

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 371 130**

51 Int. Cl.:

**C11B 1/10** (2006.01)

**C11B 11/00** (2006.01)

**B01D 11/02** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **08736731 .4**

96 Fecha de presentación: **27.02.2008**

97 Número de publicación de la solicitud: **2119763**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.11.2009**

54 Título: **PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCIÓN DE LOS LÍPIDOS INTERNOS DE UNA LANA CON FLUIDOS SUPERCRÍTICOS.**

30 Prioridad:  
**01.03.2007 ES 200700543**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**27.12.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**27.12.2011**

73 Titular/es:  
**CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES  
CIENTÍFICAS  
C/ SERRANO 117  
28006 MADRID, ES y  
CENTRO TECNOLÓGICO GAIKER**

72 Inventor/es:  
**CODERCH NEGRA, María Luisa;  
RAMÍREZ MILEO, Raquel;  
MARTÍ GELABERT, Meritxell;  
PARRA JUEZ, José Luis;  
GARAY PERAL, Iratxe;  
SALAS VAQUERO, Óscar y  
ÁLVAREZ ALCEGA, Jorge**

74 Agente: **Pons Ariño, Ángel**

ES 2 371 130 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

Procedimiento para la extracción de los lípidos internos de la lana con fluidos supercríticos.

5 **Campo de la técnica**

La presente invención se refiere a un procedimiento para la extracción de los lípidos internos de la lana en el que se usa un fluido en condiciones supercríticas.

10 **Estado de la técnica anterior**

La lana es una fibra natural que se obtiene de las ovejas y está formada mayoritariamente por componentes proteicos y por unos componentes minoritarios lipídicos.

15 Las proteínas queratínicas constituyen el 80% del total de la fibra y se caracterizan por un contenido considerable en cistina. Las propiedades físicas y químicas de la lana vienen determinadas por la existencia de este aminoácido y por la naturaleza y el peso molecular de las cadenas laterales que constituyen dichas proteínas.

20 Los componentes lipídicos de la lana, a pesar de encontrarse en proporción minoritaria, parecen desempeñar una función fundamental en muchas de las propiedades físico-químicas de las fibras de lana. Según su posición en la fibra se pueden clasificar en lípidos externos y lípidos internos.

25 Los lípidos externos se encuentran en la superficie de las fibras de lana y son secretados por la piel de los animales. Dichos lípidos externos están compuestos por grasas saponificables, materias insaponificables y trazas de ácidos inorgánicos libres, además de otras impurezas. La lanolina es la cera obtenida de la lana una vez purificada, que se usa como impermeabilizante y en el tratamiento de la piel.

30 En el estado de la técnica se han descrito diversos procedimientos para extraer la lanolina. Entre ellos se pueden mencionar aquellos que usan fluidos en condiciones supercríticas, como, por ejemplo, los que se describen en las solicitudes de patente españolas ES-A-2186485 y ES-A-2161611, en la solicitud de patente PCT WO-A-02/100990-A1, y en los artículos de Alzaga *et al.*, Anal. Chim. Acta, **1999**, 381, 39-48, Eychenne y col., J. Supercrit. Fluids, **2001**, 21, 23-31, Domínguez y col., Anal. Chim. Acta, **2003**, 477, 233-242, Domínguez y col., J. Am. Oil Chem. Soc., **2003**, 80 (7), 717-724, Domínguez y col., Proceedings of the 10th International Wool Textile Research Conference, 2000, Aachen, y Domínguez y col., Proceedings of the 11th International Wool Research Conference, **2005**, Leeds.

35 Al mismo tiempo, los lípidos internos se encuentran en las estructuras internas de las fibras de la lana, en el denominado complejo de la membrana celular, en proporciones que van del 1,2% al 1,5% respecto al peso total de la fibra.

40 Se han llevado a cabo exhaustivos estudios analíticos y se han identificado los ácidos grasos libres, el colesterol, las ceramidas y el sulfato de colesterol como los principales componentes de los lípidos internos.

45 Uno de los componentes más apreciados de los lípidos internos de la lana son las ceramidas, ya que, tal como se describe en la solicitud de patente española ES-A-2157807, forman una parte sustancial de la barrera lipídica de la piel humana, que es la responsable de la protección de la misma contra las agresiones del medio exterior y de mantener el equilibrio de hidratación necesario para su buena conservación.

50 En el estado de la técnica se han usado diferentes métodos para extraer los lípidos internos de la lana. Por lo general, la técnica de la extracción supercrítica con dióxido de carbono proporciona extractos con un contenido en ceramidas algo superior al obtenido mediante la técnica de extracción convencional con mezclas de disolventes, no obstante, el rendimiento de la extracción resulta ser inferior.

55 En la solicitud de patente ES-A-2157807, ya mencionada anteriormente, se describe un procedimiento de extracción de los lípidos internos de la lana usando dióxido de carbono en condiciones supercríticas. En dicho procedimiento se usa lana sustancialmente exenta de lanolina como material de partida.

El procedimiento de extracción descrito se lleva a cabo a una presión de 340 atmósferas (344 bares) a una temperatura de 100 °C y con un 10% expresado en volumen/volumen de metanol como co-disolvente.

60 Los rendimientos de la extracción dependen del tipo de lana usado. En el caso de la lana merino española se obtiene un 0,290% de lípidos internos sobre el peso inicial de la fibra de lana extraída y en el caso de la lana merino neozelandesa se obtiene un 0,355%. El análisis cuantitativo de los lípidos internos permitió determinar que se habían extraído respectivamente un 0,13% y un 0,11% de ceramidas respectivamente sobre el peso total de lana extraída.

En el artículo de Coderch y col., J. Am. Oil Chem. Soc., **2002**, 79 (12), 1215- 1220 se describen diversos procedimientos para la extracción de los lípidos internos de lana sustancialmente exenta de lanolina en condiciones supercríticas usando dióxido de carbono.

- 5 En este artículo se efectuaron diferentes pruebas en distintas condiciones con dos tipos de lana: Romney de Nueva Zelanda (R-NZ) y Merino de España (M-ES). Los resultados de los lípidos totales extraídos, expresados como porcentaje sobre el peso de fibra de lana extraída, se resumen en la siguiente tabla:

Ensayo	Lana	Presión (bares)	T (° C)	Co-solvente	% (v/v) de co-solvente	% de lípidos totales sobre peso de lana
1	R – NZ	360	60	Metanol	10	0,143
2	R – NZ	360	100	Metanol	10	0,226
3	R – NZ	360	160	Metanol	10	0,188
4	R – NZ	360	100	Metanol	20	0,125
5	M – ES	360	60	Metanol	10	0,147
6	M – ES	360	100	Metanol	10	0,202
7	M – ES	100	60	Etanol	20	0,881
8	M – ES	360	60	Etanol	20	0,564

- 10 Se puede observar que los rendimientos de extracción más elevados se obtuvieron en las pruebas nº 7 y 8 usando un porcentaje relativamente elevado de etanol (20%) como co-disolvente.

De acuerdo con los datos que figuran en dicha publicación, en la prueba nº 7, el extracto contenía un 33% de ceramidas, que representaba una extracción del 0,29% de ceramidas sobre el peso total de lana extraída. En la prueba nº 8, el extracto contenía un 23% de ceramidas, que representaba una extracción del 0,13% de ceramidas sobre el peso total de lana extraída.

Se ha repetido la prueba nº 7 y se ha obtenido solamente un 0,476% de lípidos totales sobre el peso de lana, valor considerablemente inferior al descrito en el artículo y que representa una extracción del 0,18% de ceramidas sobre el peso total de lana extraída.

Por tanto, existe la necesidad de disponer de un procedimiento de extracción que permita obtener los lípidos internos de la lana con un mayor rendimiento y con un contenido elevado en ceramidas, y usando menos cantidad de co-disolvente como modificador de la polaridad del fluido en condiciones supercríticas.

### **Objeto de la invención**

El objeto de la presente invención es un procedimiento para obtener lípidos internos de las fibras de lana a partir de lana sustancialmente exenta de lanolina.

### **Descripción de la invención**

El objeto de la invención es un procedimiento para obtener lípidos internos de la lana a partir de lana sustancialmente exenta de lanolina mediante la extracción con un fluido en condiciones supercríticas y un agente modificador de la polaridad seleccionado entre metanol y/o etanol caracterizado porque la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 40 °C y 120 °C, a una presión comprendida entre 120 y 330 bares, y con un contenido de agente modificador de la polaridad comprendido entre el 3% y el 15% expresado en volumen/volumen.

#### Lípidos internos de la lana

5 Los lípidos internos de la lana se encuentran en las estructuras internas de las fibras de la lana, en el denominado complejo de la membrana celular, en proporciones que varían del 1,2% al 1,5% respecto al peso total de la fibra, y se describen en la publicación L. Coderch y col., J. Am. Oil Chem. Soc., **1995**, 72, 715-720.

10 En lo sucesivo en el presente documento se hará referencia a los lípidos internos de la lana con la abreviatura IWL (del inglés Internal Wool Lipids).

15 Los IWL son ricos en ácidos grasos libres, colesterol, sulfato de colesterol, y ceramidas, todos ellos compuestos lipídicos relativamente polares.

20 Las pruebas de aplicación de los IWL sobre la piel humana muestran que dichos extractos manifiestan una acusada capacidad para reducir la pérdida transepidérmica de agua y para mejorar la capacidad de hidratación de la piel, sobre todo en condiciones de agresión química o mecánica de la piel, según se describe en la solicitud de patente española ES-A-2157807. Por ello, los IWL que se obtienen con el procedimiento de la invención pueden ser formulados de manera ventajosa, en distintas proporciones, como componentes esenciales en composiciones farmacéuticas y/o cosméticas para el cuidado y tratamiento de la piel humana.

25 Los extractos, obtenidos mediante el procedimiento de la invención se analizaron usando cromatografía de capa fina acoplada a la detección por ionización de llama (TLC-FID), tal como se ha descrito en, por ejemplo, la publicación de L. Coderch y col., J. Plan. Chrom., **2000**, 13, 119-122.

30 El uso de esta técnica ha permitido la separación y cuantificación de mezclas tanto de lípidos simples (ácidos grasos libres, mono-, di-, y triglicéridos, y esteroides) como de lípidos más complejos (ceramidas, glicolípidos, y fosfolípidos).

#### Producto de partida

35 En el procedimiento de la invención se usa lana substancialmente exenta de lanolina como producto de partida.

40 Esta lana puede proceder de ovejas de distintas razas y variedades, tales como la merino española, merino rusa, merino australiana, merino sudafricana, merino neozelandesa, Romney neozelandesa, etc., y se somete a un proceso de eliminación de los lípidos superficiales mediante técnicas bien conocidas de lavado con detergentes o tal como se describe, por ejemplo, en la patente norteamericana US-A-3619116, o en la solicitud de patente española ES-A-2157807.

#### Fluido supercrítico

45 En el procedimiento de la invención se usa un fluido en condiciones supercríticas para llevar a cabo la extracción de los IWL.

50 Un fluido en condiciones supercríticas es un fluido que se encuentra en unas condiciones de temperatura y presión por encima de su punto crítico termodinámico. Dicho fluido tiene la capacidad de difundirse en los sólidos como si fuese un gas, y es capaz de disolver sólidos como si fuese un líquido.

55 Entre los fluidos usados en condiciones supercríticas se encuentran, por ejemplo, dióxido de carbono, agua, acetona, etanol, y metanol.

60 Preferentemente, en el procedimiento de la invención se usa dióxido de carbono.

65 El dióxido de carbono se encuentra en condiciones supercríticas cuando la temperatura es superior a 31 °C y la presión es superior a 74 bares (73 atmósferas). Este gas presenta la ventaja de una toxicidad y un impacto ambiental bajos. Además, se trata de un gas no inflamable ni explosivo, y se puede encontrar comercialmente con una alta pureza a un precio relativamente bajo.

El uso de dióxido de carbono en condiciones supercríticas permite reducir el volumen de disolventes orgánicos usados.

60 Un dióxido de carbono adecuado para llevar a cabo el procedimiento de la invención es comercializado, por ejemplo, por la compañía Abelló Linde (Barcelona, España).

#### Agente modificador de la polaridad

65 En el procedimiento de la invención se usa un modificador de la polaridad seleccionado entre metanol y/o etanol, que mejora el rendimiento de la extracción de los IWL.

Preferentemente se usa metanol.

5 En el estado supercrítico, el dióxido de carbono presenta una polaridad adecuada para extraer compuestos de naturaleza lipofílica. Sin embargo, presenta dificultad para extraer compuestos polares, como son las ceramidas. Por ello, estos modificadores de la polaridad del dióxido de carbono se introducen para mejorar el rendimiento de extracción de los compuestos más polares.

10 En el procedimiento de la invención, el contenido del agente modificador de la polaridad se encuentra comprendido entre el 3% y el 15% expresado en volumen/volumen, preferentemente entre el 4% y el 12%, y más preferentemente entre el 5% y el 10%.

15 El contenido de agente modificador de la polaridad se expresa como porcentaje en volumen sobre el volumen de dióxido de carbono usado.

#### Condiciones de extracción

20 En el procedimiento de la invención, la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 40 °C y 110 °C, preferentemente entre 50 °C y 100 °C, más preferentemente entre 60 °C y 90 °C, y a una presión comprendida entre 140 y 330 bares, preferentemente entre 150 y 310 bares, más preferentemente entre 160 y 300 bares.

25 Más preferentemente, la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 60 °C y 90 °C, a una presión comprendida entre 160 y 300 bares, y con un contenido de agente modificador de la polaridad comprendido entre el 7,5% y el 12,5% expresado en volumen/volumen.

#### Equipos de extracción y procedimiento operativo

30 Las extracciones de los IWL se pueden efectuar a escala de laboratorio con un equipo analítico como, por ejemplo, el equipo de sobremesa SUPREX-PREPMASER (Suprex, EE.UU.), a escala de planta piloto con un equipo, por ejemplo, de Iberfluids Instruments (Barcelona, España), o también a escala industrial.

En el caso de efectuar una extracción con dióxido de carbono en un equipo de laboratorio como el mencionado anteriormente, por ejemplo, el procedimiento operativo es el siguiente.

35 Se introduce una cantidad de lana acondicionada, aproximadamente entre 8 y 12 g, en la celda de extracción, que puede tener un volumen comprendido entre 40 y 60 ml. La celda se sella tras colocar el filtro y la junta correspondientes, y se conecta la celda al equipo.

40 Habitualmente, los equipos incluyen un programa informático que se puede usar para fijar las condiciones de extracción deseadas: la temperatura, la presión, el porcentaje de agente modificador de la polaridad y el volumen de dióxido de carbono.

45 El dióxido de carbono se libera desde la botella suministradora de gas y es bombeado al sistema mediante dos pistones en serie hasta alcanzar la presión de trabajo deseada. Mientras tanto, el aire que rodea la celda de extracción es calentado mediante dos resistencias eléctricas hasta que la celda muestra la temperatura de trabajo establecida.

50 Una vez alcanzadas la presión y la temperatura deseadas, el dióxido de carbono retrocede hasta la salida de la bomba del modificador de la polaridad, para la dosificación automática del mismo, y se mezclan.

Habitualmente se usa un volumen de dióxido de carbono comprendido entre 3 y 7 veces el volumen de la celda. Se ha observado que variaciones en dicho volumen no repercuten de forma sustancial en el rendimiento de la extracción.

55 La mezcla de dióxido de carbono y el agente modificador de la polaridad se introduce en la celda de extracción, donde se difunde a través de la lana, y extrae los lípidos solubles en las condiciones de operación fijadas en la prueba.

60 El fluido de extracción, que contiene los compuestos de interés, sale de la celda de extracción y se conduce a un módulo de recogida, que consiste en un tubo de ensayo, tarado previamente, con séptum (Supelco, Bellefonte, EE.UU.). Dicho tubo de ensayo está provisto de una entrada y una salida para eliminar el dióxido de carbono descomprimido, y en el mismo se produce la despresurización hasta alcanzar la presión atmosférica a través de un capilar de caudal fijo de 1,5 ml/min.

65 La muestra líquida recogida en el tubo de ensayo se concentra habitualmente hasta sequedad bajo corriente de nitrógeno.

Los IWL extraídos se cuantifican mediante una gravimetría, se diluyen en una mezcla de cloroformo/metanol (2:1 en v/v), y se conservan en atmósfera de nitrógeno a una temperatura de aproximadamente -20 °C, hasta el momento de realizar su análisis, de acuerdo con los procedimientos ya mencionados anteriormente.

5 Sorprendentemente se ha observado que la selección de los parámetros de operación que caracterizan el procedimiento de la invención permite la extracción con un rendimiento elevado de los IWL, con un elevado contenido de ceramidas.

10 A pesar de trabajar con un contenido relativamente bajo de agente modificador de la polaridad, se obtienen extractos de IWL con un notable contenido en ceramidas.

15 Con este procedimiento se ha podido obtener hasta el 0,85% de IWL sobre el peso de fibra de lana extraída, con un contenido en ceramidas del 42% en peso, que representa un 0,36% de ceramidas sobre el peso de fibra de lana extraída. Habitualmente se obtienen unos valores medios de IWL extraídos del 0,70% sobre el peso de fibra de lana extraída, y unos valores medios de ceramidas extraídas del 0,27% sobre el peso de fibra de lana extraída.

20 En el estado de la técnica anterior, mencionado anteriormente, los valores más elevados de ceramidas se situaban alrededor del 0,18% sobre el peso de fibra de lana extraída, que representa un rendimiento entre 1,5 y 2,0 veces inferior al rendimiento obtenido usando el procedimiento de la invención.

Los ejemplos siguientes se exponen a efectos de completar de forma suficiente la descripción anterior.

## 25 Ejemplos

### **Ejemplo 1 Acondicionamiento previo de las fibras de lana**

30 Se obtiene lana de ovejas vivas mediante esquilado físico y después se procede a la eliminación de la grasa de la superficie, también llamada lanolina, mediante lavado industrial, generalmente en trenes de lavado compuestos por cinco barcas de lavado. La secuencia de lavado ha consistido en un primer lavado en agua a una temperatura comprendida entre 35 °C y 40 °C (1ª barca), seguido de un tratamiento con carbonato sódico a una temperatura comprendida entre 45 °C y 55 °C (2ª barca), una mezcla de carbonato sódico y nonilfenol etoxilado con de 8 a 9 moles de óxido de etileno a una temperatura comprendida entre 50 °C y 58 °C (3ª barca), nonilfenol etoxilado con de 8 a 9 moles de óxido de etileno a una temperatura comprendida entre 50 °C y 52 °C (4ª barca), y un aclarado final con agua a una temperatura comprendida entre 45 °C y 47 °C (5ª barca). Finalmente, las fibras de lana se secan en condiciones ambientales de humedad y temperatura, acabando con un tratamiento preparatorio durante 24 horas a 20 °C y a una humedad relativa del 60%.

40 **Ejemplo 2** Procedimiento de extracción de los IWL mediante dióxido de carbono en condiciones supercríticas usando equipo analítico

45 Se usó un aparato analítico de extracción SUPREX-PREPMASER. Este aparato distribuía el dióxido de carbono (alta pureza, Abelló Linde, Barcelona, España) desde la botella suministradora a la celda de extracción mediante un sistema de dos pistones en serie, de tal forma que mientras uno de los pistones estaba bombeando y comprimiendo el dióxido de carbono que iba al sistema de extracción, el segundo pistón estaba en la etapa de llenado.

50 El modificador de polaridad (metanol, de grado analítico, Merck, Darmstad, Alemania) se suministró a través de una bomba de la marca SUPREX (MPA-1) en la proporción que se especifica más adelante. La recogida del extracto se efectuó por descompresión del dióxido de carbono en un tubo de ensayo a través de un tubo capilar de caudal fijo (1,5 ml/min).

55 Se introdujeron 10 g de lana preparada obtenida de acuerdo con el Ejemplo 1, en la celda de 50 ml de volumen, en la que se procedió a la extracción en condiciones supercríticas mediante dióxido de carbono. Las condiciones fueron: 162 bares, 60 °C de temperatura, y un 10% en (v/v) de metanol. La temperatura se alcanzó por calentamiento del aire que rodeaba a la celda de extracción mediante dos resistencias eléctricas.

60 El volumen total de líquido utilizado para la extracción fue 5 veces el volumen de la celda, es decir, 250 ml. El dióxido de carbono cargado con el extracto salió del sistema a través de un tubo capilar de caudal fijo (1,5 ml/min), produciéndose la precipitación de los lípidos internos de la lana junto con el modificador en el tubo de ensayo de recogida de la muestra.

El tubo de ensayo con séptum (Supelco, Bellefonte, EE.UU.) tenía una capacidad de 20 ml, y se taró previamente. Este tubo de ensayo de una salida para eliminar el dióxido de carbono descomprimido y la muestra, de naturaleza líquida, se concentró hasta sequedad en corriente de nitrógeno.

65

Los lípidos internos de la lana extraídos se cuantificaron mediante procedimiento gravimétrico y se resuspendieron en cloroformo/metanol en una proporción de 2:1 (1 ml), manteniéndose a temperatura de refrigeración y atmósfera de nitrógeno.

- 5 Se obtuvieron 0,741% de lípidos internos de la lana sobre el peso de lana, que contenía un 40,1% en peso de ceramidas, correspondientes al 0,297% de ceramidas sobre el peso de lana extraída.

**Ejemplos 3 a 14** Procedimiento de extracción de los IWL mediante dióxido de carbono en condiciones supercríticas en equipo analítico

- 10 Siguiendo un procedimiento análogo al descrito en el Ejemplo 2 se efectuaron pruebas de extracción en las condiciones que figuran en la Tabla I. Los resultados expresan el porcentaje de IWL y de ceramidas extraídos sobre el peso total de fibra de lana extraída:

TABLA I

Ejemplo	T (° C)	P (bares)	Modificador (%, tipo)	Volumen total (ml)	IWL (%)	Ceramidas (%)
3	40	162	5, MeOH	200	0,624	0,226
4	40	253	10, MeOH	300	0,556	0,230
5	50	253	7,5, MeOH	200	0,600	0,227
6	60	233	10, MeOH	350	0,704	0,296
7	60	304	10, MeOH	250	0,858	0,296
8	75	304	10, MeOH	150	0,851	0,356
9	90	233	10, MeOH	350	0,803	0,297
10	90	304	10, MeOH	250	0,818	0,278
11	75	304	10, MeOH	350	0,823	0,297
12	60	162	7,5, MeOH	300	0,560	0,233
13	40	202	7,5, MeOH	250	0,550	0,232
14	60	162	10, EtOH	350	0,618	0,249

- 15 Se puede observar que en las condiciones operativas del procedimiento de la invención se obtienen unos rendimientos notables en IWL y, en particular, en ceramidas con respecto al peso total de lana extraída.

- 20 **Ejemplo 15** Procedimiento de extracción de los IWL mediante dióxido de carbono en condiciones supercríticas en planta piloto

- 25 La planta piloto utilizada para realizar la extracción supercrítica distribuye el dióxido de carbono (alta pureza, Abelló Linde, Barcelona, España) desde la botella suministradora a la celda de extracción mediante una bomba alternativa de desplazamiento positivo con cabezal de membrana MILROYAL D (Tipo MD-140G-6-M-390/J) con enfriamiento externo.

## ES 2 371 130 T3

El modificador de polaridad (metanol, de grado analítico, Merck, Darmstad, Alemania) se suministró a través de una bomba alternativa de desplazamiento positivo de acuerdo con la proporción establecida.

5 El caudal de dióxido de carbono en condiciones supercríticas podía llegar hasta un máximo de 3500 ml/h en función de la presión de extracción. Durante la prueba, el caudal se mantuvo entre 1500-1800 ml/h.

10 Se introdujeron 50 g de lana preparada obtenida de acuerdo con el Ejemplo 1, en la celda (375 ml), en la que se procedió a la extracción con dióxido de carbono en condiciones supercríticas. Las condiciones fueron: 162 bares, 60 °C de temperatura, y un 10% de metanol. El volumen total de líquido usado para la extracción fue 5 veces el volumen de la celda.

15 El extracto se recogió en tres separadores, tras una fase de despresurización en tres etapas mediante microválvulas de regulación servomotorizadas. Las condiciones de las tres etapas fueron las siguientes: 122 bares y 60 °C el primer separador, 61 bares y 60 °C en el segundo separador, y condiciones atmosféricas en el tercer separador. El dióxido de carbono, en fase gas, abandonó el sistema atravesando un medidor de flujo másico.

20 El extracto se secó primero en el concentrador de vacío SAVANT SPEEDVACPLUS SC 210A (Thermoquest), y finalmente con corriente de nitrógeno, con el fin de eliminar restos de disolvente.

El IWL extraído se cuantificó por gravimetría y se resuspendió en cloroformo/metanol en una proporción de 2:1 (1 o 5 ml), manteniéndose a temperatura de refrigeración y atmósfera de nitrógeno.

25 Se obtuvieron 0,64% en peso de lípidos sobre el peso de la fibra de lana extraída, que contenían un 37% en peso de ceramidas, por lo que se obtuvieron 0,237% en peso de ceramidas sobre el peso de lana extraída.



**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento para obtener lípidos internos de la lana a partir de lana sustancialmente exenta de lanolina mediante la extracción con un fluido en condiciones supercríticas y un agente modificador de la polaridad seleccionado entre metanol y/o etanol, caracterizado porque la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 40 °C y 120 °C, a una presión comprendida entre 120 y 330 bares, y con un contenido de agente modificador de la polaridad comprendido entre el 3% y el 15% expresado en volumen/volumen.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el fluido se selecciona del grupo que consiste en dióxido de carbono, agua, acetona, etanol y metanol.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el fluido es dióxido de carbono.
- 15 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el agente modificador de la polaridad es metanol.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el agente modificador de la polaridad es etanol.
- 20 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque el contenido del agente modificador de la polaridad varía entre el 4% y el 12%.
- 25 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el contenido del agente modificador de la polaridad varía entre el 5% y el 10%.
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 50 °C y 100 °C.
- 30 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 60 °C y 90 °C.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la extracción se efectúa a una presión comprendida entre 150 y 310 bares.
- 35 11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la extracción se efectúa a una presión comprendida entre 160 y 300 bares.
- 40 12. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la extracción se efectúa a una temperatura comprendida entre 60 °C y 90 °C, a una presión comprendida entre 160 y 300 bares y con un contenido de agente modificador de la polaridad comprendido entre el 7,5% y el 12,5% expresado en volumen/volumen.