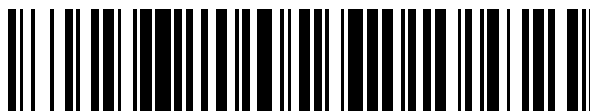


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 587 579**

51 Int. Cl.:

A61K 8/97 (2006.01)

B01D 11/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.10.2010** **PCT/EP2010/065268**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.05.2011** **WO11054631**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.10.2010** **E 10763374 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.05.2016** **EP 2493337**

54 Título: **Procedimiento para la producción de un extracto vegetal rico en ácido carnosólico**

30 Prioridad:

26.10.2009 DE 102009045994

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

25.10.2016

73 Titular/es:

EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)
Rellinghauser Strasse 1-11
45128 Essen, DE

72 Inventor/es:

WIESMUELLER, JOHANN;
MICHLBAUER, FRANZ;
KAHLEYSS, RALF y
HAUSNER, HELMUT

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 587 579 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 producción de un extracto vegetal rico en ácido carnosólico

- 5 El invento se orienta a un procedimiento para la producción de un extracto vegetal rico en ácido carnosólico mediante extracción de un material vegetal que contiene ácido carnosólico con CO₂ hipercrítico.

10 El ácido carnosólico es una sustancia constituyente vegetal, que se puede utilizar en alimentos o en productos cosméticos como un agente antioxidante natural en lugar de los agentes antioxidantes, butil-hidroxi-anisol (BHA) y butil-hidroxi-tolueno (BHT), frecuentemente utilizados hasta ahora. Para un tal uso se requieren unos extractos vegetales ricos en ácido carnosólico, que tienen un escaso color propio y un pequeño contenido de sustancias odorantes y saboreantes, y que a ser posible no deben de contener ningún disolvente.

15 El documento de patente europea EP 454 097 divulga un procedimiento para la producción de unos extractos ricos en ácido carnosólico con un pequeño contenido de aceites esenciales procedentes de romero o salvia. Para esto, o bien se lleva a cabo una extracción de dos etapas con CO₂ hipercrítico, primeramente a 300 hasta 350 bares y 35 hasta 40 °C, y a continuación a 500 bares y 40 °C, o se extrae a 500 bares y 40 °C con CO₂ hipercrítico, y a partir del extracto con CO₂ obtenido, fraccionado en dos etapas de presión primeramente a 115 hasta 120 bares y 75 hasta 85 °C, y a continuación a 33 hasta 35 bares y 10 hasta 17 °C, se separa en cada caso un extracto. El procedimiento proporciona unos extractos con un contenido de ácido carnosólico de más que 25 % en peso, que, no obstante, están teñidos todavía con un color pardo verdoso. El procedimiento tiene la desventaja de que se debe de trabajar a diferentes etapas de presión y que, en el caso de una separación en dos etapas de presión, el extracto viscoso obtenido en la primera etapa de presión se puede separar sólo malamente con respecto de la fase rica en CO₂ todavía hipercrítica.

25 El documento DE 43 06 303 divulga unos procedimientos para la obtención de aceites vegetales por extracción con CO₂ hipercrítico, en los que el extracto con CO₂ se conduce en condiciones hipercríticas a través de una carga a granel de tierra de batán, con el fin de eliminar los colorantes.

30 Es objeto del invento un procedimiento para la producción de un extracto vegetal rico en ácido carnosólico, que comprende una extracción de un material vegetal que contiene ácido carnosólico, secado y desmenuzado, con CO₂ hipercrítico, a una presión de por lo menos 200 bares y a una temperatura de a lo sumo 100 °C. En el caso de esta extracción, en una primera etapa se conduce a través del material vegetal CO₂ hipercrítico en una cantidad de 10 a 50 kg de CO₂ por cada kg de material vegetal, mediando obtención de un primer extracto con CO₂, en una segunda etapa se conduce más cantidad de CO₂ hipercrítico a través del material vegetal mediando obtención de segundo extracto con CO₂, y a partir del segundo extracto con CO₂, mediante disminución de la presión, se separa un extracto vegetal rico en ácido carnosólico.

40 El procedimiento conforme al invento proporciona un extracto vegetal con un alto contenido de ácido carnosólico y no tiene las desventajas del procedimiento conocido a partir del documento EP 454 097.

45 En el procedimiento conforme al invento se extrae un material vegetal que contiene ácido carnosólico, secado y desmenuzado. De manera preferida, se emplea un material vegetal que se ha secado hasta llegar a un contenido de agua de menos que 10 % en peso. Para la desecación del material vegetal se pueden emplear todos los procedimientos de desecación conocidos a partir del estado de la técnica. De manera preferida, la desecación se efectúa a unas temperaturas de menos que 100 °C, de manera especialmente preferida a menos que 85 °C. El material vegetal se seca preferiblemente sin desmenuzar y/o mediando exclusión del oxígeno del aire, con el fin de evitar una reacción del ácido carnosólico contenido en él con el oxígeno del aire durante la desecación. El material vegetal se emplea en estado desmenuzado para la extracción. De manera preferida, el material vegetal se desmenuza a un tamaño medio de partículas de menos que 1,5 mm, referido al peso. Para el desmenuzamiento del material vegetal se pueden emplear todos los procedimientos de desmenuzamiento que son conocidos a partir del estado de la técnica. De manera preferida, el desmenuzamiento se efectúa a unas temperaturas de menos que 40 °C. El material vegetal se desmenuza de manera preferida mediando exclusión del oxígeno del aire, con el fin de evitar una reacción del ácido carnosólico contenido en él con el oxígeno del aire durante el desmenuzamiento.

60 Como un material vegetal que contiene ácido carnosólico se adecuan las partes de plantas de la familia de las Labiatae, de manera preferida las partes de plantas de las plantas de los géneros Rosmarinum y Salvia. De manera especialmente preferida, el material vegetal contiene hojas de romero (Rosmarinum officinalis) o de salvia (Salvia officinalis).

65 El material vegetal que contiene ácido carnosólico, secado y desmenuzado, se extrae en el procedimiento conforme al invento con CO₂ hipercrítico a una presión de por lo menos 200 bares y a una temperatura de a lo sumo 100 °C. La temperatura debe de ser, al realizar la extracción, de más que 31 °C, para que el CO₂ se presente en el estado hipercrítico. De manera preferida, se extrae a una presión de 280 hasta 1.000 bares y de manera especialmente preferida a una presión de 280 hasta 420 bares.

Unos autoclaves apropiados para una extracción con CO₂ hiperocrítico son conocidos por un experto en la especialidad a partir del estado de la técnica. De manera preferida, para la extracción se conduce CO₂ hiperocrítico a través de una capa a base de un material vegetal que contiene ácido carnosólico. El CO₂ hiperocrítico se puede conducir en este caso a través de la capa a base de un material vegetal tanto en circulación ascendente como también en circulación descendente. El CO₂ se puede mezclar en tal caso en una forma tanto pura como también mezclada con hasta 10 % en peso de un agente de arrastre conocido a partir del estado de la técnica. Como agentes de arrastre se utilizan de manera preferida unos alcoholes alifáticos con hasta 4 átomos de carbono, unos alcanos con hasta 6 átomos de carbono y unas cetonas alifáticas con hasta 5 átomos de carbono. De manera preferida, se extrae no obstante sin ningún agente de arrastre.

En el caso del procedimiento conforme al invento, en una primera etapa, el CO₂ hiperocrítico, en una cantidad de 10 a 50 kg de CO₂ por cada kg del material vegetal, se conduce a través del material vegetal mediando obtención de un primer extracto con CO₂. En una segunda etapa se conduce entonces más cantidad de CO₂ hiperocrítico a través del material vegetal mediando obtención de un segundo extracto con CO₂. De manera preferida, en este caso se conducen a través del material vegetal otros 80 hasta 250 kg de CO₂ por cada kg del material vegetal. Conforme al invento, en la segunda etapa, el CO₂ hiperocrítico se conduce a través del material vegetal a la misma presión que en la primera etapa. A partir del segundo extracto con CO₂, entonces, mediante disminución de la presión se separa un extracto vegetal rico en ácido carnosólico. A partir del primer extracto con CO₂, mediante disminución de la presión se puede separar un extracto vegetal rico en aceite. De manera preferida, al efectuar la disminución de la presión, la presión final y la temperatura final se escogen de tal manera que el CO₂ pase desde el estado hiperocrítico al estado gaseoso. Unos dispositivos separadores apropiados para la separación del extracto vegetal mediante disminución de la presión son conocidos por un experto en la especialidad a partir del estado de la técnica acerca de extracciones con CO₂ hiperocrítico.

El procedimiento conforme al invento, en comparación con la obtención de un extracto vegetal rico en ácido carnosólico mediante una disminución de la presión en dos etapas, que se conoce a partir del documento EP 454 097, tiene la ventaja de que se obtiene un extracto vegetal rico en ácido carnosólico con una proporción más pequeña de aceites esenciales, que tiene un olor disminuido.

En una forma de realización preferida del procedimiento conforme al invento, el segundo extracto con CO₂, antes de la separación del extracto vegetal en condiciones hiperocríticas, se conduce a través de un agente de absorción sólido. Como agente de absorción se pueden utilizar en este caso todos los agentes de absorción, con los que se pueden absorber los colorantes que han sido extraídos concomitantemente a partir del material vegetal. De manera preferida, como agentes de absorción se utilizan carbón activo, tierra de batán (en inglés "Fuller's earth"), tierra de diatomeas (Kieselguhr), gel de sílice o una celulosa. De manera especialmente preferida, como agente de absorción se utiliza una tierra de batán, que se compone a base de una bentonita que contiene calcio o de una montmorillonita que contiene calcio. Unas tierras de batán apropiadas son obtenibles de la entidad Südchemie bajo el nombre comercial Tonsil®. El agente de absorción se puede emplear en una forma pulverulenta o de manera preferida como un granulado. Con esta forma de realización se pueden preparar unos extractos vegetales descolorados, ricos en ácido carnosólico.

El extracto con CO₂ se conduce de manera preferida a través del agente de absorción sólido en las mismas condiciones de presión y temperatura que en el caso de la extracción. La extracción y la conducción a través del agente de absorción se pueden efectuar en unos equipos separados entre sí o en el mismo equipo.

De manera preferida, también el primer extracto con CO₂ se conduce a través del agente de absorción sólido, antes de que, mediante disminución de la presión, se separe el extracto vegetal rico en aceite, con el fin de obtener también en estado descolorado el extracto vegetal rico en aceite. El primer extracto con CO₂ y el segundo extracto con CO₂ se pueden conducir en tal caso por separado uno de otro a través del mismo agente de absorción o a través de diferentes agentes de absorción. De manera preferida, no obstante, el primer extracto con CO₂ y el segundo extracto con CO₂ se conducen consecutivamente a través del mismo agente de absorción sólido.

En una forma de realización especialmente preferida, el material vegetal que contiene ácido carnosólico y el material absorbente se disponen en un autoclave en forma de capas superpuestas, y el CO₂ hiperocrítico se conduce primeramente a través de la capa a base de un material vegetal y después de ello a través de la capa a base de un material absorbente. Cuando el CO₂ hiperocrítico es conducido en tal caso a través de la capa a base de un material vegetal en circulación ascendente, para esto una capa de un material absorbente se dispone por encima de la capa a base de un material vegetal. Cuando el CO₂ hiperocrítico es conducido a través de la capa a base de un material vegetal en circulación descendente, una capa de un material absorbente se dispone por debajo de la capa a base de un material vegetal. Esta forma de realización tiene la ventaja de que en una instalación de extracción conocida a partir del estado de la técnica para la extracción con CO₂ hiperocrítico sin otros dispositivos de limpieza o sin otras etapas de limpieza, se puede obtener un extracto vegetal rico en ácido carnosólico, descolorado.

El siguiente Ejemplo ilustra el invento, pero sin restringir el objeto del invento.

Ejemplo

- 5 En un recipiente de extracción de un autoclave de extracción se dispone previamente 1 kg de agujas de romero secadas hasta un contenido de agua de 8 % en peso y molidas a un tamaño medio de partículas de menos que 1,5 mm. Sobre la carga a granel a base de agujas de romero molidas se aplica una capa de 100 g de la tierra de batán Tonsil® Optimum 210 FF. A través de la carga a granel se conduce entonces CO₂ hipercrítico, a una presión de 280 bares y a una temperatura de 65 °C, en una circulación ascendente. El extracto con CO₂ obtenido se
- 10 aporta en primer lugar a un primer separador, en el que, a una presión de 45 bares y a una temperatura de 35 °C, se separa un primer extracto vegetal. Después de que se hubieron conducido 30 kg de CO₂ hipercrítico a través de la carga a granel, el extracto con CO₂ obtenido se aportó a un segundo separador, en el que se separó un segundo extracto vegetal a una presión de 45 bares y a una temperatura de 35 °C. En total, se condujeron 100 kg de CO₂ hipercrítico a través de la carga a granel. En el primer separador se obtuvieron 77 g de una fase acuosa y
- 15 113 g de un extracto vegetal líquido de color anaranjado, que contenía 13 % en peso de ácido carnosólico y 32 % en peso de un aceite esencial. En el segundo separador se obtuvieron 48 g de un extracto vegetal viscoso de color amarillo, que contenía 41 % en peso de ácido carnosólico y menos que 1 % en peso de un aceite esencial.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción de un extracto vegetal rico en ácido carnosólico, que comprende la extracción de un material vegetal que contiene ácido carnosólico, secado y desmenuzado, con CO₂ hiperocrítico, a una presión de por lo menos 200 bares y a una temperatura de a lo sumo 100 °C, caracterizado por que en una primera etapa se conduce a través del material vegetal CO₂ hiperocrítico en una cantidad de 10 a 50 kg de CO₂ por cada kg del material vegetal, mediando obtención de un primer extracto con CO₂, en una segunda etapa, a la misma presión se conduce más cantidad de CO₂ hiperocrítico a través del material vegetal mediando obtención de un segundo extracto con CO₂ y a partir del segundo extracto con CO₂, mediante disminución de la presión, se separa un extracto vegetal que contiene ácido carnosólico.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el material vegetal contiene hojas de *Rosmarinum officinalis* o de *Salvia officinalis*.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, caracterizado por que se extrae a una presión de 280 a 1.000 bares, de manera preferida de 280 a 420 bares.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 3, caracterizado por que en la segunda etapa se conducen a través del material vegetal 80 hasta 250 kg de CO₂ por cada kg del material vegetal.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 4, caracterizado por que a partir del primer extracto con CO₂, mediante disminución de la presión, se separa un extracto vegetal rico en aceite.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 5, caracterizado por que el segundo extracto con CO₂, antes de la separación del extracto vegetal, se conduce a través de un agente de absorción sólido en condiciones hiperocríticas.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado por que el primer extracto con CO₂ y el segundo extracto con CO₂ se conducen consecutivamente a través del mismo agente de absorción sólido.
8. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6 ó 7, caracterizado por que el agente de absorción se escoge entre carbón activo, tierra de batán, tierra de diatomeas, gel de sílice y una celulosa.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 6 hasta 8, caracterizado por que se utiliza una tierra de batán escogida entre unas bentonitas que contienen calcio y unas montmorillonitas que contienen calcio.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 6 hasta 9, caracterizado por que el agente de absorción se emplea en forma de un granulado.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 6 hasta 10, caracterizado por que el material vegetal y el material absorbente se disponen en un autoclave en forma de unas capas superpuestas y el CO₂ hiperocrítico se conduce primeramente a través de la capa a base del material vegetal y, después de ello, a través de la capa del material absorbente.