce en la técnica por servir como plastificante. Además, el citrato de trietilo puede funcionar como un saborizante o un tensioactivo. Un líquido transparente, aceitoso a temperatura ambiente típica, el citrato de trietilo es inodoro y prácticamente incoloro.

35 El citrato de trietilo es útil como un componente de una variedad de productos de tabaco o como ingrediente en el procesamiento de tabaco. Véase, por ejemplo, las Pat. de los EE.UU. n.º 4.007.745 a Randall y Keith; 4.007.746 a Sawada y Kotani; 4.522.616 a Howell y col.; 5. 101.839 a Jakob y col.; 5.105.836 a Gentry y col.; 5.105.838 a White y Perfetti; 5.129.408 a Jakob y col.; 5.598.868 a Jakob y col.; 5.706.833 a Tsuyaga y col.; 5.758.669 a Taniguchi y Nishimura; 5.947.127 a Tsugaya y col.; 6.095.152 a Beven y col.; 6.289.897 a McAdam y col.; 6.397.852 y 6. 408. 856 a McAdam; 6.578.584 a Beven y col.; y 7.938.125 a John y Sutton.

40 Como debe resultar claro a partir de lo anterior es que el citrato de trietilo es útil en la formulación de diversos productos de tabaco, también se puede observar que sería, en consecuencia, deseable proporcionar un método para producir citrato de trietilo a partir de tabaco, es decir, en particular, a partir de la especie *Nicotiana*, para su uso, *entre otras*, en las composiciones de tabaco utilizadas en una variedad de productos de tabaco o en el procesamiento de tabaco.

45 Sumario de la invención

50 En el presente documento se desvelan materiales de la especie *Nicotiana* (por ejemplo, materiales derivados de tabaco) que comprenden componentes aislados de plantas de la especie *Nicotiana* útiles para su incorporación en composiciones de tabaco utilizadas en una variedad de productos de tabaco, tales como artículos de fumar y productos de tabaco sin humo. En el presente documento se desvelan métodos para el aislamiento de componentes de la especie *Nicotiana* (por ejemplo, materiales de tabaco) y para el procesamiento de esos componentes y materiales de tabaco que incorporan esos componentes. Por ejemplo, pueden prepararse materiales derivados de tabaco sometiendo al menos una parte de una planta de tabaco (por ejemplo, hojas, pedúnculos, raíces o tallos) a un proceso de separación, que puede incluir típicamente múltiples etapas de extracción secuencial, para aislar componentes deseados del material de tabaco.

60 Cuando se usa en conexión con la invención, el término "biomasa" denota una o más partes de una planta, y en particular denota sustancialmente la totalidad de la parte subterránea de una planta, que incluye, opcionalmente, algo o toda la parte subterránea de una planta. Por consiguiente, el término "biomasa" puede referirse a una hoja o semilla o cualquier otra parte subterránea de una planta o a una combinación de las mismas, que incluye, opcionalmente, algo o toda la parte subterránea de una planta.

65 Cuando se usa en conexión con la invención, el término "uno o más plantas del género *Nicotiana*" denota cualquier una o más plantas del género *Nicotiana* de la familia *Solanaceae*, incluyendo, por ejemplo, una cualquiera o más de las siguientes: *N. alata*, *N. arentsii*, *N. excelsior*, *N. forgetiana*, *N. glauca*, *N. glutinosa*, *N. gossei*, *N. kawakamii*, *N. knightiana*, *N. langsdorffi*, *N. otophora*, *N. setchelli*, *N. sylvestris*, *N. tomentosa*, *N. tomentosiformis*, *N. undulata* y *N.*

5 x sanderae, N. africana, N. amplexicaulis, N. benavidesii, N. bonariensis, N. debneyi, N. longiflora, N. maritima, N. megalosiphon, N. occidentalis, N. paniculata, N. plumbaginifolia, N. raimondii, N. rosulata, N. rustica, N. simulans, N. stocktonii, N. suaveolens, N. tabacum, N. umbratica, N. velutina y N. wigandioides, N. acaulis, N. acuminata, N. attenuata, N. benthamiana, N. cavicola, N. clevelandii, N. cordifolia, N. corymbosa, N. fragrans, N. goodspeedii, N. linearis, N. miersii, N. nudicaulis, N. obtusifolia, N. occidentalis subsp. Hersperis, N. pauciflora, N. petunioides, N. quadrivalvis, N. repanda, N. rotundifolia, N. Solanifolia, N. spegazzinii.

10 El uso de materiales derivados de *Nicotiana* (por ejemplo, derivado del tabaco) que se desvela en el presente documento permite la preparación de composiciones de tabaco para artículos para fumar o composiciones de tabaco sin humo que están derivado sustancialmente o incluso totalmente de materiales de *Nicotiana*. Por ejemplo, una composición de tabaco puede incorporar tabaco o material derivado de tabaco de alguna forma, incluyendo componentes aislados de la especie *Nicotiana*, tal como al menos aproximadamente el 80 por ciento en peso, más típicamente al menos aproximadamente el 90 por ciento en peso o incluso al menos aproximadamente el 95 por ciento en peso (sobre una base de peso seca), de esa composición de tabaco consiste en material derivado de tabaco.

15 Se ha reconocido que existe la necesidad de aprovechar plenamente el material o sustancia del tabaco y, en particular, de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana*. Materiales de partida fácilmente disponibles o aportaciones de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana*, tales como materiales de partida o aportaciones que son útiles en particular para su inclusión como materiales de partida o aportaciones en un proceso mediante el cual el material o sustancia del tabaco puede aprovecharse plenamente, incluye, entre otros, biomasa de tabaco y semilla de tabaco. La biomasa de tabaco puede incluir, por ejemplo, la totalidad de la sustancia de una planta de tabaco que se ha cosechado toda. La biomasa de tabaco puede incluir, por ejemplo, esencialmente todas las partes subterráneas de una planta de tabaco y puede incluir opcionalmente alguna o todas las partes subterráneas de una planta de tabaco. La biomasa de tabaco puede incluir, por ejemplo, la parte sólida de una planta de tabaco que se ha cosechado toda, o la parte sólida de esencialmente todas las partes subterráneas de una planta de tabaco, y de la cual se ha expulsado el denominado "jugo verde", por ejemplo, mediante la acción de una prensa de husillo. La biomasa de tabaco puede incluir, por ejemplo, tal parte sólida de la cual al menos una parte del agua se ha retirado mediante secado. Una semilla de tabaco puede ocupar solo un volumen muy pequeño, tal como una fracción de un milímetro cúbico. Por este motivo, resulta típicamente práctico recoger una pluralidad de semillas de tabaco cuando se escoge cosechar la semilla de tabaco.

20 Entre los modos en los que se puede aprovechar plenamente material o sustancia de tabaco y, en particular, de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana*, existen diversas transformaciones químicas a las cuales las plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana* pueden someterse. Tales transformaciones químicas pueden resultar en producciones o productos que tienen una o más propiedades deseadas o favorables. Tales producciones o productos pueden ser ellos mismos útiles como material de partida o aportaciones para procesos útiles adicionales. Entre las transformaciones químicas a las cuales las plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana* pueden someterse son las fermentaciones o extracciones.

25 Se conocen en la técnica diversos procesos para la fermentación de la biomasa de plantas, entre los cuales son los que se establecen en la Pat. de los EE.UU. n.º 7.820.419 a Smith y col. y 7.943.350 a Vlasenko y col.; en las Publicaciones de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2002/0197688 de Pandolfino, 2010/0017916 de Pappan y col., y 2010/0196980 de Smith y col.; y en el documento PCT WO 2002/098208 de Pandolfino y 2011/100272 de Wietgreffe y Bregger. Un producto de tal proceso de fermentación puede ser etanol.

30 Diversos procesos para la extracción, y en particular para la extracción de uno o más ácidos orgánicos, y además en particular para el ácido cítrico, se conocen en la técnica, entre los cuales son los que se establecen en las Pat. de los EE.UU. n.º 4.251.671 a Alter y Blumberg; 4.334.095 a Baniel; y 5.426.220 a Baniel y Eyal. Un producto de tal proceso de extracción puede ser un ácido cítrico.

35 Diversos procesos para la esterificación, que es, a saber, una condensación de un alcohol con un ácido orgánico, se conocen en la técnica, entre los cuales son los que, cada uno incorporando una síntesis de citrato de trietilo, se establecen en las Pat. de los EE.UU. n.º 7.652.167 y 7.667.068 a Miller y col.; en la Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2006/0014977 y 2006/0252956 de Miller y col.; y en Kolah y col. (2008), "Triethyl Citrate Synthesis by Reactive Distillation," *Industrial and Engineering Chemistry Research*, Vol. 47, N.º 4, págs. 1017-1024.

40 Se conoce en la técnica que el metabolismo intermediario de las plantas, incluyendo, *entre otras*, las plantas del género *Nicotiana*, produce ácido cítrico. Véase, por ejemplo, Shmuk and Pyatnitskii (1930), "Investigation of the Tobacco Acids," en Works of Academician A.A. Shmuk, Volumen III, The Chemistry and Technology of Tobacco (Moscow: Pishchepromidzat, 1953; Jerusalem: trans. Lengy y co., Israel Program for Scientific Translations, 1961), págs. 136-144; Vickery and Pucher (1931), "The Non-Volatile Organic Acids of Green Tobacco Leaves," *Journal of Biological Chemistry*, Vol. 90, págs. 637-653; Shmuk (1933), "Tobacco and Makhorka As Raw Materials for the Production of Citric Acid," en Works, op. cit., págs. 688-707; Shmuk (1934), "The Method of Determination of Citric and Malic Acids in Tobacco and Makhorka," *Ibid.*, págs. 247-251; Tso (1972), *Physiology and Biochemistry of*

Tobacco Plants (Stroudsburg: Dowden, Hutchinson y Ross), pág. 205. Por consiguiente, el ácido cítrico puede prepararse fácilmente a partir de un origen vegetal, tal como un origen vegetal de cualquiera de la especie *Nicotiana*.

5 Se desvela en el presente documentos una composición de tabaco para su uso en un artículo de fumar o una composición de tabaco sin humo que comprende un material de tabaco y un componente que contiene citrato de trietilo derivado de una biomasa o una semilla de la especie *Nicotiana*, en el que el componente que contiene citrato de trietilo comprende citrato de trietilo.

10 Puede formarse un componente que contiene ácido de trietilo usando técnicas de destilación adaptadas para la obtención de ácido cítrico a partir de biomasa o una o más partes anatómicas de una planta. Como alternativa, puede formarse un componente que contiene ácido cítrico mediante la extracción de componentes a partir de biomasa o una o más partes anatómicas usando técnicas de extracción apropiadas y disolventes. Pueden usarse otros procesos de separación, tales como cromatografía, filtración, recristalización, división disolvente-disolvente y combinaciones de los mismo. Un componente que contiene ácido cítrico formado usando un proceso de extracción puede ser o la parte soluble en disolvente o el resto insoluble de biomasa u otro material general que permanece después de la extracción con disolvente.

15 Puede formarse un componente que contiene etanol usando técnicas de destilación adaptadas para la obtención de etanol a partir de biomasa o una o más partes anatómicas de una planta. Como alternativa, puede formarse un componente que contiene etanol mediante la extracción de componentes a partir de biomasa o una o más partes anatómicas usando técnicas de extracción apropiadas y disolventes. Pueden usarse otros procesos de separación, tal como cromatografía, filtración, recristalización, división disolvente-disolvente y combinaciones de los mismo. Un componente que contiene etanol formado usando un proceso de extracción puede ser o la parte soluble en disolvente o el resto insoluble de biomasa u otro material general que permanece después de la extracción con disolvente.

20 Un componente que contiene etanol comprende etanol, útil para la producción de citrato de trietilo. De forma análoga, un componente que contiene ácido cítrico comprende ácido cítrico, también útil para la producción de citrato de trietilo. También se podrá observar de forma análoga, que cuando se usa en conexión con la invención, un "componente que contiene ácido cítrico" puede comprender ácido cítrico o una sal de ácido cítrico.

25 Un componente que contiene citrato de trietilo puede usarse como tal, o en forma de un componente que contiene citrato de trietilo transformado químicamente. Por ejemplo, una transformación química de un componente que contiene citrato de trietilo puede incluir reacción de ácido/base, hidrólisis, tratamiento térmico, tratamiento enzimático y combinaciones de tales etapas.

30 Un componente que contiene citrato de trietilo puede fabricarse a partir de un componente que contiene etanol derivado de biomasa o una o más partes anatómicas de tabaco y un componente que contiene ácido cítrico derivado de biomasa o una o más partes anatómicas de tabaco.

35 En el presente documento se describen artículos de fumar y composiciones de tabaco sin humo que incluye un componente que contiene citrato de trietilo. Por ejemplo, una composición de tabaco puede incorporar un componente que contiene citrato de trietilo dentro de una formulación de cobertura o una formulación de abonado superficial aplicada a la lámina de tabaco o como un componente de un material de tabaco reconstituido.

40 La invención se refiere a un método para la preparación de citrato de trietilo a partir de una o más plantas del género *Nicotiana* comprendiendo dicho método (1) aislar un componente que contiene etanol de la biomasa o semilla cosechada de la especie *Nicotiana* sometiendo la biomasa o semilla cosechada o una parte de la misma a fermentación seguido de presión en frío, extracción con disolvente, cromatografía, destilación, filtración, recristalización, división disolvente-disolvente o una combinación de los mismos para formar un componente que contiene etanol aislado; (2) aislar un componente que contiene ácido cítrico de biomasa cosechada o una o más partes anatómicas de la especie *Nicotiana* sometiendo la biomasa cosechada o una o más partes anatómicas o una parte de las mismas a presión en frío, extracción con disolvente, cromatografía, destilación, filtración, recristalización, división disolvente-disolvente o una combinación de los mismos para formar un componente que contiene ácido cítrico aislado; (3) reaccionar el componente que contiene etanol con el componente que contiene ácido cítrico en condiciones que favorecen la esterificación, formando, de este modo, un componente que contiene citrato de trietilo. El método puede incluir adicionalmente la etapa de adición del componente que contiene citrato de trietilo a la composición de tabaco adaptada para su uso en un artículo para fumar o una composición de tabaco sin humo.

45 En conexión con la invención, se ha encontrado de forma análoga, que una transformación química que incluye una fermentación de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana* resulta en la formación de una composición que comprende etanol y a partir de la cual se puede aislar etanol; que una transformación química de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana* resulta en el aislamiento de ácido cítrico; y que una reacción de esterificación de etanol aislado de este modo y ácido cítrico aislado de este modo resulta en la formación de citrato de trietilo.

60

El citrato de trietilo producido por el método de la invención es adecuado para su uso en, sobre o alrededor de un artículo para fumar o una composición de tabaco sin humo que comprende un material de tabaco y un componente derivado de la especie *Nicotiana*, en el que el componente está derivado de la especie *Nicotiana*.

5 Descripción detallada de las realizaciones preferentes

Ahora la presente invención se describirá más a fondo a continuación. Esta invención puede, sin embargo, incorporarse de muchas formas diferentes y no debe interpretarse como limitada a las realizaciones que se muestran en el presente documento; más bien, estas realizaciones se proporcionan de modo que esta divulgación será exhaustiva y completa y expresará plenamente el alcance de la invención para los expertos en la técnica. Como se usan en la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones, las formas singulares "un", "una", "uno", y "el/la" incluyen referencia en plural a menos que el contexto dicte claramente lo contrario. Las referencias a "porcentaje en peso seco" o "base de peso seca" se refiere al peso sobre la base de los ingredientes en seco (es decir, todos los ingredientes excepto agua).

La selección de la planta de la especie *Nicotiana* puede variar; y en particular, los tipos de tabaco o tabacos puede variar. Los tabacos que pueden emplearse incluyen el curado al aire caliente o Virginia (por ejemplo, K326), Burley, curado al sol (por ejemplo, tabacos Indian Kurnool u Oriental, que incluyen los tabacos Katerini, Prelip, Komotini, Xanthi y Yambol), Maryland, negro, tostado al fuego, de hoja oscura curado al aire (por ejemplo, los tabacos Passanda, Cubano, Jatin y Bezuki), rubio curado al aire (por ejemplo, tabacos North Wisconsin y Galpao), curado al aire indio, tabacos Red Russian y *Rustica*, así como diversos otros tabacos excepcionales y de especialidad. Las descripciones de diversos tipos de tabacos, prácticas de cultivo y prácticas de cosecha se muestran en Tobacco Production, Chemistry and Technology, Baldwin y col. (eds.) (1999). Diversos tipos representativos de plantas de la especie *Nicotiana* se muestran en Goodspeed, The Genus *Nicotiana*, (Chonica Botanica) (1954); Pat. de los EE.UU. n.º 4.660.577 a Sensabaugh, Jr. y col.; 5.387.416 a White y col. y 7.025.066 a Lawson y col.; Publicaciones de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2006/0037623 a Lawrence, Jr. y 2008/0245377 a Marshall y col. Son de particular interés *N. alata*, *N. arentsii*, *N. excelsior*, *N. forgetiana*, *N. glauca*, *N. glutinosa*, *N. gossei*, *N. kawakamii*, *N. knightiana*, *N. langsdorffii*, *N. otophora*, *N. setchelli*, *N. sylvestris*, *N. tomentosa*, *N. tomentosiformis*, *N. undulata* y *N. x sanderae*. También son de interés *N. africana*, *N. amplexicaulis*, *N. benavidesii*, *N. bonariensis*, *N. debneyi*, *N. longiflora*, *N. maritima*, *N. megalosiphon*, *N. occidentalis*, *N. paniculata*, *N. plumbaginifolia*, *N. raimondii*, *N. rosulata*, *N. rustica*, *N. simulans*, *N. stocktonii*, *N. suaveolens*, *N. tabacum*, *N. umbratica*, *N. velutina* y *N. wigandioides*. Otras plantas de la especie *Nicotiana* incluyen *N. acaulis*, *N. acuminata*, *N. attenuata*, *N. benthamiana*, *N. cavicola*, *N. clevelandii*, *N. cordifolia*, *N. corymbosa*, *N. fragrans*, *N. goodspeedii*, *N. linearis*, *N. miersii*, *N. nudicaulis*, *N. obtusifolia*, *N. occidentalis* subsp. *Hersperis*, *N. pauciflora*, *N. petunioides*, *N. quadrivalvis*, *N. repanda*, *N. rotundifolia*, *N. solanifolia* y *N. spegazzinii*.

La especie *Nicotiana* puede derivarse usando la modificación genética o técnicas de cruzamiento (por ejemplo, se pueden obtener genéticamente por ingeniería genética o cruzamiento para aumentar o disminuir la producción de determinados componentes o cambiar, de otro modo, las características o atributos). Véase, por ejemplo, los tipos de modificaciones genéticas de plantas que se muestran en las Pat. de los EE.UU. n.º 5.539.093 a Fitzmaurice y col.; 5.668.295 a Wahab y col.; 5.705.624 a Fitzmaurice y col.; 5.844.119 a Weigl; 6.730.832 a Dominguez y col.; 7.173.170 a Liu y col.; 7.208.659 a Colliver y col.; y 7.230.160 a Benning y col.; Publicaciones de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2006/0236434 a Conkling y col.; y PCT WO 2008/103935 a Nielsen y col.

Para la preparación de productos sin humos y fumables, es típico que las plantas cosechadas de la especie *Nicotiana* se sometan a un proceso de curado. Descripciones de diversos tipos de procesos de curado para diversos tipos de tabacos se muestran en Tobacco Production, Chemistry and Technology, Baldwin y col. (eds.) (1999). Técnicas y condiciones ilustrativas para el curado de tabaco curado en caliente se muestran en Nestor y col., Beitrage Tabakforsch. Int., 20, 467-475 (2003) y Pat. de los EE.UU. n.º 6.895.974 a Peele. Véase, también, por ejemplo, la Pat. de los EE.UU. n.º 7.650.892 a Groves y col. Técnicas y condiciones representativas para tabaco curado al aire se muestran en Roton y col., Beitrage Tabakforsch. Int., 21, 305-320 (2005) y Staaf y col., Beitrage Tabakforsch. Int., 21, 321-330 (2005). Determinados tipos de tabacos pueden someterse a tipos alternativos de procesos de curado, tales como curado al fuego o curado al sol. Preferentemente, los tabacos cosechados que se curan de envejecen a continuación.

Al menos una parte de la planta de la especie *Nicotiana* (por ejemplo, al menos una parte de la parte de tabaco) puede emplearse en una forma inmadura. Es decir, la planta, o al menos una parte de la planta, puede cosecharse antes de alcanzar una etapa vista normalmente como propicia o madura. Como tal, por ejemplo, el tabaco puede cosecharse cuando la planta de tabaco se encuentra en el momento de un brote, está empezando la formación de hojas, está empezando la formación de semillas, está empezando la floración o similares.

Al menos una parte de la planta de la especie (por ejemplo, al menos una parte de la parte de tabaco) puede emplearse en una forma madura. Es decir, la planta, o al menos una parte de la planta, puede cosecharse cuando esa planta (o porción de planta) alcanza un momento en el que se considera tradicionalmente como propicia, demasiado madura o madura. Como tal, por ejemplo, mediante el uso de técnicas de cosecha de tabaco empleadas de forma convencional por los agricultores, pueden cosecharse plantas de tabaco Oriental, pueden cosecharse

5 plantas de tabaco Burley o pueden cosecharse hojas de tabaco Virginia o prepararse por posición de tallo. Después de la cosecha, la planta de la especie *Nicotiana* o parte de la misma, puede usarse en una forma verde (por ejemplo, puede usarse tabaco sin someterse a ningún proceso de curado). Por ejemplo, el tabaco en forma verde puede congelarse, liofilizarse, someterse a irradiación, amarillarse, secarse, cocinarse (por ejemplo, tostarse, freírse o hervirse) o someterse, de otro modo, al almacenamiento o tratamiento para un uso posterior. Tal tabaco también puede someterse a condiciones de envejecimiento.

10 Un producto de tabaco incorpora tabaco que está combinado con alguna forma de biomasa o una o más partes anatómicas obtenidas de o derivadas de, una planta de al menos una especie *Nicotiana*. Es decir, una parte de un producto de tabaco puede componerse de alguna forma de biomasa o una o más partes anatómicas de una especie *Nicotiana*, tal como partes o piezas de biomasa o una o más partes anatómicas o materiales procesados que incorporan biomasa procesada o una o más partes anatómicas o componentes de la misma. Al menos una parte del producto de tabaco puede estar compuesto de componentes de biomasa o una o más partes anatómicas, tales como ingredientes retirados de la biomasa o una o más partes anatómicas (por ejemplo, mediante extracción, destilación u otros tipos de técnicas de procesado). Al menos una parte del producto de tabaco puede estar compuesto de componentes derivados de biomasa o una o más partes anatómicas, tales componentes recogidos después de someter la biomasa o una o más partes anatómicas a reacción química o después de someter los componentes recogidos de la biomasa o una o más partes anatómicas a reacción química (por ejemplo, condiciones de reacción de ácido/base o tratamiento enzimático).

20 La especie *Nicotiana* puede seleccionarse del tipo de biomasa o parte anatómica que produce. Por ejemplo, las plantas pueden seleccionarse sobre la base que esas plantas producen biomasa o semillas relativamente abundantes, producen biomasa o semillas que incorporan niveles relativamente elevados de componentes deseados específicos y similares.

25 La especie *Nicotiana* de planta puede cultivarse en condiciones agronómicas de modo que potencian el desarrollo de biomasa o una o más partes anatómicas. Las plantas de tabaco pueden cultivarse en invernaderos, cámaras de cultivo o en el exterior en campos o cultivadas de forma cultivo hidropónica.

30 La biomasa o una o más partes anatómicas se cosechan a partir de la especie *Nicotiana* de planta. El modo mediante el cual se cosecha la biomasa o una o más partes anatómicas puede variar. Típicamente, esencialmente toda la biomasa o partes anatómicas puede cosecharse y emplearse como tal.

35 El tiempo de cosecha durante el ciclo de vida de la planta puede variar. Por ejemplo, la biomasa o una o más partes anatómicas pueden cosecharse cuando están inmaduras. Como alternativa, la biomasa o una o más partes anatómicas pueden cosecharse después del momento en el que la planta ha alcanzado su madurez.

40 El procesado post cosecha de biomasa o una o más partes anatómicas puede variar. Después de la cosecha, la biomasa o una o más partes anatómicas o partes de la misma, puede usarse en la forma cosechada (por ejemplo, la biomasa puede usarse sin someterse a ningún curado y/o etapas de envejecimiento). Por ejemplo, la biomasa o una o más partes anatómicas pueden usarse sin someterse a un almacenamiento significativo, manipulación o condiciones de procesado. En ciertas situaciones, es preferente que la biomasa fresca o una o más partes anatómicas se usen prácticamente de forma inmediata después de su cosecha. Como alternativa, por ejemplo, la biomasa o una o más partes anatómicas pueden refrigerarse o congelarse para un uso posterior, liofilizarse, someterse a irradiación, amarillarse, secarse, curarse (por ejemplo, usando técnica de secado al aire o técnicas que emplean la aplicación de calor), calentarse o cocinarse (por ejemplo, tostarse, freírse o hervirse) o someterse, de otro modo, al almacenamiento o tratamiento para un uso posterior.

50 La biomasa o una o más partes anatómicas pueden procesarse físicamente. La biomasa o una o más partes anatómicas o una o más partes de la misma, puede subdividirse adicionalmente en partes o piezas (por ejemplo, la biomasa o semilla puede desmenuzarse, pulverizarse, molerse o triturarse en piezas o partes que pueden caracterizarse como gránulos, partículas o polvos finos). La biomasa o una o más partes anatómicas o una o más partes de la misma, puede someterse a fuerzas externas o presión (por ejemplo, prensándose o sometiéndose a tratamiento con rodillos). Cuando se llevan a cabo tales condiciones de procesado, la biomasa o una o más partes anatómicas pueden tener un contenido húmedo que se aproxima a su contenido de humedad natural (por ejemplo, su contenido de humedad inmediatamente después de su cosecha), un contenido de humedad conseguido mediante la adición de humedad a la biomasa o un contenido de humedad que resulta del secado de la biomasa. Por ejemplo, piezas en polvo, pulverizadas, trituradas o molidas de biomasa o una o más partes anatómicas pueden tener contenidos de humedad inferiores a aproximadamente el 25 por ciento en peso, a menudo inferior a aproximadamente el 20 por ciento en peso y frecuentemente inferior a aproximadamente el 15 por ciento en peso. Pueden usarse partes o piezas de biomasa o una o más partes anatómicas como componentes de productos de tabaco sin procesado adicional o, de modo alternativo, la biomasa en partículas o material de la parte anatómica puede procesarse adicionalmente antes de su incorporación en un producto de tabaco.

65 La biomasa o una o más partes anatómicas cosechadas, componentes de la misma, pueden someterse a otros tipos de condiciones de procesado. Por ejemplo, los componentes de biomasa o una o más partes anatómicas pueden

separarse entre sí o, de otro modo, fraccionarse en clases químicas o mezclas de compuestos individuales. Como se usa en el presente documento, un "componente de biomasa aislado", "componente aislado de una o más partes anatómicas", "aislado de biomasa", o "aislado de una o más partes anatómicas" es un compuesto o mezcla compleja de compuesto separados de biomasa o una o más partes anatómicas de una planta de la especie *Nicotiana*. El

Ejemplos de los tipos de componentes que pueden estar presentes en un aislado de biomasa o un aislado de una o más partes anatómicas incluyen diversos ácidos grasos y diversos triglicéridos. Entre los ácidos grasos ilustrativos se incluyen ácido palmítico, ácido linoleico, ácido oleico, ácido caprílico, ácido mirístico, ácido pentadecanoico, ácido palmítico, ácido hentadecanoico, ácido heptadecenoico, ácido eláidico, gamma-linolénico, ácido araquídico, ácido araquidónico, ácido 11-eicosenoico, ácido 8,11,14-eicosatriénico, ácido 11, 14, 17-eicosatrienoico, ácido 5,8,11,14,17-eicosopentanoico, ácido henicosenoico, ácido lignocérico, ácido 4,7,10,15,19-decosahexanoico y ácido esteárico. Triglicéridos ilustrativos incluyen trilinoleína, palmito-di-linoleína, di-palmito-linoleína, tripalmitina, triestearina y trioleína. Componentes ilustrativos de un aislado de biomasa o un aislado de una o más partes anatómicas también incluyen una variedad de otros compuestos que tiene características de sabor y aroma tales como aminoácidos y diversos polifenoles.

Los procesos de separación típicos pueden incluir una o más etapas de procesado tales como extracción con disolvente, usando disolventes polares, disolventes orgánicos no polares o fluidos supercríticos), cromatografía, destilación, filtración, presión en frío y otras técnicas a base de presión, recristalización y/o división disolvente-disolvente. Disolventes o portadores de extracción y separación ilustrativos incluyen agua, alcoholes (por ejemplo, metanol o etanol), hidrocarburos (por ejemplo, heptano y hexano), cloruro de metileno de dietil éter y dióxido de carbono supercrítico. Técnicas ilustrativas útiles para la extracción de componentes de la especie *Nicotiana* se describen en las Pat. de los EE.UU. n.º 4.144.895 a Fiore; 4.150.677 a Osborne, Jr. y col.; 4.267.847 a Reid; 4.289.147 a Wildman y col.; 4.351.346 a Brummer y col.; 4.359.059 a Brummer y col.; 4.506.682 a Muller; 4.589.428 a Keritsis; 4.605.016 a Soga y col.; 4.716.911 a Poulouse y col.; 4.727.889 a Niven, Jr. y col.; 4.887.618 a Bernasek y col.; 4.941.484 a Clapp y col.; 4.967.771 a Fagg y col.; 4.986.286 a Roberts y col.; 5.005.593 a Fagg y col.; 5.018.540 a Grubbs y col.; 5.060.669 a White y col.; 5.065.775 a Fagg; 5.074.319 a White y col.; 5.099.862 a White y col.; 5.121.757 a White y col.; 5.131.414 a Fagg; 5.131.415 a Munoz y col.; 5.148.819 a Fagg; 5.197.494 a Kramer; 5.230.354 a Smith y col.; 5.234.008 a Fagg; 5.243.999 a Smith; 5.301.694 a Raymond y col.; 5.318.050 a Gonzalez-Parra y col.; 5.343.879 a Teague; 5.360.022 a Newton; 5.435.325 a Clapp y col.; 5.445.169 a Brinkley y col.; 6.131.584 a Lauterbach; 6.298.859 a Kierulff y col.; 6.772.767 a Mua y col.; y 7.337.782 a Thompson. Véase también, los tipos de técnicas de separación que se muestran en Brant y col., LC-GC Europe, pág. 2-5 (marzo, 2002) y Wellings, A Practical Handbook of Preparative HPLC (2006). Además, la biomasa o compuestos de la misma pueden someterse a los tipos de tratamientos que se muestran en Ishikawa y col., Chem. Pharm. Bull., 50, 501-507 (2002); Tienpont y col., Anal. Bioanal. Chem., 373, 46-55 (2002); Ochiai, Gerstel Solutions Worldwide, 6, 17-19 (2006); Coleman, Coleman, y col., J. Sci. Food and Agric., 84, 1223-1228 (2004); Coleman, III y col., J. Sci. Food and Agric., 85, 2645-2654 (2005); Pawliszyn, ed., Applications of Solid Phase Microextraction, RSC Chromatography Monographs, (Royal Society of Chemistry, UK) (1999); Sahraoui y col., J Chrom., 1210, 229-233 (2008); y 5.301.694 a Raymond y col. Véase también, por ejemplo, los tipos de técnicas de procesamiento que se muestran en Frega y col., JAOCS, 68, 29-33 (1991); Patel y col., Tob. Res., 24, 44-49 (1998); Giannelos y col., Ind. Crops Prod., 16, 1-9 (2002); Mukhtar y col., Chinese J. Chem., 25, 705-708 (2007); Stanisavljevic y col., Eur. J. Lipid Sci. Technol., 111, 513-518 (2009).

Se pueden emplear otros métodos de formación de un aislado de biomasa o un aislados de una o más partes anatómicas de tabaco. Por ejemplo, tal método puede producir un aislado que contiene lípidos a partir de una biomasa de tabaco o un origen de parte anatómica. Se describen métodos de extracción de componentes de aceite a partir de biomasa de planta o una o más partes anatómicas, por ejemplo, en las Pat. de los EE.UU. n.º 4.008.210 a Steele y col.; 4.009.290 a Okumori y col.; 4.045.879 a Witte; 4.122.104 a Witte; 4.298.540 a Youn y col.; 4.359.417 a Karnofsky y col.; 4.456.556 a Grimsby; 4.456.557 a Grimsby; 4.466.923 a Friedrich; 4.515.726 a Sullivan; 4.847.106 a Pike y col.; 5.077.071 a Strop; 5.296.621 a Roos y col.; 5.397.571 a Roland y col.; 5.932.095 a Walters y col.; 6.083.729 a Martin y col.; 6.225.483 a Franke; 6.403.126 a Webster y col.; 6.414.172 a Garcés y col.; 6.417.157 a Wadsworth y col.; 6.495.175 a Rao y col.; 6.504.085 a Howard; 6.860.998 a Wilde; 7.074.449 a Holley y col.; y 7.156.981 a Wilde y col.; Publicaciones de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2002/0121628 a Kapila y col.; 2004/0009242 a Krasutsky y col.; 2005/0042347 a Bathurst y col.; 2005/0147722 a Fan y col.; y 2006/0111578 a Arhancet y col.

Los componentes de biomasa o una o más partes anatómicas pueden someterse a condiciones para causar que esos componentes (bien como parte de la biomasa o de una o más partes anatómicas o en forma de un componente aislado) sean sometidos a transformación química. Por ejemplo, un aislado de biomasa o un aislado de una o más partes anatómicas que se ha separado de la biomasa o una o más partes anatómicas puede tratarse para causar una transformación química o puede mezclarse con otros ingredientes. Tal transformación química o modificación puede resultar en cambios de determinadas propiedades químicas y físicas de tal aislado de biomasa o aislado de

una o más partes anatómicas (por ejemplo, atributos sensoriales de tal aislado). Procesos de modificación química ilustrativos pueden llevarse a cabo mediante reacción de ácido/de base, hidrólisis, calentamiento (por ejemplo, un tratamiento térmico en el que el aislado se somete a una temperatura elevada tal como una temperatura de al menos aproximadamente 50 °C o al menos aproximadamente 75 °C o al menos aproximadamente 90 °C) y tratamientos enzimáticos (por ejemplo, usando hidrolasa, glicosidasa o glucosidasa); y como tal, los componentes del aislado pueden ser sometidos a esterificación, transesterificación, conversión isomérica, formación acetal, descomposición acetal y similares. Adicionalmente, diversos componentes de lípidos aislados de la biomasa o una o más partes anatómicas pueden someterse a hidrogenación para alterar el grado de saturación de esos componentes y, de este modo, alterar la forma física o comportamiento de esos componentes.

En un aspecto, la biomasa o una o más partes anatómicas puede prensarse en frío para escurrir los lípidos de la biomasa o una o más partes anatómicas y esos componentes lípidos se recogen y aíslan; o de forma alternativa, la biomasa o una o más partes anatómicas pueden someterse a extracción con disolvente usando un disolvente (por ejemplo, un disolvente polar o un disolvente orgánico no polar) y el extracto resultante se recoge y los componentes extraídos se aíslan. A continuación, cualquiera de los diversos componentes de la biomasa o los componentes de una o más partes anatómicas pueden someterse a tratamiento enzimático para formar un material enzimáticamente tratado. El material enzimáticamente tratado se somete, a continuación, a extracción con disolvente para formar un aislado de biomasa o un aislado de una o más partes anatómicas.

En una realización, el proceso de separación o aislamiento comprende la congelación de la biomasa o una o más partes anatómicas cosechadas o una parte de las mismas para formar una biomasa o material de parte anatómica congelada, el procesamiento de la biomasa o material de parte anatómica congelada en forma de partículas, someter la biomasa de partículas o material de parte anatómica a un tratamiento enzimático para alterar químicamente la biomasa de partículas o material de parte anatómica y extraer la biomasa de partículas o material de parte anatómica con un disolvente para producir un aislado de biomasa o un aislado de una o más partes anatómicas. Entre los tratamientos enzimáticos ilustrativos se incluye el tratamiento con una glicosidasa o una glucosidasa.

La biomasa o una o más partes anatómicas y componentes o aislados de las mismas son útiles como componentes para composiciones de tabaco, en particular, composiciones de tabaco incorporadas en artículos para fumar o productos de tabaco sin humo. La adición de tales componentes a la composición de tabaco puede potenciar una composición de tabaco en una variedad de modos, dependiendo de la naturaleza de la biomasa o aislado de semilla y el tipo de composición de tabaco. Tales componentes ilustrativos pueden servir para proporcionar sabor y/o aroma a un producto de tabaco (por ejemplo, una composición que altere las características sensoriales de las composiciones de tabaco o el humo derivado de las mismas).

La forma del aislado de biomasa o aislado de una o más partes anatómicas puede variar. Típicamente, tal aislado se encuentra en forma sólida, líquida o semisólida o en forma de gel. El aislado de biomasa o de semilla puede usarse en forma concreta, absoluta o pura. Tal aislado puede tener una forma de partículas secas, una forma cerosa o una forma de pasta espesa. Las formas líquidas incluyen aislados contenidos dentro de portadores acuosos o de disolvente orgánico.

La biomasa o una o más partes anatómicas, la biomasa o una o más partes anatómicas procesadas y los aislados de biomasa o los aislados de una o más partes anatómicas pueden emplearse en una variedad de formas. La biomasa de una o más partes anatómicas o un aislado de biomasa de una o más partes anatómicas, puede emplearse como un componente de un tabaco procesado. En un sentido, la biomasa o una o más partes anatómicas o componentes de la misma, puede emplearse en una formulación de abonado superficial o dentro de una formulación de cobertura para la aplicación a una lámina de tabaco (por ejemplo, usando los tipos de formar y métodos que se muestran en la Pat. de los EE.UU. n.º 4.819.668 a Shelar). Como alternativa, la biomasa o una o más partes anatómicas o componentes de la misma, puede emplearse como un ingrediente de un material de tabaco reconstituido (por ejemplo, usando el proceso de reconstitución de tipos de tabaco generalmente mostrados en las Pat. de los EE.UU. n.º 5.143.097 a Sohn; 5.159.942 a Brinkley y col.; 5.598.868 a Jakob; 5.715.844 a Young; 5.724.998 a Gellatly; y 6.216.706 a Kumar). La biomasa o una o más partes anatómicas o componentes de la misma, también puede incorporarse en un filtro de cigarro (por ejemplo, en el envoltorio del filtro, papel de envolver o papel boquilla) o incorporarse en el papel de envolver cigarrillos, preferentemente sobre una superficie interna, durante el proceso de fabricación del cigarro. Un aislado de la biomasa o de la una o más partes anatómicas cuyo aislado tiene una textura cerosa y suave puede usarse como un recubrimiento para la superficie de un producto de tabaco sin humo formado. Un aislado que tiene propiedades adhesivas puede usarse como un adhesivo (o un componente de un adhesivo) o agente aglutinante dentro de los productos de tabaco. Un aislado que tiene un carácter aceitoso o líquido puede usarse como disolvente (por ejemplo, usarse para reemplazar o actuar de forma comparable a, un disolvente de tipo triglicérido; o para reemplazar un disolvente de tipo glicol como un humectante o como un portador para cubrir componentes).

La biomasa o una o más partes anatómicas, la biomasa o una o más partes anatómicas procesadas y los aislados de biomasa o los aislados de una o más partes anatómicas pueden incorporarse en artículos para fumar. La biomasa o una o más partes anatómicas, la biomasa o una o más partes anatómicas procesadas y los aislados de

biomasa o los aislados de una o más partes anatómicas pueden mezclarse con otros componentes que se emplean en la fabricación de productos de tabaco. Tipos ilustrativos de ingredientes adicionales que pueden mezclarse con la biomasa o material de parte anatómica incluyen saborizantes, cargas, aglutinantes, ajustadores de pH, agentes tamponadores, colorantes, adyuvantes de desintegración, antioxidantes, humectantes y conservantes. Mezclas de tabaco representativas, componentes sin tabaco y cigarrillos representativos fabricados a partir de estos, se muestran en las Pat. de los EE.UU. n.º 4.836.224 s Lawson y col.; 4.924.888 a Perfetti y col.; 5.056.537 a Brown y col.; 5.220.930 to Gentry; y 5.360.023 a Blakley y col.; Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2002/0000235 a Shafer y col.; y el documento PCT WO 02/37990. Estos materiales de tabaco también se pueden emplear para la fabricación de esos tipos de cigarrillos que se describen en las Pat. de los EE.UU. n.º 4.793.365 a Sensabaugh; 4.917.128 a Clearman y col.; 4.947.974 a Brooks y col.; 4.961.438 a Korte; 4.920.990 a Lawrence y col.; 5.033.483 a Clearman y col.; 5.074.321 a Gentry y col.; 5.105.835 a Drewett y col.; 5.178.167 a Riggs y col.; 5.183.062 a Clearman y col.; 5.211.684 a Shannon y col.; 5.247.949 a Deevi y col.; 5.551.451 a Riggs y col.; 5.285.798 a Banerjee y col.; 5.593.792 a Farrier y col.; 5.595.577 a Bensalem y col.; 5.816.263 a Counts y col.; 5.819.751 a Barnes y col.; 6.095.153 a Beven y col.; 6.311.694 a Nichols y col.; y 6.367.481 a Nichols y col.; Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2008/0092912 a Robinson y col.; y los documentos PCT WO 97/48294 y PCT WO 98/16125. Véase, también, aquellos tipos de cigarrillos comercializados en el mercado descritos en Chemical and Biological Studies on New Cigarette Prototypes that Heat Instead of Burn Tobacco, R. J. Reynolds Tobacco Company Monograph (1988) and Inhalation Toxicology, 12:5, pág. 1-58 (2000).

La biomasa o una o más partes anatómicas de *Nicotiana*, la biomasa o una o más partes anatómicas procesadas y los aislados de biomasa o los aislados de una o más partes anatómicas pueden incorporarse en productos de tabaco sin humo, tales como tabaco rapé en hebras, tabaco rapé seco en hebras, tabaco de mascar, piezas de tabaco granuladas (por ejemplo, con la forma de pastillas, comprimidos, esferas, monedas, perlas, obloides o granos), extrusionadas o láminas de tabaco formadas, piezas, cañas, cilindros o varillas, polvos triturados divididos finamente, aglomerados divididos o molidos finamente de piezas en polvo y componentes, piezas similares a copos, piezas de tabaco procesado moldeado, piezas de goma de mascar que contiene tabaco, rollos de películas tipo cinta, películas o láminas fácilmente disolventes en agua o dispersables en agua (por ejemplo, la Publicación de Solicitud de Patente de los EE.UU. n.º 2006/0198873 a Chan y col.), o materiales similares a cápsulas que poseen una cubierta exterior (por ejemplo, una cubierta externa flexible o dura que puede ser de naturaleza transparente, incolora, traslúcida o muy coloreada) y una región interna que posee tabaco o sabor a tabaco (por ejemplo un fluido newtoniano o un fluido tixotrópico que incorpora tabaco en alguna forma). Diversos tipos de productos de tabaco sin humo se establecen en las Pat. de los EE.UU. n.º 1.376.586 a Schwartz; 3.696.917 a Levi; 4.513.756 a Pittman y col.; 4.528.993 a Sensabaugh, Jr. y col.; 4.624.269 a Story y col.; 4.987.907 a Townsend; 5.092.352 a Sprinkle, III y col.; y 5.387.416 a White y col.; Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2005/0244521 a Strickland y col. y 2008/0196730 a Engstrom y col.; PCT WO 04/095959 a Arnarp y col.; PCT WO 05/063060 a Atchley y col.; PCT WO 05/016036 a Bjorkholm; y PCT WO 05/041699 a Quinter y col. Véase, los tipos de formulaciones de tabaco sin humo, ingredientes y metodologías de procesamiento que se establecen en las Pat. de los EE.UU. 6.953.040 a Atchley y col. y 7.032.601 a Atchley y col.; Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. N.º 2002/0162562 a Williams; 2002/0162563 a Williams; 2003/0070687 a Atchley y col.; 2004/0020503 a Williams, 2005/0178398 a Breslin y col.; 2006/0191548 a Strickland y col.; 2007/0062549 a Holton, Jr. y col.; 2007/0186941 a Holton, Jr. y col.; 2007/0186942 a Strickland y col.; 2008/0029110 a Dube y col.; 2008/0029116 a Robinson y col.; 2008/0029117 a Mua y col.; 2008/0173317 a Robinson y col.; y 2008/0209586 a Neilsen y col.

El resto de biomasa o material de parte anatómica que permanece después de someter la biomasa o el material de parte anatómica a un proceso de separación (por ejemplo, presión en frío o extracción con disolvente) y retirar alguna parte de la biomasa o una o más partes anatómicas también puede incorporarse en un producto de tabaco, que incluye cualquiera de los productos de tabaco mencionados en el presente documento con respecto a la biomasa o una o más partes anatómicas o aislados de la misma. Por ejemplo, un resto que permanece después de someter a presión en frío la biomasa o una o más partes anatómicas y retirar los componentes de lípidos puede usarse como un componente de una composición de tabaco (por ejemplo, como parte de un material de tabaco reconstituido) e incorporarse en un artículo para fumar o una composición de tabaco sin humo. El resto de pulpa insoluble que permanece después de la extracción con disolvente de una parte soluble en disolvente de una biomasa o material de parte anatómica puede, de otro modo, usarse como un componente de una composición de tabaco.

Determinados aislados, tales como aislados que contiene triglicéridos de biomasa o una o más partes anatómicas, pueden usarse como componentes de cápsulas usadas en artículos para fumar o composiciones de tabaco sin humo. En particular, los aislados que contienen triglicéridos pueden combinarse con un saborizante y usarse como agente de dilución o portador dentro de la carga útil de determinadas cápsulas rompibles. Típicamente, tal cápsula tiene una pared externa y una carga útil interna de líquido, sólido o gel. La carga útil se libera cuando se rompe la pared de la cápsula. Productos de tabaco que contienen cápsulas ilustrativos que podrían incorporarse tales aislados se muestran en la Publicación de Solicitud de Pat. de los EE.UU. n.º 2004/0261807 a Dube y col.; 2005/0066982 a Clark y col.; 2007/0186941 a Holton y col.; 2008/0302373 a Stokes y col.; y 2009/0050163 a Hartmann y col.

## Parte experimental

Los aspectos de la presente invención se ilustran en más detalle mediante el siguiente ejemplo, que se muestra para ilustrar determinados aspectos de la presente invención y no para interpretarse como limitativo del mismo.

5

Ejemplo 1

En conexión con la invención se encuentra que el etanol se forma fácilmente mediante la fermentación de biomasa o semilla transformada o no transformada químicamente o físicamente de la especie *Nicotiana*. Dicho etanol se aísla fácilmente. En conexión con la invención, se encuentra adicionalmente que el ácido cítrico se aísla fácilmente de la biomasa o semilla transformada o no transformada físicamente de la especie *Nicotiana*. En conexión con la invención además se encuentra adicionalmente que el etanol aislado de este modo y el ácido cítrico aislado de este modo se condensan fácilmente a través de una reacción de esterificación para formar citrato de trietilo.

15 En un ejemplo, se cosecha biomasa de plantas *Nicotiana* maduras. La biomasa se acumula envasándola lo suficientemente estrechamente de modo que se obtienen condiciones anaeróbicas que se forman dentro de la acumulación. Se deja proceder la fermentación, con a producción concomitante de etanol mediante diversos microorganismos.

20 En un ejemplo, la biomasa cosechada se procesa físicamente. La biomasa o partes de la misma, se subdivide adicionalmente en partes o piezas (por ejemplo, la biomasa se desmenuza, pulveriza, muele o tritura en piezas de partes que pueden caracterizarse como gránulos, partículas o polvos finos). La biomasa o partes de la misma, se someterse a fuerzas externas o presión (por ejemplo, prensándose o sometándose a tratamiento con rodillos). Tal biomasa procesada se encuentra que es una materia prima adecuada para un proceso de fermentación para la formación de etanol. Tal biomasa procesada se encuentra que es una materia prima adecuada para otro proceso de transformación para el aislamiento de ácido cítrico.

30 Se desvela en el presente documento un artículo de fabricación que comprende citrato de trietilo derivado de plantas o partes de plantas de la especie *Nicotiana* mediante el tratamiento de las plantas o partes de las plantas.

De acuerdo con el ejemplo, las condiciones de fermentación pueden escogerse de acuerdo con la discreción del experto en la técnica, tales condiciones incluyen tales variables como tiempo, temperatura, presión, pH, resistencia iónica, velocidad de mezcla, agitación, lavado de bagazo, aireación entre otros.

35 De acuerdo con el ejemplo, las condiciones para aislar etanol de al menos una parte de una o más plantas de la especie *Nicotiana* pueden escogerse de acuerdo con la discreción de un experto en la técnica, incluyendo condiciones de destilación, filtración u otra separación, entre otros.

40 De acuerdo con el ejemplo, las condiciones para aislar ácido cítrico de al menos una parte de una o más plantas de la especie *Nicotiana* pueden escogerse de acuerdo con la discreción de un experto en la técnica, incluyendo condiciones de destilación, filtración u otra separación, entre otros.

45 De acuerdo con el ejemplo, la condiciones para reaccionar etanol aislado de al menos una parte de una o más plantas de la especie *Nicotiana* con ácido cítrico aislado de al menos una parte de una o más plantas de la especie *Nicotiana* puede escogerse de acuerdo con la discreción de un experto en la técnica, tales denominadas condiciones de reacción incluyen tales variables como el tiempo de reacción, presión de temperatura, pH, resistencia iónica, velocidad de mezcla, agitación, lavado de bagazo, aireación entre otros.

50 De acuerdo con el ejemplo, cualquiera tratamiento industrialmente aceptable, o no tratamiento, de al menos una parte de una o más plantas de la especie *Nicotiana* puede ser adecuado para el uso de al menos una parte de una o más plantas de la especie *Nicotiana* en un método de acuerdo con la invención.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para la producción de citrato de trietilo a partir de una o más plantas del género *Nicotiana*, comprendiendo el método:
- 5            aislar un componente que contiene etanol a partir de biomasa o semilla cosechada de la especie *Nicotiana* sometiendo la biomasa o semilla cosechada o una parte de las mismas a fermentación seguido de presión en frío, extracción con disolvente, cromatografía, destilación, filtración, recristalización, división disolvente-disolvente o una combinación de los mismos para formar un componente que contiene etanol aislado;
- 10          aislar un componente que contiene ácido cítrico de biomasa cosechada o una o más partes anatómicas de la especie *Nicotiana* sometiendo la biomasa cosechada o una o más partes anatómicas o una parte de las mismas a presión en frío, extracción con disolvente, cromatografía, destilación, filtración, recristalización, división disolvente-disolvente o una combinación de los mismos para formar un componente que contiene ácido cítrico aislado;
- 15          reaccionar el componente que contiene etanol con el componente que contiene ácido cítrico en condiciones que favorecen la esterificación, formando, de este modo, un componente que contiene citrato de trietilo.
2. El método de la reivindicación 1, en el que el componente que contiene etanol está derivado de tabaco.
- 20        3. El método de la reivindicación 2, en el que el componente que contiene etanol está derivado de biomasa de tabaco.
4. El método de la reivindicación 1, en el que el componente que contiene ácido cítrico está derivado de tabaco.
- 25        5. El método de la reivindicación 4, en el que el componente que contiene ácido cítrico está derivado de biomasa de tabaco.
6. El método de la reivindicación 1, en el que las condiciones que favorecen la esterificación comprenden una temperatura de entre 25 grados Celsius a 100 grados Celsius.
- 30        7. El método de la reivindicación 1 que comprende adicionalmente la formación o, de otro modo, el procesado adicional de la fracción que contiene citrato de trietilo en un componente de un artículo que contiene tabaco.
8. El método de la reivindicación 7, en el que el componente es un dispositivo para la filtración.
- 35        9. El método de la reivindicación 7, en el que el componente es un saborizante.