



MD 2253 C2 2003.09.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) 2253 (13) C2
(51) Int. Cl.7: A 24 B 3/12, 15/30, 15/32, 15/34, 15/36; C 07 C 27/16, 45/39, 49/115, 49/637; C 07 D 307/92, 311/92

(12) BREVET DE INVENȚIE

Table with 2 columns: (21) Nr. depozit: a 2003 0041; (22) Data depozit: 2003.02.03; (45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2003.09.30, BOPI nr. 9/2003; (71) Solicitanți: "TUTUN-CTC" S.A., MD; INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD; "FITOSIN" S.R.L., MD; (72) Inventatori: PORCESCU Petru, MD; POSTOVOI Alexandru, MD; GRAMA Ion, MD; LEONOV Anatolii, MD; IORGA Tamara, MD; UNGUR Nicon, MD; COLȚA Mihai, MD; VLAD Pavel, MD; KULCIȚKI Veaceslav, MD; BARBA Alic, MD; (73) Titulari: "TUTUN-CTC" S.A., MD; INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD; "FITOSIN" S.R.L., MD

(54) Produs aromatizant pentru tutun de fumat, procedeu de obținere a lui, compoziție aromatică (variante), procedeu de obținere a compoziției pentru produsele de tutunărie (variante)

(57) Rezumat:

1 Invenția se referă la industria tutunului, și anume la tehnica de fabricare a produselor de tutunărie, în special la compoziția acestora și poate fi utilizată pentru îmbunătățirea caracteristicilor lor organoleptice.

Prin adăugare în produsele de tutungerie ce includ amestecul de tutun sosat alcătuit din tipurile de tutun „Virginia”, „Burley”, oriental, tutun reconstituit cu nervuri expandate, cu compoziții aromatice ce conțin ca ingredient activ produsul aromatizant, având în compoziția sa amestec de manoiloxizi, (13S)-8α,13,20,13-dioxido-15,14-bisnorlabdan, 8-epi-norambreinolidă, norambreinolidă și 15,14-bis-

2 norlabd-8(9)-en-7,13-dionă se îmbunătățește aroma și gustul fumului de tutun, realizându-se astfel o armonie desăvârșită cu aroma tutunului.

5 Produsul aromatizant se obține pe baza diterpenoidei labdanice de sclareol prin degradare oxidativă a acesteia cu amestec cromatic în mediu de hidrocarburi C5-C7 („nefras”) sau toluen. Variind cantitatea de oxidant și timpul de reacție, se obțin produse ce diferă în conținutul cantitativ al componentelor, păstrându-se proprietățile lor aromatizante.

10 Revendicări: 7

15

MD 2253 C2 2003.09.30

MD 2253 C2 2003.09.30

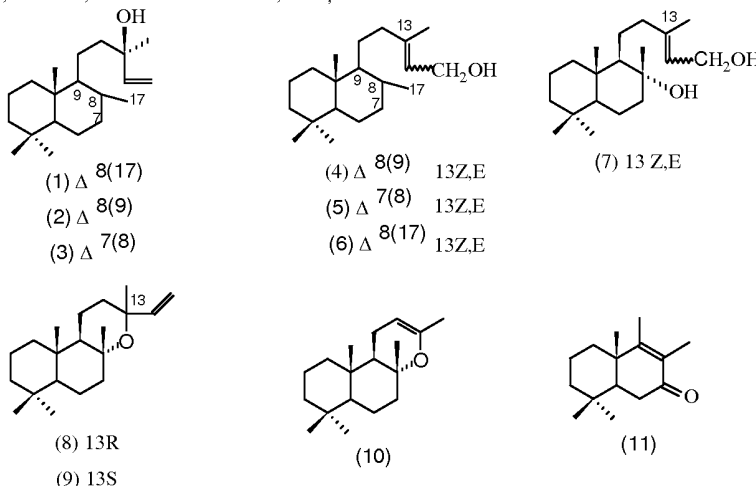
3

Descriere:

Invenția se referă la industria tutunului, și anume la tehnica de fabricare a produselor de tutunărie, în special la compoziția acestora și poate fi utilizată pentru îmbunătățirea caracteristicilor lor organoleptice.

5 Elaborarea compozițiilor produselor de tutunărie ce are ca scop găsirea unei rețete, care să atribuie tutunului de fumat arome cu nuanțe diferite este actuală [1, 2].

Pentru aromatizarea amestecului de tutun se utilizează o gamă mare de produse naturale și sintetice, însă un rol aparte pentru aromatizare îl au compușii din seria diterpenoidelor labdanice și derivații norlabdanici ai acestora cu conținut de C₁₅-C₂₀ atomi de carbon, care atribuie tutunului calitățile organoleptice necesare și dorite [1]. Utilizarea compozițiilor de arome ce conțin în calitate de ingrediente active astfel de compuși labdanici și norlabdanici cum sunt labdadienoli (1)-(7) cu manoiloxizi (8)-(9) și produsul odorant „Ambrial” [3], sclareoloxidul (10) [4] și drim-8(9)-en-7-ona (11) [5] îmbunătățesc aroma și gustul fumului de tutun, însă conferă tutunului o aromă specifică și un caracter unilateral. Mult mai eficiente sunt compozițiile de arome ce conțin amestecurile acestor ingrediente împreună cu alte aromatizante cunoscute pentru aromatizarea tutunului. Dintre acestea fac parte acetatul de amil, butiratul de etil, trans-anetolul, eugenolul, vanilina, uleiul eteric de tutun, esența de rom etc.



15 Soluția cea mai apropiată de obiectele invenției este compoziția cunoscută [6] ce conține amestecul de trei tipuri de tutun „Virginia”, „Burley” și oriental, compozițiile de aromă și sosuri produse de firma olandeză Naarden, extract apos de prune, alcool etilic rectificat, produse de reglare a umidității tutunului (glicerină sau melasă) și apă. Însă în acest caz nu este posibilă realizarea unei armonii desăvârșite dintre aroma proprie a tutunului și cea a aromatizantului sau a compoziției aromatice, întrucât nu poate fi efectuată modificarea conținutului cantitativ și calitativ al ingredientelor compoziției aromatice în funcție de compoziția chimică a tutunului.

20 Problema pe care o rezolvă invenția constă în extinderea gamei compozițiilor aromatice și produselor de tutunărie aromatizate prin elaborarea procedeele de obținere a produselor aromatizante, compozițiilor pentru aromatizarea tutunului, care să realizeze ca rezultat al utilizării acestora o armonie perfectă între aroma proprie a tutunului și cea a aromatizantului modificând conținutul cantitativ și calitativ al ingredientelor compoziției aromatice în funcție de compoziția chimică și calitățile organoleptice ale tutunului.

25 Esența invenției constă în obținerea unui nou produs aromatizant pentru tutun (în continuare produs aromatizant „Tabarom”), care reprezintă un amestec de derivați C₁₆ - C₂₀ ai sclareolului (12) format din 13(R)-8,13-oxidolabd-14-enă (manoiloxid), 13(S)-8,13-oxidolabd-14-enă (13-*epi*-manoiloxid), (13S)-8 α ,13,20,13-dioxido-15,14-bisnorlabdan, 8-*epi*-norambreinolidă, norambreinolidă și 15,14-bisnorlabd-8(9)-en-7,13-dionă. Produsul aromatizant „Tabarom” se obține prin degradarea oxidativă a sclareolului cu amestec cromatic, componența cantitativă a produsului aromatizant fiind determinată de cantitatea de oxidant și timpul reacției.

30 Produsul aromatizant „Tabarom” a fost inclus în componența unor compoziții aromatice pentru produsele de tutunărie, care suplimentar mai includ labdadienoli cu manoiloxizi, sclareoloxid, produs odorant „Ambrial”, ulei eteric de tutun, trans-anetol sau ulei eteric de fenicol, acetat de amil, butirat de etil, eugenol, vanilină, esența de rom. Introducerea uleiului eteric de fenicol este determinată de faptul că componentul predominant este trans-anetolul.

40 Compozițiile de arome menționate au fost utilizate în calitate de aromatizante în procedeul pentru obținerea produselor de tutunărie, care cuprinde procesele de pregătire a materiei prime de tutun, sosare și aromatizare a amestecului de tutun. În calitate de materie primă a fost utilizat amestecul de tutun format din tutun „Virginia”, tutun „Burley”, tutun oriental, tutun reconstituit și nervuri expandate, sosarea acestuia efectuându-se separat, și anume tutunurile „Virginia” și oriental fiind sosate cu o compoziție formată din extract de lemn dulce, zahăr sau melasă,

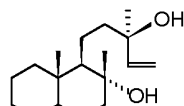
MD 2253 C2 2003.09.30

4

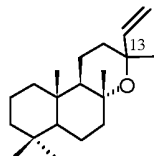
extract de prune sau de mere (sau amestecul ambelor extracte în raport de 1:1), benzoat de sodiu, acid citric, oxid de magneziu, citrat de potasiu, propilenglicol și apă, iar tutunul de tip „Burley” cu o compoziție de sos formată din extract de lemn dulce, cacao, zahăr sau melasă, sorbitol, extract de prune, benzoat de sodiu, cafea solubilă, acid citric, oxid de magneziu, citrat de potasiu, propilenglicol și apă.

5 Efectul plăcut al aromei se realizează prin utilizarea în compoziția aromatică a produsului aromatizant „Tabarom” cu conținut de C₁₆ - C₂₀ atomi de carbon, el fiind obținut prin degradarea oxidativă a diterpenoidei labdanice sclareol (12) izolat din deșeurile rămase la obținerea uleiului volatil de salvie [1]. Produsul aromatizant „Tabarom” ce conține
10 componentele (8), (9), (13)–(15) identificate în materialele vegetale este utilizat pentru prima dată în calitate de aromatizant pentru tutun. Datele prezentate în tabelul 1 arată ca componența chimică calitativă a produsului aromatizant „Tabarom” obținut, nu este influențată de cantitatea de oxidant utilizată pentru transformarea sclareolului (12), cât și de durata timpului reacției de oxidare, în schimb variază componența cantitativă.

Pentru obținerea produsului aromatizant „Tabarom” sclareolul (12) inițial a fost supus transformărilor oxidative cu amestec cromatic în mediu de hidrocarburi C₅-C₇ sau toluen. În funcție de cantitatea de oxidant și timpul reacției de oxidare, au fost obținute câteva produse aromatizante cu același conținut calitativ. Analiza cantitativă și calitativă a
15 celor trei produse aromatizante obținute a fost determinată prin metoda cromatografică cu gaz la un cromatograf „Chrom 5” cu integrator CI-100A, detector de ionizare în flacără, coloană de sticlă (3 x 2500 mm), umplută cu HROMATON AW DMCS, 5% fază staționară DC 550, la temperatura de 225°C, gaz-eluent heliu cu presiunea 1,4 x 10⁵ Pa. Principalele componente identificate în cele trei produse aromatizante conform analizei cromatografice cu gaz
20 sunt: 13(R)-8,13-oxidolabd-14-ena (manoiloxidul) (8), 13(S)-8,13-oxidolabd-14-ena (13-*epi*-manoiloxidul) (9), (13S)-8 α ,13,20,13-dioxido-15,14-bisnorlabdanul (13), 8-*epi*-norambreinolida (14), norambreinolida (15), 15,14-bisnorlabd-8(9)-en-7,13-diona (16) și un amestec de compuși norlabdanici în cantități minore cu structură necunoscută, cantitatea căruia în produsele aromatizante nr.1, nr. 2 și nr. 3 constituie respectiv 1,6%, 2,3% și 5,4%. (13S)-8 α ,13,20,13-Dioxido-15,14-bisnorlabdanul (13) posedă miros puternic de ambră, iar ultimii doi compuși, norambreinolida (15) și 15,14-bisnorlabd-8(9)-en-7,13-diona (16) sunt componente naturale ale tutunului de tip oriental de calitate superioară
25 [1].

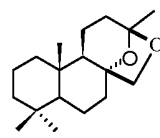


(12)

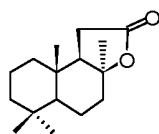


(8) 13 R

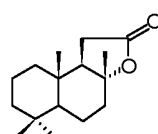
(9) 13 S



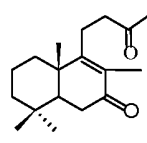
(13)



(14)



(15)



(16)

MD 2253 C2 2003.09.30

5

Tabelul 1

Componența chimică a produsului aromatizant „Tabarom”

| Nr. d/o | Produsele aromatizante analizate | Conținutul componentelor, % | | | | | |
|---------|----------------------------------|-----------------------------|-----|------|------|------|------|
| | | (8) | (9) | (13) | (14) | (15) | (16) |
| 1. | „Tabarom” 1 | 0,8 | 1,5 | 2,1 | 9,5 | 78,5 | 6,0 |
| 2. | „Tabarom” 2 | 1,8 | 1,5 | 1,7 | 11,2 | 78,1 | 3,4 |
| 3. | „Tabarom” 3 | 6,5 | 6,3 | 5,0 | 4,0 | 71,0 | 1,8 |

5

Pentru obținerea unui amestec de tutun cu o combustibilitate bună și un gust ușor și plăcut propriu tutunului de calitate superioară, acesta este supus procesului de sosare, care totodată micșorează și senzația iritantă a tutunului. Compozițiile de sos pot fi utilizate atât pentru sosarea întregului amestec de tutun, cât și pentru sosarea fiecărui tip de tutun aparte [7]. S-a stabilit că rezultate mai bune se obțin dacă compozițiile de sosuri utilizate pentru sosarea amestecului de tutun tip „Virginia” și oriental sunt diferite de cele utilizate pentru sosarea tutunului de tip „Burley”, iar procesele de sosare sunt efectuate separat și în funcție de compoziția chimică a tutunurilor, adică de conținutul de nicotină, hidrați de carbon, proteine, uleiuri eterice. Unele dintre componentele de bază ale compozițiilor de sosare elaborate sunt zaharoza, melasa, extractele de lemn dulce, prune, pere și mere, extractele de cacao și cafea, iar o combustibilitate mai bună a amestecului de tutun se realizează prin adăos de acid citric și săruri de potasiu și magneziu ale acestuia. Sorbitolul și propilenglicolul se folosesc ca umectanți.

10

15

Amestecul de tutun „Virginia” și oriental s-a sosat cu o compoziție de sos cu următoarea proporție a ingredientelor (% de masă):

| | | |
|----|--|--------------|
| | extract de lemn dulce | 0,94...1,56 |
| | zahăr sau melasă | 6,56...10,94 |
| 20 | extract de prune sau de mere sau amestecul acestora în raport de 1:1 | 5,63...9,38 |
| | cafea solubilă | 0,19...0,31 |
| | benzoat de sodiu | 0,09...0,16 |
| | acid citric | 0,48...0,81 |
| 25 | oxid de magneziu | 0,09...0,16 |
| | citrat de potasiu | 0,56...0,94 |
| | propilenglicol | 5,63...9,38 |
| | apă | restul. |

Tutunul „Burley” s-a sosat cu o compoziție de sos cu următoarea proporție a ingredientelor (% de masă):

| | | |
|----|-----------------------|-------------|
| 30 | extract de lemn dulce | 0,31...0,51 |
| | cacao | 0,68...1,14 |
| | zahăr sau melasă | 3,41...5,68 |
| | sorbitol | 1,91...3,18 |
| 35 | extract de prune | 1,70...2,84 |
| | benzoat de sodiu | 0,03...0,06 |
| | cafea solubilă | 0,17...0,28 |
| | acid citric | 0,10...0,16 |
| | oxid de magneziu | 0,02...0,03 |
| 40 | citrat de potasiu | 0,11...0,19 |
| | propilenglicol | 2,55...3,82 |
| | apă | restul. |

Pentru aromatizare se folosește un amestec de tutun, utilizat la fabricarea produselor de tutunărie aromatizate, conținând trei tipuri de tutun „Virginia”, „Burley” și oriental cu adaos de tutun reconstituit și nervuri expandate, alegând proporțiile celor patru componente dintre următoarele posibilități, în % de masă:

| | | |
|----|--------------------|---------|
| 45 | tutun „Virginia” | 35...55 |
| | tutun „Burley” | 20...40 |
| | tutun oriental | 8...30 |
| | tutun reconstituit | 7...10 |
| 50 | nervuri expandate | 4...10. |

Utilizarea produsului aromatizant „Tabarom” pentru aromatizarea tutunului poate fi realizată prin pulverizarea uniformă a cantității de 1,5% de soluție cu concentrația de 0,007% a acestuia în alcool de 96%. Cele mai bune rezultate se obțin prin utilizarea produsului aromatizant „Tabarom” în compoziții de aromă, ce conțin și alte aromatizante cunoscute pentru aromatizarea tutunului cu următoarea proporție a ingredientelor (% de masă):

| | | |
|----|-----------------------------|---------------|
| 55 | labdadienoli cu manoiloxizi | 0,050...2,400 |
| | sclareoloxid | 0,020...1,500 |

MD 2253 C2 2003.09.30

6

| | | |
|----|---|---------------|
| | produs odorant "Ambrial" | 0,040...2,500 |
| | produs aromatizant „Tabarom” | 0,050...1,500 |
| | ulei eteric de tutun | 0,020...2,550 |
| | trans-anetol sau ulei eteric de fenicol | 0,010...1,600 |
| 5 | acetat de amid | 0,040...1,700 |
| | butirat de etil | 0,050...2,500 |
| | eugenol | 0,001...0,550 |
| | vanilină | 0,020...2,200 |
| | esență de rom | 0,010...2,500 |
| 10 | alcool etilic | restul. |

Introducerea uleiului eteric de fenicol este determinată de faptul că componentul predominant este trans-anetolul.

Compoziția aromatică se obține prin amestecarea tuturor componentelor ei. Procesul de aromatizare se realizează în spațiul închis al unui tambur rotativ pentru o distribuție uniformă a aromei pe toată masa amestecului de tutun sosat. Probele de tutun se maturează timp de 24 ore în camere închise, din care apoi se confecționează țigări cu filtru, calitățile organoleptice ale cărora au fost comparate cu cele ale țigărilor confecționate din tutun care n-a fost prelucrat cu compoziții de sosare și aromatizare.

Exemple de realizare a invenției:

Exemplul 1. Procedeu de obținere a produsului aromatizant

1.a) „Tabarom” 1

20 Intr-un balon cu volumul de 1 litru echipat cu un agitator ce conține amestec cromic alcătuit din 66 g de bicromat de sodiu ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), 90 g de acid sulfuric (H_2SO_4) concentrat și 70 ml de apă, se picură prin agitare soluția formată din 20 g sclareol (12) dizolvat în 100 ml acid acetic glacial. Amestecul de reacție se agită timp de 6 ore la temperatura de 20°C. După aceasta la amestecul de reacție se adaugă 120 ml de hidrocarburi $\text{C}_5\text{-C}_7$ sau toluen și se prelungește agitarea timp de 15 min, apoi se separă stratul organic de cel apos. Stratul organic se spală cu apă (2 x 20 ml), apoi cu soluție apoasă de 10% de hidroxid de potasiu (KOH) (20 ml), apă (2 x 20 ml), se usucă pe sulfat de sodiu (Na_2SO_4) anhidru, se filtrează, iar solventul se distilează. Se obține 12 g (60%) de produs aromatizant.

1.b) „Tabarom” 2

30 Intr-un balon cu volumul de 1 litru echipat cu un agitator ce conține amestec cromic alcătuit din 66 g de bicromat de sodiu ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), 90 g de acid sulfuric (H_2SO_4) concentrat și 70 ml de apă, se picură prin agitare soluția formată din 20 g sclareol (12) dizolvat în 100 ml acid acetic glacial. Amestecul de reacție se agită timp de 3 ore la temperatura de 20°C. Apoi la amestecul de reacție se adaugă 120 ml de hidrocarburi $\text{C}_5\text{-C}_7$ sau toluen și se prelungește agitarea timp de 15 min, după care se separă stratul organic de cel apos. Stratul organic se spală cu apă (2 x 20 ml), apoi cu soluție apoasă de 10% de hidroxid de potasiu (KOH) (20 ml), apă (2 x 20 ml), se usucă pe sulfat de sodiu (Na_2SO_4) anhidru, se filtrează, iar solventul se distilează. Se obține 10,8 g (54%) de produs aromatizant.

1.c) „Tabarom” 3

35 Intr-un balon cu volumul de 1 litru echipat cu un agitator ce conține amestec cromic alcătuit din 33 g de bicromat de sodiu ($\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), 45 g de acid sulfuric (H_2SO_4) concentrat și 35 ml de apă, se picură prin agitare soluția formată din 20 g sclareol (12) dizolvat în 50 ml acid acetic glacial. Amestecul de reacție se agită timp de 6 ore la temperatura de 20°C. Apoi la amestecul de reacție se adaugă 60 ml de hidrocarburi $\text{C}_5\text{-C}_7$ sau toluen și se prelungește agitarea timp de 40 15 min, după care se separă stratul organic de cel apos. Stratul organic se spală cu apă (2 x 20 ml), apoi cu soluție apoasă de 10% de hidroxid de potasiu (KOH) (20 ml), apă (2 x 20 ml), se usucă pe sulfat de sodiu (Na_2SO_4) anhidru, se filtrează, iar solventul se distilează. Se obține 10,6 g (53%) de produs aromatizant.

Exemplul 2. Procedeu de obținere a compoziției pentru produsele de tutunărie (variante 1)

45 În prealabil amestecul de tutun se umectează până la umiditatea de 14...15% la temperaturi de 65...70°C. Amestecul de tutun "Virginia" și oriental este sosat cu o cantitate de 4% sos, având următoarea compoziție (% de masă):

| | | |
|----|---|---------|
| | extract de lemn dulce | 1,25 |
| | melasă sau zahăr | 8,75 |
| | extract de prune sau de mere | |
| 50 | sau amestecul acestora în raport de 1:1 | 7,50 |
| | cafea solubilă | 0,25 |
| | benzoat de sodiu | 0,13 |
| | acid citric | 0,65 |
| | oxid de magneziu | 0,13 |
| 55 | citrat de potasiu | 0,75 |
| | propilenglicol | 7,50 |
| | apă | restul, |

MD 2253 C2 2003.09.30

7

iar tutunul „Burley” este sosat cu o cantitate de 4% sos, având următoarea compoziție (% de masă):

| | | |
|----|---|---------|
| | extract de lemn dulce | 0,41 |
| | cacao | 0,91 |
| 5 | zahăr sau melasă | 4,55 |
| | sorbitol | 2,55 |
| | extract de prune sau de mere sau amestecul lor în raportul 1:1 | 2,27 |
| | benzoat de sodiu | 0,05 |
| 10 | cafea solubilă | 0,23 |
| | acid citric | 0,13 |
| | oxid de magneziu | 0,03 |
| | citrat de potasiu | 0,15 |
| | propilenglicol | 3,18 |
| | apă | restul, |

15 fiind apoi supus tostării la temperatura de 160 °C timp de 10 min.

După sosare se pregătește următorul amestec de tutun sosat (% de masă):

| | | |
|----|--------------------|----|
| | tutun “Virginia” | 45 |
| | tutun “Burley” | 30 |
| | tutun oriental | 10 |
| 20 | tutun reconstituit | 5, |

care se lasă pentru maturare timp de 30...60 min, după care se taie și se usucă până la umiditate de 13,5...15,0%, adăugându-se apoi la amestecul de tutun 10 % de nervură expandată.

Amestecul de tutun sosat obținut este aromatizat cu o cantitate de 1,5% soluție alcoolică ce conține 0,007% de produs aromatizant „Tabarom”, după care compoziția obținută de tutun sosat și aromatizat este lăsată pentru maturare timp de 24...48 ore într-o cameră închisă. Din produsul final ulterior se confecționează țigărete cu filtru, fumul cărora posedă o aromă plăcută de tutun pentru țigări de foi.

25

Exemplul 3. Procedeu de obținere a compoziției pentru produsele de tutunărie (varianta 2)

Amestecul de tutun sosat obținut ca în exemplul 2 este aromatizat cu o cantitate de 1,5% de compoziție aromatică, având următoarea proporție a ingredientelor (% de masă):

| | | |
|----|---|---------|
| 30 | produs aromatizant „Tabarom” 1 | 0,20 |
| | ulei eteric de tutun | 0,40 |
| | trans-anetol sau ulei eteric de fenicol | 0,20 |
| | acetat de amil | 0,20 |
| | butirat de etil | 0,40 |
| 35 | eugenol | 0,01 |
| | vanilină | 0,20 |
| | esență de rom | 0,24 |
| | alcool etilic | restul, |

40 prin pulverizarea uniformă a amestecului de tutun, după care compoziția obținută de tutun sosat și aromatizat este lăsată pentru maturare timp de 24...48 ore într-o cameră închisă. Din produsul final s-au confecționat ulterior țigărete cu filtru, fumul cărora posedă o aromă plăcută cu nuanță de fructe și un gust fin caracteristic tutunului pentru țigări de foi.

Exemplul 4. Procedeu de obținere a compoziției pentru produsele de tutunărie (varianta 3)

Amestecul de tutun sosat obținut ca în exemplul 2 este aromatizat cu o cantitate de 1,5% de compoziție aromatică, având următoarea proporție a ingredientelor (% de masă):

| | | |
|----|---|---------|
| 45 | labdadienoli cu manoiloxizi | 0,40 |
| | sclareoloxid | 0,20 |
| | produs odorant “Ambrial” | 0,40 |
| | produs aromatizant „Tabarom” 1 | 0,20 |
| 50 | ulei eteric de tutun | 0,40 |
| | trans-anetol sau ulei eteric de fenicol | 0,20 |
| | acetat de amil | 0,20 |
| | butirat de etil | 0,40 |
| | eugenol | 0,01 |
| 55 | vanilină | 0,20 |
| | esență de rom | 0,24 |
| | alcool etilic | restul. |

60 Probele de tutun sosat prelucrat cu compoziția aromatică se maturează timp de 24...48 ore în camere închise, din care apoi se confecționează țigări cu filtru, calitățile organoleptice ale cărora au fost comparate cu cele ale țigărilor confecționate din tutun prelucrat cu compoziții aromatice ce nu conțin produs aromatizant „Tabarom” 1-3. Rezultatele

MD 2253 C2 2003.09.30

8

testărilor efectuate au arătat că produsul aromatizant „Tabarom” atribuie tutunului de fumat o aromă plăcută de flori caracteristică tutunurilor orientale cu nuanță de fructe și gust fin caracteristic tutunului pentru țigări de foi. Produsul aromatizant „Tabarom” posedă o intensitate a aromei considerabilă cu care acesta stimulează simțul olfactiv, fiind

5 Astfel, produsul aromatizant „Tabarom” elaborat prezintă interes pentru aromatizarea tutunului și poate fi utilizat ca ingredient al compozițiilor aromatice pentru îmbunătățirea calităților organoleptice ale tutunului de fumat și fabricarea din el a produselor de tutunărie de calitate superioară.

10

(57) Revendicări:

1. Produs aromatizant pentru tutun de fumat, conținând următoarele ingrediente (% de masă):

| | | |
|----|--|-------------|
| | 13(R)-8,13-oxidolabd-14-enă (manoiloxid) | 0,8...6,5 |
| 15 | 13(S)-8,13-oxidolabd-14-enă (13- <i>epi</i> -manoiloxid) | 1,5...6,3 |
| | (13S)-8 α ,13,20,13-dioxido-15,14-bisnorlabdan | 2,1...5,0 |
| | 8- <i>epi</i> -norambreinolidă | 9,5...4,0 |
| | norambreinolidă | 78,5...71,0 |
| | 15,14-bisnorlabd-8(9)-en-7,13-dionă | 6,0...1,8 |
| 20 | amestec de derivați norlabdanici | 1,6...5,4 |

2. Procedeu de obținere a produsului aromatizant definit în revendicarea 1, care include adăugarea treptată a sclareolului dizolvat în acid acetic la o soluție de amestec cromic, reieșind din raportul ponderal sclareol : CrO₃, respectiv, de 1,0 : (1,2...2,5), agitarea amestecului reactant obținut timp de 3...6 ore la temperaturi de 15...25°C, urmată de extracția cu un solvent aromatic sau hidrocarburic C₅-C₇, spălarea extractului și distilarea solventului.

25 3. Compoziție aromatică pentru aromatizarea amestecului de tutun având următorul raport al ingredientelor, în % de masă:

| | | |
|----|---|---------------|
| | produs aromatizant definit în rev.1 | 0,010...1,500 |
| | ulei eteric de tutun | 0,020...2,550 |
| | trans-anetol sau ulei eteric de fenicol | 0,010...1,600 |
| | acetat de amil | 0,040...1,700 |
| 30 | butirat de etil | 0,050...2,500 |
| | eugenol | 0,001...0,550 |
| | vanilină | 0,020...2,200 |
| | esență de rom | 0,010...2,500 |
| | alcool etilic | restul. |

35 4. Compoziție aromatică pentru aromatizarea amestecului de tutun având următorul raport al ingredientelor, în % de masă:

| | | |
|----|---|--------------|
| | produs aromatizant definit în rev.1 | 0,01...1,50 |
| | labdadienoli cu manoiloxizi | 0,05...2,50 |
| | sclareoloxid | 0,02...1,50 |
| 40 | produs odorant “Ambrial” | 0,04...2,50 |
| | ulei eteric de tutun | 0,02...2,55 |
| | trans-anetol sau ulei eteric de fenicol | 0,01...1,60 |
| | acetat de amil | 0,04...1,70 |
| | butirat de etil | 0,05...2,50 |
| 45 | eugenol | 0,001...0,55 |
| | vanilină | 0,02...2,20 |
| | esență de rom | 0,01...2,50 |
| | alcool etilic | restul. |

50 5. Procedeu de obținere a compoziției pentru produsele de tutunărie care include pregătirea materiei prime de tutun, sosarea, aromatizarea amestecului de tutun, **caracterizat prin aceea că** în calitate de materie primă de tutun se utilizează următoarele tipuri de tutun (% de masă):

| | | |
|----|--------------------|---------|
| | tutun “Virginia” | 35...55 |
| | tutun “Burley” | 20...40 |
| | tutun oriental | 8...30 |
| 55 | tutun reconstituit | 7...10 |
| | nervuri expandate | 4...10, |

sosarea tutunului efectuându-se separat, și anume tutunurile “Virginia” și oriental sunt sosate cu o cantitate de 3,1...4,2% de sos, având următoarea compoziție (% de masă):

| | | |
|----|-----------------------|--------------|
| 60 | extract de lemn dulce | 0,94...1,56 |
| | zahăr sau melasă | 6,56...10,94 |

MD 2253 C2 2003.09.30

9

| | | |
|----|---|--------------|
| | extract de prune sau de mere | |
| | sau amestecul lor in raport de 1:1 | 5,63...9,38 |
| | cafea solubilă | 0,19...0,31 |
| 5 | benzoat de sodiu | 0,09...0,16 |
| | acid citric | 0,48...0,81 |
| | oxid de magneziu | 0,09...0,16 |
| | citrat de potasiu | 0,56...0,94 |
| | propilenglicol | 5,63...9,38 |
| | apă | restul, |
| 10 | iar tutunul "Burley" este sosat cu o cantitate de 8...12% de sos, având următoarea compoziție (% de masă): | |
| | extract de lemn dulce | 0,31...0,51 |
| | cacao | 0,68...1,14 |
| | zahăr sau melasă | 3,41...5,68 |
| | sorbitol | 1,91...3,18 |
| 15 | extract de prune sau de mere | |
| | sau amestecul lor in raport de 1:1 | 1,70...2,84 |
| | benzoat de sodiu | 0,03...0,06 |
| | cafea solubilă | 0,17...0,28 |
| | acid citric | 0,10...0,16 |
| 20 | oxid de magneziu | 0,02...0,03 |
| | citrat de potasiu | 0,11...0,19 |
| | propilenglicol | 2,55...3,82 |
| | apă | restul, |
| 25 | amestecul de tutun se aromatizează cu o cantitate de 1,1...1,5% de soluție ce conține 0,005...1,5% de produs aromatizant definit in rev.1 dizolvat intr-un solvent volatil. | |
| | 6. Procedeu de obținere a compoziției pentru produse de tutunărie care include pregătirea materiei prime de tutun, sosarea, aromatizarea amestecului de tutun, caracterizat prin aceea că în calitate de materie primă de tutun se utilizează următoarele tipuri de tutun (% de masă): | |
| 30 | tutun "Virginia" | 35...55 |
| | tutun "Burley" | 20...40 |
| | tutun oriental | 8...30 |
| | tutun reconstituit | 7...10 |
| | nervuri expandate | 4...10, |
| 35 | sosarea se efectuează separat și anume tutunurile "Virginia" și oriental sunt sosate cu o cantitate de 3,1...4,2 % de sos, având următoarea compoziție (% de masă): | |
| | extract de lemn dulce | 0,94...1,56 |
| | melasă | 6,56...10,94 |
| | extract de prune sau de mere | |
| | sau amestecul lor in raport de 1:1 | 5,63...9,38 |
| 40 | cafea solubilă | 0,19...0,31 |
| | benzoat de sodiu | 0,09...0,16 |
| | acid citric | 0,48...0,81 |
| | oxid de magneziu | 0,09...0,16 |
| | citrat de potasiu | 0,56...0,94 |
| 45 | propilenglicol | 5,63...9,38 |
| | apă | restul, |
| | iar tutunul "Burley" este sosat cu o cantitate de 8...12% de sos, având următoarea compoziție (% de masă): | |
| | extract de lemn dulce | 0,31...0,51 |
| | cacao | 0,68...1,14 |
| 50 | zahăr sau melasă | 3,41...5,68 |
| | sorbitol | 1,91...3,18 |
| | extract de prune sau de mere | |
| | sau amestecul lor in raport de 1:1 | 1,70...2,84 |
| | benzoat de sodiu | 0,03...0,06 |
| 55 | cafea solubilă | 0,17...0,28 |
| | acid citric | 0,10...0,16 |
| | oxid de magneziu | 0,02...0,03 |
| | citrat de potasiu | 0,11...0,19 |
| | propilenglicol | 2,55...3,82 |
| 60 | apă | restul, |
| | amestecul de tutun se aromatizează cu o cantitate de 1,1...1,5% de compoziție aromatică definită în rev. 3. | |

MD 2253 C2 2003.09.30

10

7. Procedeu de obținere a compoziției pentru produse de tutunărie care include pregătirea materiei prime de tutun, sosarea, aromatizarea amestecului de tutun, **caracterizat prin aceea că** în calitate de materie primă de tutun se utilizează următoarele tipuri de tutun (% de masă):

| | | |
|----|---|--------------|
| 5 | tutun "Virginia" | 35...55 |
| | tutun "Burley" | 20...40 |
| | tutun oriental | 8...30 |
| | tutun reconstituit | 7...10 |
| | nervuri expandate | 4...10, |
| 10 | sosarea se efectuează separat și anume tutunurile "Virginia" și oriental sunt sosate cu cantitatea de 3,1...4,2% de sos, având următoarea compoziție (% de masă): | |
| | extract de lemn dulce | 0,94...1,56 |
| | melasă | 6,56...10,94 |
| | extract de prune sau de mere sau amestecul lor în raport de 1:1 | 5,63...9,38 |
| 15 | cafea solubilă | 0,19...0,31 |
| | benzoat de sodiu | 0,09...0,16 |
| | acid citric | 0,48...0,81 |
| | oxid de magneziu | 0,09...0,16 |
| | citrat de potasiu | 0,56...0,94 |
| 20 | propilenglicol | 5,63...9,38 |
| | apă | restul, |
| | iar tutunul "Burley" este sosat cu o cantitate de 8...12% de sos, având următoarea compoziție (% de masă): | |
| | extract de lemn dulce | 0,31...0,51 |
| 25 | cacao | 0,68...1,14 |
| | zahăr sau melasă | 3,41...5,68 |
| | sorbitol | 1,91...3,18 |
| | extract de prune sau de mere sau amestecul lor în raport de 1:1 | 1,70...2,84 |
| 30 | benzoat de sodiu | 0,03...0,06 |
| | cafea solubilă | 0,17...0,28 |
| | acid citric | 0,10...0,16 |
| | oxid de magneziu | 0,02...0,03 |
| | citrat de potasiu | 0,11...0,19 |
| | propilenglicol | 2,55...3,82 |
| 35 | apă | restul, |
| | amestecul de tutun se aromatizează cu o cantitate de 1,1...1,5% de compoziție aromatică definită în rev. 4. | |

(56) Referințe bibliografice:

1. Влад П.Ф., Колпа М.Н. Синтез и применение душистых веществ из ладановых дитерпенодов, Кишинев, ПГПИИ, 1988, с. 182
2. Eliu-Ceașescu V., Rădoiș G., Cădariu T. Odorante și aromatizante. Chimie, tehnologie și aplicații, TEHNICĂ, București, 1988
3. MD 216 C2 1995.06.30
4. MD 217 C2 1995.06.30
5. MD 235 C2 1995.07.31
6. SU 927220 A 1982.05.15
7. Луганская Л.Н. Соусирование и ароматизация табачного сырья, ЦИПТИ, Москва, 1968

Șef Secție: EGOROVA Tamara

Examinator: GROSU Petru

Redactor: LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

| | | |
|---|--|-----------------------------|
| (21) Nr. depozit: a 2003 0041 | | |
| (22) Data depozit: 2003.02.03 | | |
| (51) ⁷ : A 24 B 3/12, 15/28, 15/30, 15/32, 15/34, 15/36; C 07 C 27/16, 35/36, 45/39, 49/115, 49/637; C 07 D 307/92, 311/92; B 01 J 31/30 | | |
| Alți indici de clasificare: | | |
| (54) Titlul : Produs aromatizant pentru tutun de fumat, procedeu de obținere a lui, compoziție de aromă (variante), procedeu de obținere a compoziției pentru produsele de tutungerie (variante) | | |
| (71) Solicitantul : "TUTUN-CTC" S.A., MD; INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD; "FITOSIN" S.R.L., MD | | |
| Termeni caracteristici : | | |
| a) limba română: aromatizarea tutunului, sclareoloxid, labdadienoli | | |
| b) limba engleză: flowering, sclarenol | | |
| I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl.- 7) | | |
| Int. Cl. ⁷ A 24 B 3/12, 15/28, 15/30, 15/32, 15/34, 15/36; C 07 C 27/16, 35/36, 45/39, 49/115, 49/637; C 07 D 307/92, 311/92; B 01 J 31/30 | | |
| MD baza de date 1994-2003 | | |
| EA colecția de Buletine Oficiale 1995-2003 | | |
| SU colecția de certificate de autor 1970-2003 | | |
| II. Literatura tehnico-științifică consultată adăugător la minim de documentație (autori, titluri, editura, țara și data publicării) | | |
| 1. ВЛАД П.Ф., КОЛЦА М.Н. Синтез и применение душистых веществ из лабдановых дитерпеноидов, «Штиинца», Кишинев, 1988,с. 182 | | |
| 2. ЛУГАНСКАЯ Л.Н. Соусирование и ароматизация табачного сырья, ЦИНТИ, Москва, 1968 | | |
| 3. ELIU-CEAUȘESCU V., RADOIAȘ G., CĂDARIU T. Odorante și aromatizante. Chimie, tehnologie și aplicații, Tehnica, București, 1988 | | |
| III. Baze de date electronice consultate (denumirea BD și termen de documentare) | | |
| ■ BD FIPS (RU) | | |
| ■ Oficiul European de Brevete (ep. espacenet.com) | | |
| ■ SUA (www.uspto.gov) | | |
| ■ Romania (www.osim.ro) | | |
| CD-rom (Rusia, SUA) | | |
| IV. Documente considerate ca relevante | | |
| Categoria * | Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente | Numărul revendicării vizate |

| | | |
|---|--|---|
| A | 1. ВЛАД П.Ф., КОЛЦА М.Н. Синтез и применение душистых веществ из лабдановых дитерпеноидов, «Штиинца», Кишинев, 1988,с. 182 | |
| A | 2. ELIU-CEAUȘESCU V., RADOIAȘ G., CĂDARIU T. Odorante și aromatizante. Chimie, tehnologie și aplicații, Tehnica, București, 1988 | |
| A | 3. MD 216 C2 1995.06.30 | |
| A | 4. MD 217 C2 1995.06.30 | |
| A | 5. MD 235 C2 1995.07.31 | |
| A | 6. SU 927220 A | |
| A | 7. ЛУГАНСКАЯ Л.Н. Соусирование и ароматизация табачного сырья, ЦИТИ, Москва, 1968 | |
| A | GB 2093446 1982.09.02 | |
| A | US 5671756 1997. 09.30 | |
| A | JP 58150540 1983.09.07 | |
| <input type="checkbox"/> Documentele următoare sunt indicate în rubrica IV | | <input type="checkbox"/> Informația referitoare la brevete paralele se anexează |
| * categoriile speciale ale documentelor consultate: | | P - document publicat înainte de data depozit, dar după data priorității invocate |
| A - document care definește stadiul anterior general | | T - document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria pe care se bazează invenția |
| E - document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta data | | X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă când documentul este luat de unul singur |
| L - document care poate pune în discuție data priorității invocate sau poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul) | | Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate |
| O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă divulgare | | & - document care face parte din aceeași familie de documente |
| Data finalizării documentării | | 2003.07.03 |
| Examinatorul | | GROSU Petru |

RAPORT DE DOCUMENTARE

| Informația referitoare la brevete paralele | | (21) Nr. depozit: | |
|--|--------------------------|--------------------------------|--------------------------|
| Date de identificare ale documentelor citate în raport | Data publicării | Brevete paralele | Data publicării |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| MD 235 C2 MD 216 C2 | 1995.07.31 1995.06.30 | RU 2052970 C1 RU 2033739 C1 | 1996.01.27 1995.04.30 |