

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 379 878**

51 Int. Cl.:  
**A61K 36/18** (2006.01)  
**A61K 31/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **05762422 .3**  
96 Fecha de presentación: **21.06.2005**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1773362**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **18.04.2007**

54 Título: **Extracto de plantas basado en solvente**

30 Prioridad:  
**21.06.2004 US 581484 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**04.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**04.05.2012**

73 Titular/es:  
**AVEDA CORPORATION  
4000 PHEASANT RIDGE DRIVE, N.E.  
BLAINE, MN 55449-7106, US**

72 Inventor/es:  
**MATRAVERS, Peter;  
KAPSNER, Timothy;  
SHAATH, Nadim A;  
HASHEM, Alaa y  
SHIOZAWA, Ko-ichi**

74 Agente/Representante:  
**Carpintero López, Mario**

ES 2 379 878 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).

## DESCRIPCION

Extracto de plantas basado en solvente.

Campo de la invención

5 La invención se refiere a métodos para la producción de componentes aromáticos naturales y los componentes aromáticos preparados mediante estos métodos.

Antecedentes de la invención

10 Se conoce desde hace cientos de años el uso de fragancias por el género humano para atraer al sexo opuesto, y en la era moderna, la variedad de fragancias disponibles comercialmente ha crecido a brincos y saltos por muchos años. La fragancia ahora ha pasado a ser no solo un acompañamiento personal, sino también uno para el hogar o el ambiente laboral. El concepto de que el humor de una persona pueda alterarse o mejorarse a través de la exposición a ciertas fragancias ha circulado durante varios años, y últimamente, incluso existen pruebas científicas que confirman el poder psicológico de las fragancias.

15 Generalmente, se reconoce que se prefieren las fragancias naturales a las sintéticas en la industria de las fragancias. Mediante análisis químico, en muchos casos es posible descomponer una fragancia, por ejemplo, fresa o rosa, en sus componentes constitutivos, y después preparar sintéticamente uno o más de esos componentes en un intento por reproducir el aroma de la fuente original. Sin embargo, los productos sintéticos resultantes frecuentemente carecen de la "esencia" del producto natural original y son normalmente considerados inferiores en calidad con relación a la fuente natural. Desafortunadamente, la preparación de compuestos aromáticos de fuentes naturales no es un asunto simple, puede ser muy costoso, y no siempre produce productos de calidad óptima.

20 Las fragancias naturales típicamente derivan de extractos vegetales. La mayoría de los componentes aromáticos de los materiales de origen vegetal son aceites o son solubles en aceite. Estos pueden aislarse de varias formas. Una primera metodología es la destilación por vapor, un método antiguo en el cual se expone una planta a agua caliente o vapor, produciendo un líquido denominado un aceite esencial. Este método es deseable porque no utiliza petroquímicos, pero tiene algunas limitaciones porque no es útil para la extracción de aceites esenciales de todos los tipos de material vegetal. En particular, los componentes aromáticos florales tienden a verse alterados por el proceso, por lo que pueden prepararse de esta manera muy pocos aceites esenciales florales que serían muy demandados como ingredientes de fragancias.

25 Un segundo método para obtener los componentes de fragancias de los materiales vegetales es la extracción por solvente. Este proceso típicamente emplea un solvente no polar, petroquímico (hidrocarburo), como benceno, tolueno o hexano para disolver los materiales cerosos y aromáticos de las plantas. El solvente entonces se elimina por evaporación para dejar un material sólido o semisólido conocido como "concreto". El concreto entonces se lava con etanol para disolver los componentes solubles en etanol, y con enfriamiento, las ceras entonces pueden eliminarse por filtración. El etanol entonces se evapora al vacío, arrojando un material conocido como un "absoluto". Estos tres componentes, es decir, las ceras, los concretos y los absolutos son ampliamente utilizados en la industria de las fragancias. La limitación de este método radica en el uso de solventes petroquímicos; muchos fabricantes de fragancias, y particularmente los aromaterapeutas, se muestran reticentes a utilizar estos productos debido al residuo de solventes petroquímicos. Dichos residuos también pueden obstaculizar la certificación orgánica en situaciones en las cuales la certificación puede resultar deseable.

30 Otro método para obtener ingredientes de fragancias naturales se conoce como expresión, en la cual el componente de la fragancia se expresa o se exprime de la fuente vegetal. Este método frecuentemente se utiliza para obtener aceites naturales de la cáscara de los frutos cítricos como el limón, la lima o la naranja. Sin embargo, no resulta práctico para aplicación sobre las delicadas partes florales que son la fuente de tantos componentes de fragancias deseables.

35 Un nuevo método para extraer ingredientes aromáticos es el dióxido de carbono supercrítico. Este involucra calentar y presurizar el CO<sub>2</sub> hasta que este alcanza la etapa supercrítica y se lo utiliza como un solvente. Presenta la ventaja de que se elimina fácilmente del extracto (simplemente se evapora), pero el agua en los materiales frescos de origen vegetal, como las hojas y las flores, interfiere con su solvencia, por lo cual el proceso se vuelve ineficiente y produce extractos de mala calidad.

40 Así, el presente estado de la técnica en la industria de las fragancias es que actualmente no existe ningún método disponible que pueda producir una variedad de absolutos de fragancias florales que puedan certificarse como orgánicos. Sin embargo, la presente invención ahora proporciona un método muy útil, junto con componentes aromáticos que tienen una fragancia y una composición química únicas.

Resumen de la invención

La presente invención se refiere a un método para extraer componentes aromáticos de materiales vegetales que comprende poner en contacto el material vegetal que contiene componentes aromáticos con un éster volátil, preferentemente un éster de la fórmula general  $\text{CH}_3\text{COOR}$ , en la cual  $\text{R}=\text{CH}_3$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5$ ,  $\text{C}_3\text{H}_7$ ,  $\text{C}_4\text{H}_9$  o  $\text{C}_5\text{H}_{11}$  durante un período de tiempo suficiente para lograr la transferencia de los componentes aromáticos al éster, separar el material vegetal y el éster; evaporar el éster para producir un concreto que contiene componentes aromáticos; opcionalmente poner en contacto el concreto con al menos un lavado de alcohol, enfriar el lavado para separar una fracción de alcohol soluble de una fracción de cera, aislar la fracción de cera de la fracción soluble en alcohol, y evaporar el alcohol de la fracción soluble en alcohol para producir una fracción de absoluto. La invención también proporciona componentes de absoluto, cera y concreto aromáticos novedosos producidos mediante este método.

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona un medio de extracción por solvente novedoso para la producción de los componentes de fragancias. A diferencia de los métodos de extracción por solvente corrientemente utilizados, la presente invención utiliza como su solvente un éster orgánico, en particular un éster orgánico volátil. En el presente contexto, por volátil se entiende un éster que tiene un punto de ebullición no superior a aproximadamente 130 °C. Los ésteres útiles para el presente propósito se representan con la fórmula  $\text{CH}_3\text{COOR}$ , donde  $\text{R}=\text{CH}_3$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5$ ,  $\text{C}_3\text{H}_7$ ,  $\text{C}_4\text{H}_9$  o  $\text{C}_5\text{H}_{11}$ . Un éster particularmente preferido para este propósito es el acetato de etilo debido a su volatilidad superior (un punto de ebullición de aproximadamente 77°C, similar al solvente más tradicional utilizado en este proceso). Sin embargo, otros ésteres de la fórmula indicada, por ejemplo el acetato de isobutilo, que pueden tener puntos de ebullición superiores también pueden producir el mismo resultado, pero con un esfuerzo algo mayor requerido para eliminar el solvente con el riesgo de la pérdida de algunas notas superiores en el proceso.

Aunque el acetato de etilo es, por supuesto, un solvente conocido que frecuentemente se utiliza para la preparación de extractos vegetales para el aislamiento de materiales biológicamente activos, como las proteínas, los polisacáridos y similares, no se lo ha utilizado previamente, según tiene entendido el inventor, en el aislamiento de los componentes de fragancias. De hecho, dadas las características generalmente oleosas y no polares del conjunto de los componentes de fragancias, es en alguna medida contraintuitivo utilizar un solvente polar, como el acetato de etilo, para extraer estos materiales de las plantas. Sin embargo, no solo produce efectivamente las mismas fracciones típicas de los materiales aromáticos que la extracción por solvente no polar, sino que inesperadamente tiene un rendimiento sustancialmente superior, hasta dos o tres veces el alcanzado con una extracción con hexano tradicional.

Lo que es más importante, las fracciones resultantes obtenidas también tienen un carácter muy distinto que las obtenidas con una extracción con hexano, tolueno o benceno, tienen características físicas diferentes, son más aromáticas en su conjunto y tienen un perfil odorífero distinto que las mismas fracciones obtenidas con extracción petroquímica por solvente. Resulta particularmente ventajoso el hecho de que los extractos producidos por este método puedan ser certificados orgánicos. El acetato de etilo es un éster orgánico obtenible mediante la reacción de dos sustancias naturales, el alcohol etílico y el vinagre. Así, los componentes aromáticos aislados de esta manera no contienen residuos petroquímicos no deseados que convierten a otros concretos, ceras o absolutos en indeseables para cierto segmento de la industria de las fragancias, y además los inhabilitan a ser certificados como orgánicos.

El método de extracción del material vegetal es relativamente simple. Se reúnen los materiales vegetales que se sabe que contienen los componentes aromáticos de interés. Estos pueden ser cualquier porción de la planta, p. ej., las flores, los tallos, las hojas o las raíces. El material vegetal poroso, como las hojas y las flores, puede utilizarse entero o molido, mientras que los materiales no porosos, como los frutos secos o las semillas, deben molerse antes de la extracción. El material vegetal entonces se sumerge en el éster solvente y se lo deja reposar conjuntamente durante un corto período de tiempo, como de 15 segundos, pero típicamente no más de cinco a diez minutos. Los tiempos de reposo mayores de 30 a 60 minutos, que son más típicos de un proceso basado en hexanos, producen una extracción de materiales que pueden ser incompatibles con otros ingredientes aromáticos, como ciertos aceites esenciales. En este lavado, la proporción de solvente a material vegetal no es crítica, y puede alcanzarse solo para cubrir el material vegetal. Como ejemplo, sin embargo, si se utiliza un material relativamente liviano, como las flores, aproximadamente 3 kilogramos de solvente por cada kilogramo de material vegetal da buenos resultados. La proporción puede alterarse en función de la densidad del material de la fuente, de modo que pueda utilizarse menos solvente con materiales muy densos, y que pueda utilizarse más solvente con materiales más livianos. En líneas generales, el uso de más solvente produce la extracción de más material más rápidamente. Sin embargo, no hay criticidad en estas cantidades porque la única limitación es la capacidad de eliminar el solvente al final del proceso.

Después de la inmersión, se separan entonces la fracción de solvente y la fracción vegetal de la mezcla. Sorprendentemente, y a diferencia de una extracción con hexanos, se puede extraer una gran cantidad de material aromático en la única exposición muy corta, según se describe anteriormente, y no es necesario realizar más lavados para obtener un rendimiento aceptable. Sin embargo, es posible, si así se lo desea, exponer la fracción vegetal a un segundo lavado con solvente, nuevamente durante no más de 5 minutos, esta vez con una proporción aproximada 2:1 de solvente:planta, y se separan las dos fracciones. Opcionalmente, se realiza un tercer lavado del material vegetal

durante un período ligeramente mayor, por ejemplo, al menos aproximadamente 10 minutos, con una proporción de solvente:planta de aproximadamente 1:1. Si se realizan múltiples lavados, estos se combinarán en las siguientes etapas. Sin embargo, cabe notar que habitualmente no habrá un aumento muy significativo en el rendimiento con múltiples lavados, porque el primer lavado extrae gran parte del material aromático.

5 Después del (de los) lavado(s), se desecha el material vegetal, y entonces se evapora el solvente del (de los) lavado(s), produciendo un concreto. El concreto es una mezcla de ceras y materiales aromáticos, que puede utilizarse en su estado actual (como pueden serlo las ceras purificadas adicionalmente a partir del concreto o del extracto remanente) en productos cosméticos, como lápices de labios o lociones, de la misma forma que se utilizan las otras ceras, para modificar las propiedades físicas, como la viscosidad o la estructura, pero con la ventaja adicional de proporcionar aroma al mismo tiempo.

10 En una realización alternativa, también se puede tratar adicionalmente todo o una porción del concreto obtenido para aislar el absoluto y la fracción de ceras, mediante lavado al menos una vez con alcohol, seguido de enfriamiento y filtración. Un único lavado producirá la extracción de una porción significativa del material aromático, pero múltiples lavados, preferentemente al menos dos, normalmente aumentarán la eficiencia de la separación. El etanol es el alcohol preferido para esta etapa, pero el alcohol puede ser cualquier alcohol monohídrico o polihídrico, por ejemplo, isopropanol o propilenglicol, que sea compatible con el uso final de un cosmético y/o una fragancia del producto final. Se prefiere que el alcohol utilizado sea relativamente volátil; sin embargo, si la evaporación del solvente no es esencial para el uso final pretendido, entonces podría utilizarse un solvente no volátil, como la glicerina, bajo la premisa de que el material no volátil diluirá significativamente el absoluto final. Un paso de enfriamiento después del lavado producirá una separación de una fracción de cera, que entonces podrá separarse del lavado de alcohol, por ejemplo mediante filtración. La fracción de alcohol resultante entonces se elimina por evaporación para producir el absoluto, que opcionalmente puede filtrarse para eliminar cualquier sólido pequeño remanente. Un procedimiento ejemplar de este proceso de lavado es el siguiente: se añaden 10 partes de alcohol de 200 grados por cada parte de concreto. La mezcla se mezcla con una mezcla de propelente a temperatura ambiente durante aproximadamente una hora, después se enfría mezclándola a -30°C. La mezcla se filtra hasta quedar nítida. El extracto sólido entonces se vuelve a añadir al recipiente de mezcla, y se añade más alcohol, típicamente aproximadamente 8 partes de alcohol por una parte de extracto sólido. Los pasos de mezclar, enfriar y filtrar se repiten, después se realiza un tercer lavado, con alrededor de 6 partes de alcohol por cada parte de de extracto sólido. Los expertos en la técnica reconocerán que las condiciones de los procedimientos anteriores no son necesariamente críticas, y puede modificarse, por ejemplo, el período de permanencia en el solvente, la proporción de solvente a material, la cantidad de lavados, y similares; las modificaciones pueden provocar una diferencia en el rendimiento final, pero sin embargo producirán productos cualitativamente similares al final del procedimiento.

35 Las fracciones resultantes, es decir, los concretos, las ceras y los absolutos son, según se observa anteriormente, inesperadamente distintos químicamente del extracto de solvente petroquímico correspondiente del mismo material. Las observaciones iniciales sobre las cualidades de la fragancia de los absolutos por parte de un perfumista experto mostraron una diferencia muy marcada a nivel cualitativo entre los extractos derivados de hexano y los extractos derivados de acetato de etilo. Esto sugirió que quizás exista una diferencia química en la composición de los extractos también. Para confirmar esta hipótesis, los dos tipos de extractos se sometieron a análisis GC/MS. Los resultados, repetidos con distintos tipos de extractos florales, de hecho no muestran que los componentes químicos de los extractos de hexano difieran significativamente de los extractos de acetato de etilo. Estas diferencias se encuentran tanto en las proporciones de los componentes comunes en ambos así como también en la identidad global de los componentes en cada uno. Por ejemplo, con extractos de jazmín, hay un total de 60 componentes entre los dos abstractos [sic], y sólo siete se encuentran en ambos extractos, e incluso en el caso de los componentes comúnmente presentes, estos se encuentran presentes, en algunos casos, en cantidades ampliamente distintas. Se proporciona un análisis más detallado de estos experimentos en el ejemplo 3 abajo. Otra observación es que los absolutos preparados según la presente invención típicamente mostrarán un contenido de indol inferior que el absoluto aislado petroquímicamente correspondiente. Esto puede ser bastante importante debido a que la porción indol de una fragancia también hace referencia al "contenido animálico", que le da un carácter a una fragancia que específicamente no se desea en los florales de alta calidad. Además, las pruebas similares muestran un contenido de acetato de bencilo superior en la extracción con hexanos.

55 Otra distinción es que la concentración de ceras obtenida en este procedimiento de extracción es significativamente superior que la observada con el extracto de hexanos. Debido a que las propias ceras tienen una utilidad cosmética independiente de la de los absolutos (es decir, cualquier uso cosmético o farmacéutico que se les da normalmente a las ceras), esto le proporciona una eficiencia añadida al proceso. Además, el carácter de las ceras obtenidas es definido: las ceras producidas por el proceso del acetato de etilo generalmente son más oscuras y más aromáticas que las ceras del típico proceso del hexano. Así, los resultados observados confirman que cada una de las fracciones obtenidas del proceso es un producto único, que se diferencia químicamente de las fracciones comparables obtenidas mediante procedimientos de extracción basadas en petroquímicos más tradicionales.

60 La fuente vegetal para extracción puede ser cualquier tipo de planta que sea útil como una fuente de componentes aromáticos. Estas incluyen, por ejemplo, frutas (fresa, manzana, melón, limón, lima, naranja y pomelo),

5 hierbas u hojas (p. ej., tomate, albahaca, pachulí, cítricos, salvia, violeta, romero o heno), semillas (p.ej., cilantro, carvis, cocoa, tonca, nuez moscada, macis cardamomo y anís), especias (anís estrellado, pimienta, pimienta de Jamaica), maderas (p.ej., abedul, cedro, sándalo, enebro, alerce y pino), cortezas (p.ej., canela), raíces (p. ej., jengibre, vetiver o iris) y flores. Resulta particularmente ventajosa, sin embargo, cuando se aplica a las flores, debido a la típica dificultad para obtener aceites esenciales de buena calidad a partir de las flores, combinado con la gran demanda de componentes florales y el gran costo asociado con ellos. Un aceite esencial habitualmente se define como el aceite obtenido por destilación al vapor de un material vegetal. Los aceites de pimienta, sándalo, albahaca y rosa son todos aceites esenciales, obtenidos mediante destilación de vapor; en algunos casos, aunque no todos, la rosa es una excepción notable; los aceites esenciales son los más ricos y los más complejos, y por lo tanto, el componente aromático más importante de una planta particular. Muchas flores, sin embargo, no producirán un aceite esencial por destilación al vapor. El jazmín es quizás la más conocida de estas flores. Los intentos de destilación al vapor de las flores del jazmín producen resultados en un condensado acuoso que no tiene un olor nada semejante al de las flores, sin ningún aceite esencial. La única forma de obtener el aroma de las flores del jazmín es a través de su extracción con un solvente, que hasta ahora siempre había sido petroquímico, y por lo tanto inaceptable para algunos consumidores. Ventajosamente, la presente invención ahora, por primera vez, proporciona los medios mediante los cuales se puede obtener un aceite esencial a partir de ciertas fuentes vegetales sin el uso de solventes petroquímicos.

20 Como beneficio adicional, el presente método proporciona un rendimiento superior de ciertas fracciones. En extracciones comparables, el rendimiento del concreto es significativamente superior para el concreto de acetato de etilo en comparación con el concreto de hexano (véase ejemplo 2 abajo). El rendimiento del absoluto aromático es aproximadamente idéntico para el proceso del acetato de etilo que para el proceso del hexano, de modo que el aumento de la cantidad de concreto se ve representado en la mayor cantidad de ceras que son extraídas por el acetato de etilo. Esto es particularmente inesperado porque las ceras son generalmente no polares, y aun así el presente proceso extrae la mayoría de ellas con un solvente que es más polar que los solventes petroquímicos, y con un período de permanencia del solvente más corto. Además, los costos de procesamiento para alcanzar este resultado son sustancialmente similares a los incurridos con el uso de hexano, reduciendo, por tanto, efectivamente los costos de los productos finales. Quizás, y más importante aún, el método también proporciona un medio para obtener fragancias florales orgánicamente certificables, algo que hasta el momento no había sido posible con más que unas pocas fuentes florales debido a los efectos dañinos de la destilación al vapor sobre los aceites florales. Esta calidad más natural de los componentes de la fragancia puede ser una característica importante tanto para los perfumistas como para los aromaterapeutas y también mejorará el disfrute de la fragancia por parte del consumidor final del producto. Los ejemplos de las flores que son fuentes de componentes aromáticos populares, y que serán útiles en este procedimiento de extracción incluyen, pero sin limitación, la rosa, el jazmín, la flor de naranjo, el clavel, el geranio, la mimosa, el nardo, la violeta, la lavanda, la lila, la madre selva, la manzanilla azul, las orquídeas y el muguete. Aunque el presente método es particularmente importante para aislar los componentes aromáticos de las flores o las partes florales, también se apreciará que se puede emplear con cualquier material vegetal que contenga componentes aromáticos o cerosos solubles en el éster volátil. Los ejemplos de otras fuentes vegetales útiles incluyen árboles, arbustos, hierbas y vegetales, y las partes de la planta utilizadas para la extracción pueden ser cualquier parte de la planta, inclusive, sin limitación, frutos, bayas, hojas, tallos, ramitas, corteza, madera, capullos, semillas, raíces y vainas. Se pueden encontrar ejemplos de fuentes naturales de los componentes de las fragancias, por ejemplo, en *Perfumery, Practice and Principles*, Calkin y Jellinek (1994), o *Perfumery and Flavoring Materials*, Bedoukian (1995), cuyo contenido se incorpora al presente documento por referencia.

45 Se pueden utilizar los concretos, los absolutos y las ceras producidos mediante el método de varias maneras en los productos de fragancias. Se puede utilizar cada uno individualmente, combinados entre sí, o en combinación con uno o más componentes adecuados para su uso final esperado, por ejemplo, para el uso cosmético o farmacéutico, con un vehículo tópicamente aceptable. Los ejemplos de productos en los cuales se pueden utilizar los componentes son los productos para el cuidado personal, como perfumes, colonias, sprays y *splashes* corporales; productos para aplicación en el cabello, como champúes, acondicionadores, geles de fijación, sprays para el cabello y similares; productos para aplicación sobre la piel, como cremas cosméticas, lociones, leches, barras, brillos, geles y polvos; o cosméticos con color, como lápices labiales, brillos de labios, bases, rubores, sombras para ojos, delineadores o máscaras; productos de fragancias para el hogar, como velas, sprays de ambiente, difusores de fragancias, tartas de cera, incienso, y similares; y productos de aromaterapia, como aceites para masajes con fragancias. La preparación de dichos productos se conoce en la técnica; por ejemplo, las formulaciones de cosméticos y las composiciones farmacéuticas se describen en *Harry's Cosmeticology*, Octava edición, M. Reiger, ed. (2000), y *Remington: The Science and Practice of Pharmacy*, Vigésima edición, A. Gennaro, ed., (2003), cuyo contenido se incorpora por referencia al presente documento. Los componentes producidos mediante el presente método pueden utilizarse fácilmente en cualquiera de los tipos de formulaciones en lugar de los componentes tradicionalmente preparados. El entendido en la técnica reconocerá fácilmente otras aplicaciones de los componentes aromáticos producidos mediante la presente invención, y también reconocerá que pueden ser utilizados en cualquier contexto en el cual puedan utilizarse los componentes de fragancias tradicionales.

60 La invención se ilustra adicionalmente a través de los siguientes ejemplos no limitantes.

Ejemplo 1: este ejemplo ilustra la preparación de los componentes aromáticos de las flores del jazmín.

Se empaquetaron 25 kilos de flores del jazmín en una cesta de alambre y se comprimieron, pero no tanto como para no permitir la penetración y la circulación del solvente en ellas. Se sumergió la cesta en un tanque de acero inoxidable encamisado que solo contenía suficiente acetato de etilo a temperatura ambiente (aproximadamente entre 22 y 27 °C) como para cubrir completamente las flores. Los componentes combinados no se agitaron. Después de 15 segundos, se retiró la cesta de alambre con las flores del jazmín del solvente, se permitió la eliminación del solvente por drenaje durante aproximadamente un minuto y se desecharon las flores. Se calentó la solución del extracto entre 60 y 70°C y se mezcló lentamente hasta que se eliminó la mayoría del acetato de etilo. El acetato de etilo evaporado se hizo circular entonces a través de un condensador y se recogió para reutilizarse. Cuando se condensa el extracto hasta un punto en el cual es acetato de etilo aproximadamente al 50%, el extracto se enfría a menos 20°C y el extracto se mantiene durante al menos 15 minutos, precipitando la mayor parte de las ceras y dejando un extracto con algunas ceras, acetato de etilo y compuestos aromáticos adicionales. Se añade una pequeña cantidad (aproximadamente el 10% de la cantidad del extracto) de etanol de 200 grados al extracto y se mezcla hasta uniformidad (aproximadamente 15 minutos). Se añadió el extracto a una unidad de destilación al vacío y se calentó entre 40 y 50° C. Se aplicó un vacío moderado (mercurio 20 a 100 mm) para eliminar el resto del acetato de etilo. En esta etapa, el extracto representa un concreto, menos algunas de las ceras que se eliminaron inicialmente.

El extracto entonces se puede transferir a un tanque de acero inoxidable encamisado y se añaden 10 partes de 200 grados por cada 1 parte de extracto de modo de separar los componentes aromáticos de las ceras. Los componentes se mezclan con un mezclador propelente a una temperatura ambiente durante 1 hora, después se enfrían mezclándolos lentamente a menos de 30°C. El extracto se filtra hasta nitidez. Se vuelve a añadir el extracto sólido del filtro al tanque y se añaden 8 partes de alcohol a 1 parte de extracto sólido. Se repite la mezcla, el enfriamiento y la filtración. Se realiza entonces una tercera repetición del lavado con 6 partes de alcohol por 1 parte de extracto. Se colocan los lavados de alcohol en una unidad de destilación al vacío y se calientan entre 40 y 55 °C. Se aplica vacío moderado (mercurio 20 a 100 mm) para eliminar el alcohol. El absoluto del acetato de etilo aromático final es un material pastoso marrón oscuro remanente después de la eliminación del alcohol, mientras que el extracto sólido remanente representa la fracción de cera.

#### Ejemplo 2:

Se extrajo un kilo de flores del jazmín mediante el proceso del hexano tradicional (3 lavados a temperatura ambiente, 15 minutos de tiempo de inmersión cada uno, después eliminación por evaporación del solvente) para producir aproximadamente 2,5 gramos de concreto. El concreto entonces se extrajo con etanol, de manera similar al procedimiento descrito anteriormente. El rendimiento del absoluto es de aproximadamente 1,3 gramo.

Se extrajo un kilo de flores del jazmín con acetato de etilo a través del proceso en el ejemplo 1 para producir aproximadamente 6 gramos de concreto, representando la mayor cantidad de concreto un nivel superior de ceras extraído mediante este proceso en contraposición con el proceso del hexano. El concreto entonces se extrajo adicionalmente con etanol, según el ejemplo 1, para producir aproximadamente 1,2 gramo de absoluto, cuyo remanente son ceras.

Ejemplo 3: este ejemplo ilustra las diferencias cualitativas y cuantitativas entre los absolutos extraídos del hexano y los absolutos extraídos del acetato de etilo.

Los absolutos de hexano y acetato de etilo de diferentes flores se preparan sustancialmente según se divulga en el ejemplo 2. En una evaluación cualitativa realizada por un perfumista experto, se determinó que el absoluto del hexano del jazmín tenía una nota floral rica, fina y dulce, mientras que el absoluto del acetato de etilo del jazmín exhibía una ligera nota floral con una dulzura menos suave. De forma similar, el absoluto del hexano de las hojas de la violeta posee una nota verde de pepino suave y muy fresca, mientras que el absoluto del acetato de etilo de las hojas de la violeta tiene una nota verde muy fuerte, similar a la del musgo de roble, sin el verde del pepino.

Estas observaciones cualitativas vienen seguidas de una evaluación de las diferencias cualitativas entre los absolutos producidos mediante extracciones diferentes. La comparación se realiza mediante cromatografía de gases/espectrometría de masas. El sistema estaba compuesto por un Agilent 6890N GC con una columna HP1MS (no iónica) fabricada por J&W, y un espectrómetro de masas Agilent 5973. Las pruebas se realizan con un aumento gradual de la temperatura de 4°C por minuto entre 50°C y 250°C.

Las flores del jazmín recogidas de los mismos campos y cosechadas al mismo tiempo se extrajeron con hexano y etanol o acetato de etilo y etanol. Un análisis GC/MS detectó 60 compuestos que pueden identificarse y cuantificarse. Entre estos, sólo siete se encuentran en ambos absolutos; los otros 54 se encuentran en un absoluto pero no en el otro. Los siete compuestos comunes a ambos extractos (acetato de bencilo, benzoato de bencilo, benzindan-1,2,2-triona 2-oxima, isofitol, ácido palmítico, fitol y ftalato de dioctilo) se encuentran en concentraciones significativamente diferentes en los dos materiales. Por ejemplo, el acetato de bencilo se encuentra en el absoluto del hexano al 16,99%, pero en el absoluto del acetato de etilo solo al 0,98%. El benzoato de bencilo (otro compuesto común en muchas esencias florales) se encuentra en el absoluto del hexano al 12,6%, pero solo al 0,46% en el absoluto del

acetato de etilo. Los treinta y cuatro compuestos se encuentran en el absoluto del hexano únicamente, y los veinte compuestos se encuentran en el absoluto del acetato de etilo únicamente.

5 Una comparación de los absolutos de la flor del naranjo muestra resultados similares. Se identifican cincuenta y ocho compuestos. Diecinueve son comunes a ambos absolutos, treinta y cuatro se encuentran en el absoluto del hexano únicamente, y sólo 5 se encuentran en el absoluto del acetato de etilo.

10 Los extractos de las hojas de la violeta muestran una diferencia aún más dramática. De los quince compuestos encontrados en los extractos, sólo uno, el ácido octadecadienoico, es común a ambos. Ocho compuestos sólo se encuentran en el absoluto del hexano y sólo 6 se encuentran en el absoluto del acetato de etilo. Estos resultados explican las diferencias dramáticas observadas en el perfil aromático cualitativo, y también muestran inequívocamente que los productos de los dos procesos de extracción diferentes son entidades químicamente diferenciadas.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un método para extraer componentes aromáticos de los materiales de origen vegetal que comprende poner en contacto un material vegetal que contiene componentes aromáticos no polares con un éster polar volátil durante un período de tiempo que oscila entre aproximadamente 15 segundos y 10 minutos para lograr la transferencia de los componentes aromáticos del material vegetal, y evaporar el éster para producir una fracción de concreto que contiene ceras y componentes aromáticos, en el cual el material vegetal se selecciona del grupo compuesto por frutos, bayas, hojas, tallos, ramitas, corteza, madera, capullos, semillas, raíces y vainas.
- 10 2. El método de la reivindicación 1 que además comprende someter la fracción de concreto a al menos un lavado de alcohol, enfriar el lavado para separar una fracción del alcohol soluble que contiene componentes aromáticos de una fracción de cera, aislar la fracción de cera de la fracción soluble en alcohol, y evaporar el alcohol de la fracción soluble en alcohol para producir una fracción de absoluto.
- 15 3. El método de la reivindicación 1 o 2 en el cual el material vegetal se pone en contacto con un segundo lavado del solvente durante no más de 5 minutos con aproximadamente una proporción 2:1 de solvente:planta y se separan las dos fracciones, y se separa el éster que contiene los componentes aromáticos del material vegetal.
4. El método de la reivindicación 1 ó 2 en el cual se lava el concreto con alcohol y se enfría para producir una fracción de cera y una fracción de alcohol soluble.
5. El método de la reivindicación 4 en el cual el alcohol es etanol.
6. El método de la reivindicación 4 en el cual la fracción de cera se separa de la fracción soluble en alcohol.
- 20 7. El método de la reivindicación 6 en el cual el alcohol se evapora de la fracción soluble en alcohol para producir una fracción de absoluto.
8. El método de la reivindicación 1 en el cual el éster polar volátil tiene la fórmula  $\text{CH}_3\text{COOR}$  en la cual  $\text{R}=\text{CH}_3$ ,  $\text{C}_2\text{H}_5$ ,  $\text{C}_3\text{H}_7$ ,  $\text{C}_4\text{H}_9$  o  $\text{C}_5\text{H}_{11}$ .
9. El método de la reivindicación 1 en el cual el éster polar volátil es acetato de etilo.
10. El método de la reivindicación 1 en el cual la planta es una flor.
- 25 11. El método de la reivindicación 10 en el cual la flor se selecciona del grupo compuesto por la rosa, el jazmín, la flor de naranjo, el geranio, la mimosa, el nardo, la violeta, la lavanda, la lila, la madre selva, la manzanilla azul, las orquídeas y el muguete.