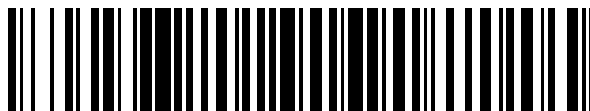


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 589 171**

21 Número de solicitud: 201630880

51 Int. Cl.:

C11B 9/00 (2006.01)

12

SOLICITUD DE PATENTE

A2

22 Fecha de presentación:

29.06.2016

30 Prioridad:

25.11.2015 PT 108977

43 Fecha de publicación de la solicitud:

10.11.2016

71 Solicitantes:

**ASIF HANIF, Muhammad (100.0%)
DEPARTAMENTO DE QUIMICA, UNIVERSIDADE
DE AGRICULTURA
38040 FAISALABAD PK**

72 Inventor/es:

ASIF HANIF, Muhammad

74 Agente/Representante:

DURÁN MOYA, Luis Alfonso

54 Título: **PROCEDIMIENTO E INSTALACIÓN DE EXTRACCIÓN Y PURIFICACIÓN DE ACEITES
ESENCIALES A PARTIR DE RESINAS NATURALES PARA LA PRODUCCIÓN DE AROMAS Y
FRAGANCIAS DINÁMICOS**

57 Resumen:

Procedimiento e instalación de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales para la producción de aromas y fragancias dinámicos.

La presente invención describe en general un procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales que los contengan para producción de aromas y fragancias dinámicos, extracción de aceites esenciales a partir de una resina natural, por separación por destilación, separación de una mezcla aceite-agua utilizando un separador que dispone de un embudo de decantación invertido en su parte superior y secado del aceite esencial sobre sulfato de sodio anhidro; fraccionamiento del aceite esencial realizado utilizando un destilador al vacío, purificación de las fracciones recogidas a una temperatura baja, separación de las fracciones solidificadas, enfriamiento de las fracciones restantes y, opcionalmente, realización de al menos un refraccionamiento, dándose también a conocer una instalación para la realización del procedimiento de extracción descrito.

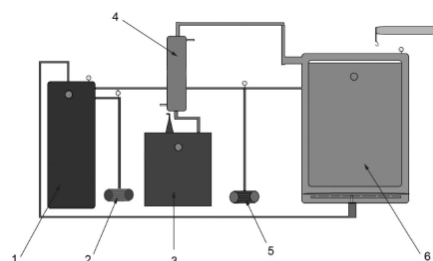


Fig.1

DESCRIPCIÓN

Procedimiento e instalación de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales para la producción de aromas y fragancias dinámicos

5

SECTOR TÉCNICO

La presente invención se refiere a la industria de los aromas y las fragancias; más específicamente, la presente invención da a conocer un procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, estando la composición del aceite esencial y de sus principios activos afectada por diversos parámetros físicos del procedimiento, principalmente utilizado para las industrias de aromas y fragancias.

10

ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

15

Los aceites naturales son los constituyentes aromáticos naturales, extremadamente concentrados, originarios de plantas. Un aceite esencial corriente contiene más de 100 compuestos químicos diferentes, exhibiendo cada uno una propiedad específica y, es debido a esta particularidad que diversos aceites esenciales pueden ser utilizados para una extensa variedad de condiciones. Los aceites esenciales son frecuentemente obtenidos por destilación por vapor, a pesar de que se pueden utilizar otros procedimientos. Después de la extracción, el aceite esencial resultante es un líquido muy concentrado que contiene el aroma, sabor y otras propiedades de la fuente a partir de la cual fue producido. Es extremadamente necesario reprocesar los aceites esenciales para alcanzar un perfil de olor o sabor requeridos. Para conseguir esto, las condiciones de extracción y fraccionamiento del aceite esencial pueden ser optimizadas para producir selectivamente componentes del aceite esencial que sean más fragantes y/o importantes para los aromas. Frecuentemente, algunos componentes no fragantes indeseados son eliminados del aceite esencial por un proceso conocido como rectificación. Esta estandarización es una práctica común en las industrias de perfumería y aromas, de manera que se mantiene una uniformidad absoluta en la fragancia o el sabor, lo que es necesario.

20

25

30

Una desventaja es el largo período durante el cual la mezcla está expuesta a temperaturas elevadas. Esto aumenta el riesgo de degradación térmica o de descomposición de las sustancias y necesita mucha energía. Para evitar la degradación, para reducir el coste energético y otros problemas similares, como el olor indeseado y los colores indeseados, se

35

realiza un proceso de destilación con vapor seco a un vacío elevado (-98a- 101,3 kPa).

Las ventajas de este procedimiento consisten en la disminución de hasta 5 veces la duración del procedimiento, una calidad superior del producto, sin olor a quemado, y la facilidad de procesado de resinas oleoresínicas o leñosas. Los compuestos indeseados del aceite son separados a partir de los aceites esenciales utilizando una columna de fraccionamiento de vías múltiples, al vacío y por un procedimiento de enfriamiento a temperaturas bajas, para obtener una mezcla de compuestos que posee una calidad superior para las industrias de aromas y fragancias.

10

DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

Se entenderá mejor la invención por referencia a los siguientes ejemplos y figuras, que no pretenden limitar el ámbito de la invención.

15

Figura 1: Diagrama de flujo del destilador al vacío utilizado para la extracción de aceite esencial. El equipamiento mostrado en la figura fue utilizado con aplicación de un vacío elevado. El diseño del equipamiento asegura el suministro continuo de vapor, la estabilidad de la presión y el fácil aislamiento del producto.

20

Figura 2: Diagrama de flujo del procedimiento completo. Este procedimiento utilizó por primera vez una combinación de destilación al vacío, fraccionamiento al vacío y enfriamiento al vacío para el aislamiento de las fracciones aromáticas a partir de los aceites esenciales. Concretamente, comprende las siguientes etapas:

25

- Extracción de aceite esencial utilizando un destilador de vapor especialmente diseñado -201-;
- Separación de la mezcla aceite-agua y secado del aceite esencial -202-;
- Fraccionamiento del aceite esencial utilizando destilación al vacío, bajo condiciones optimizadas -203-;
- Purificación por enfriamiento hasta una temperatura baja -204-;
- Separación de las fracciones solidificadas -205-;
- Enfriamiento adicional de las fracciones restantes -206-;
- Purificación de las fracciones ricas en aroma y fragancia -207-;
- 35 - Si es necesario, refraccionamiento -208-.

Figura 3: Diagrama de flujo del procedimiento, con refracciones. A un aceite esencial extraído por hidrodestilación o destilación por vapor -301- se le aplica una destilación fraccional al vacío -302-, obteniéndose una primera fracción -303-a-, una segunda fracción -303-b- y una fracción residual -303-c-. A cada una de las primera fracción -303-a- y segunda fracción -303-b- se les aplica procedimientos de refraccionamiento al vacío -304-a-, -304-b-, de los cuales se obtiene nuevamente, para ambos procedimientos de refraccionamiento de las referidas primera y segunda fracciones -303-a-, -303-b-, nuevas fracciones de refraccionamiento:

- 10 - Primera fracción obtenida por refraccionamiento al vacío de la primera fracción -305-a-,
- Segunda fracción obtenida por refraccionamiento al vacío de la primera fracción -305-b-,
- Fracción residual obtenida por refraccionamiento al vacío de la primera fracción -305-c-,
- Primera fracción obtenida por refraccionamiento al vacío de la segunda fracción -306-a-,
- Segunda fracción obtenida por refraccionamiento al vacío de la segunda fracción -306-b-,
- 15 - Fracción residual obtenida por refraccionamiento al vacío de la segunda fracción -306-c-.

En la sección de Ejemplos se representan modos preferentes de este procedimiento.

CARACTERÍSTICAS DE LA INVENCION

20 La presente invención da a conocer un procedimiento para la producción de aceites esenciales y sus componentes, con un coste reducido. Se utiliza la destilación al vacío para la producción de aceite esencial de una forma más rápida, con mejor composición y con coste reducido. Se realiza después una rectificación utilizando el fraccionamiento al vacío y enfriamiento entre -60°C a -100°C.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

30 La química de un aceite esencial es extremadamente compleja y un ejemplo típico del mismo contendrá una mezcla elaborada de constituyentes aromáticos, tales como alcoholes, aldehídos, cetonas, fenoles, ésteres, lactonas, terpenos y sesquiterpenos, combinados para producir un conjunto variado de cualidades fragantes y aromáticas. En esta investigación se efectuó una destilación de incienso (resina de árbol) para obtener la siguiente composición de compuestos principales, incluyendo, α -pineno, β -mirceno, DL-limoneno, sabineno y 35 2- β -pineno. También se aisló un espectro único de compuestos minoritarios que controlan la

globalidad de la fragancia. Adicionalmente, se concentraron estos compuestos utilizando la destilación fraccionada y el enfriamiento a baja temperatura.

5 Las condiciones optimizadas para la extracción de aceite esencial consisten en una temperatura entre 90°C y 140°C y un vacío entre -98 y -101,3 kPa, más específicamente a una temperatura de 115°C. Las condiciones de temperatura y vacío utilizadas para la extracción y fraccionamiento tienen un papel fundamental en la producción de diversos isómeros. Hasta ahora, en las técnicas conocidas, las condiciones experimentales no han podido ser afinadas con gran precisión. La presente investigación es un esfuerzo para
10 mejorar la comprensión de la gestión de las condiciones experimentales para la producción de productos naturales con el intervalo de calidad deseado.

El fraccionamiento de aceite esencial fue realizado al vacío, utilizando una columna de destilación fraccionada de vidrio con 3,048 x 0,0762 metros (longitud x diámetro) con 100
15 espitas dirigidas a contracorriente, un vacío optimizado a entre -98 y -101,3 kPa y la temperatura variable deseada, necesaria para vaporizar cualquier fracción. Se verificó que esta temperatura dependía del punto de ebullición de cada una de las fracciones separadas. El fraccionamiento se realiza a una temperatura entre 40°C y 80°C.

20 Se efectúa enseguida una separación de la mezcla aceite-agua utilizando un separador que dispone de un embudo de decantación invertido en su parte superior y secado del aceite esencial sobre sulfato de sodio anhidro.

Una única etapa de fraccionamiento no es siempre la mejor opción, dado que los
25 componentes presentes en los aceites esenciales forman frecuentemente una mezcla azeotrópica y, para superar este tipo de problema, puede ser necesario una segunda o incluso una tercera etapa de fraccionamiento. Así, se efectúa al menos una etapa de refraccionamiento a una temperatura entre 50° y 80°C.

30 Las fracciones recogidas fueron purificadas adicionalmente por un procedimiento de enfriamiento rápido a baja temperatura. El enfriamiento de las fracciones recogidas fue realizado a una temperatura entre -60 y -100°C, más preferentemente a una temperatura de -85°C y un vacío entre -98 y -101,3 kPa. La velocidad de disminución de la temperatura fue de -1°C/min, con un máximo entre -80 y -85°C. El componente solidificado fue seguidamente
35 separado de las fracciones líquidas.

Finalmente fue efectuada la purificación de las fracciones ricas en aroma y fragancia y su evaluación sensorial tras la separación de la fracción bajo condiciones variadas.

5 Esta evaluación consistió en una evaluación sensorial realizada por 50 voluntarios que apreciaron la fragancia de diversas fracciones.

OBJETOS DE LA INVENCION

10 Un objeto de la presente invención es dar a conocer un procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, que comprende las siguientes etapas:

15 a) extracción de aceites esenciales a partir de una resina natural, por destilación efectuada en un intervalo entre 90°C y 140°C, a un vacío de -98 a -101,3 kPa;

b) separación de la mezcla aceite-agua utilizando un separador que dispone de un embudo de decantación invertido en su parte superior y secado del aceite esencial sobre sulfato de sodio anhidro;

20 c) fraccionamiento del aceite esencial utilizando un destilador al vacío, en el intervalo de temperatura entre 40°C a 80°C, a un vacío entre -98 a -101,3 Kpa;

d) purificación de las fracciones recogidas a una temperatura entre -60 y -100°C, a un vacío entre -98 y -101,3 kPa;

25 e) separación de las fracciones solidificadas a una temperatura entre -60°C y -100°C;

f) enfriamiento de las fracciones restantes a una temperatura entre -60 y -100°C, a un vacío de -98 a -101,3 kPa;

30 y opcionalmente:

g) antes de la purificación en la etapa d), al menos un refraccionamiento, efectuado una temperatura entre 50°C y 80°C.

35

En una realización preferente, la destilación utilizada para la extracción de aceites esenciales en el procedimiento de la presente invención es la hidrodestilación.

5 En otra realización preferente, la destilación utilizada para la extracción de aceites esenciales en el procedimiento de la presente invención es la destilación por vapor.

La resina natural utilizada en el procedimiento de la presente invención es, preferentemente, incienso.

10 Los componentes extraídos en la presente invención son, preferentemente, α -pineno, en una cantidad del 40 al 70%, β -mirceno, en una cantidad del 10 al 20%, DL-limoneno, en una cantidad del 10 al 18%, sabineno, en una cantidad del 2 al 5%, 2- β -pineno, en una cantidad del 1 al 3% y otros compuestos, en una cantidad del 7 al 10%, siendo el porcentaje de los componentes por la relación entre su peso y el peso total del aceite esencial.

15 Más preferentemente, los compuestos extraídos son 55% de α -pineno, 16% de β -mirceno, 14% de DL-limoneno, 4% de sabineno, 2% de 2- β -pineno y 9% de otros compuestos.

20 La extracción se realiza, preferentemente, a un vacío de -98 a -101,3 kPa a una temperatura de 115°C.

Preferentemente, las fracciones son purificadas a una temperatura entre -60°C y -100°C, a un vacío de -98 a -101,3 kPa.

25 Más preferentemente, las fracciones son purificadas a una temperatura de -85°C.

Otro objeto de la presente invención es dar a conocer una instalación para la realización del procedimiento descrito, que comprende una caldera -1-, una bomba de agua -2-, un separador -3-, un condensador -4-, una bomba de vacío -5- y un extractor -6-.

30 La caldera -1- tiene, preferentemente, las dimensiones de 3,048 x 0,0762 metros (longitud x diámetro), y un vacío optimizado de -98 a -101,3 kPa.

35 La caldera -1- tiene, preferentemente, una presión de vapor máxima entre 25 a 35 litros por hora, poseyendo el extractor -6- una capacidad entre 450 y 550 litros, el condensador -4-

presenta una capacidad máxima de 35 litros por hora y el separador -3- una capacidad máxima de 200 litros, que dispone de un embudo invertido de 500 ml.

Más preferentemente, la caldera -1- posee una presión máxima de vapor de 30 litros por hora y el extractor -6- una capacidad de 500 litros.

Ejemplos

1. Aceite esencial extraído por destilación por vapor

10

Después de la extracción del aceite esencial por destilación por vapor, a una temperatura de 115°C, se fraccionaron 100 g de aceite esencial por destilación fraccionada al vacío. La temperatura de ebullición de la primera fracción se situó entre 62,5°C y 66°C y el peso de la primera fracción fue de $38,5 \pm 1$ g, teniendo una demora de 1,5-2 min en la destilación, al vacío, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

15

La cantidad de la segunda fracción obtenida fue de 21 ± 1 g, siendo la temperatura de ebullición entre 66°C y 67°C, teniendo esta fracción una demora de 2-2,5 min en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición. La cantidad de fracción residual obtenida fue de 40 ± 1 g y no entró en ebullición por debajo de 70°C.

20

Se efectuó el refraccionamiento de la primera fracción y se obtuvo de la primera fracción una cantidad de 16 ± 1 g, a una temperatura entre 62,5°C y 66°C, teniendo una demora aproximadamente de 5-6 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

25

Después de ésta, la cantidad obtenida de la segunda fracción fue de 17 ± 1 g, a una temperatura entre 65°C y 69°C, teniendo una demora aproximadamente de 5-6 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición. La fracción residual no entró en ebullición por debajo de los 70°C teniendo una cantidad de esta fracción que fue de $5,5 \pm 1$ g.

30

Se efectuó el refraccionamiento de la segunda fracción y se obtuvo de esta segunda fracción una cantidad de 5 ± 1 g, a una temperatura entre 62,5°C y 66°C, teniendo una demora aproximadamente de 3,5-4 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

35

Una cantidad de la segunda fracción fue obtenida a una temperatura entre 64,5°C y 65°C, con un peso de $6,5 \pm 1$ g, teniendo una demora aproximadamente de 4-5 minutos en la destilación desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

5

Una cantidad de la tercera fracción fue obtenida a una temperatura entre 65°C y 65,5°C, con un peso de $2 \pm 0,5$ g, teniendo una demora aproximadamente de 4-5 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición. La fracción residual obtenida, con 7 ± 1 g y no entró en ebullición por debajo de los 70°C.

10

2. Aceite esencial extraído por hidrodestilación

Después de la extracción del aceite esencial por hidrodestilación, a una temperatura de 115°C, se fraccionaron 100 g de aceite esencial a un vacío elevado. La temperatura de ebullición de la primera fracción se situó entre 52°C y 62°C y el peso de la primera fracción fue de 24 ± 1 g, que se demoró 10-11 minutos en la destilación al vacío elevado, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

15

La cantidad de segunda fracción obtenida fue de 36 ± 1 g, la temperatura de ebullición se situó entre 62°C y 63°C y esta fracción se demoró 10-11 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición. La cantidad de fracción residual obtenida fue de 40 ± 1 g y no entró en ebullición por debajo de los 65°C.

20

Se efectuó el refraccionamiento de la primera fracción y se obtuvo de la primera fracción una cantidad de $6,2 \pm 1$ g, a una temperatura entre 60°C y 62,5°C, teniendo una demora de 4-5 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

25

Después de ésta, la segunda cantidad de fracción obtenida fue de $8,5 \pm 1$ g, a una temperatura entre 62,5°C y 63°C, teniendo una demora aproximadamente de 4-5 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición. La fracción residual no entró en ebullición por debajo de los 65°C, teniendo una cantidad de esta fracción que fue de 9 ± 1 g.

30

Se efectuó el refraccionamiento de la segunda fracción y se obtuvo de esta segunda fracción una primera cantidad de 18 ± 1 g, a una temperatura entre 61,5°C y 64°C, teniendo

35

una demora aproximadamente de 6-7 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición.

5 Una cantidad de la segunda fracción fue obtenida a una temperatura entre 64°C y 65°C, con un peso de $5,9 \pm 1$ g, teniendo una demora aproximadamente de 6-7 minutos en la destilación, desde que se alcanzó la temperatura de ebullición. La fracción residual no entró en ebullición por debajo de los 65°C, teniendo una cantidad de esta fracción que fue de 11 ± 1 g.

10 Tal y como será obvio para cualquier experto en la materia, es posible efectuar diversas alteraciones a los detalles, que, a pesar de esto, deben quedar incluidos en el alcance de la presente invención.

La presente invención está limitada sólo por el espíritu de las siguiente reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, para la producción de aromas y fragancias dinámicos, que comprende las siguientes etapas:
- 5
- a) Extracción de aceites esenciales a partir de una resina natural, por destilación efectuada en un intervalo entre 90°C y 140°C, a un vacío de -98 a -101,3 kPa;
 - 10 b) Separación de una mezcla aceite-agua utilizando un separador que dispone de un embudo de decantación invertido en su parte superior y secado del aceite esencial sobre sulfato de sodio anhidro;
 - c) Fraccionamiento del aceite esencial utilizando un destilador al vacío, en el intervalo de temperatura entre 40°C a 80°C, a un vacío de -98 a -101,3 kPa;
 - 15 d) Purificación de las fracciones recogidas a una temperatura entre -60 y -100°C, a un vacío entre -98 a -101,3 kPa;
 - 20 e) Separación de las fracciones solidificadas, a una temperatura entre -60°C y -100°C;
 - f) Enfriamiento de las fracciones restantes a una temperatura entre -60 y -100°C, a un vacío de -98 a -101,3 kPa;
- 25 y, opcionalmente:
- g) antes de la purificación en la etapa d), al menos un refraccionamiento, efectuado a una temperatura entre 50°C y 80°C.
- 30 2. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales, según la reivindicación 1, caracterizado porque la destilación es una hidrodestilación.
3. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales, según la reivindicación 1, caracterizado porque la destilación es una destilación por vapor.

35

4. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la resina natural es incienso.
5. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque los compuestos extraídos son α -pineno, en una cantidad del 40 al 70%, β -mirceno, en una cantidad del 10 al 20%, DL-limoneno, en una cantidad del 10 al 18%, sabineno, en una cantidad del 2 al 5%, 2- β -pineno, en una cantidad del 1 al 3% y otros compuestos, en una cantidad del 7 al 10%, estando los porcentajes de componentes calculados por la relación entre su peso y el peso total del aceite esencial.
6. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, según la reivindicación 5, caracterizado porque los compuestos extraídos son 55% de α -pineno, 16% de β -mirceno, 14% de DL-limoneno, 4% de sabineno, 2% de 2- β -pineno y 9% de otros compuestos.
7. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, según la reivindicación 1, caracterizado porque la extracción se realiza a un vacío entre -98 y -101,3 kPa y a una temperatura de 115°C.
8. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, según la reivindicación 1, caracterizado porque las fracciones son purificadas a una temperatura entre -60°C y -100°C y a un vacío entre -98 y -101,3 kPa.
9. Procedimiento de extracción y purificación de aceites esenciales a partir de resinas naturales, según la reivindicación 8, caracterizado porque las fracciones son purificadas a una temperatura de -85°C.
10. Instalación para la realización del procedimiento según la reivindicación 1, caracterizada porque comprende una columna de vidrio, una bomba de agua (2), un separador (3), un condensador (4), una bomba de vacío (5) y un extractor (6).
11. Instalación, según la reivindicación 10, caracterizada porque la columna de vidrio, tiene las dimensiones de 3,048 x 0,0762 metros (longitud x diámetro) con un vacío optimizado entre -98 a -101,3 kPa.

12. Instalación, según la reivindicación 10, caracterizada porque la caldera (1) presenta una presión máxima de vapor entre 25 y 35 litros por hora, el extractor (6) presenta una capacidad entre 450 y 550 litros, el condensador (4) una capacidad máxima de 35 litros por hora y el separador (3) está equipado con un embudo invertido de 500 ml, con una capacidad de 200 litros.

13. Instalación, según la reivindicación 12, caracterizada porque la caldera (1) tiene una presión máxima de vapor de 30 litros por hora y el extractor (6) una capacidad de 500 litros.

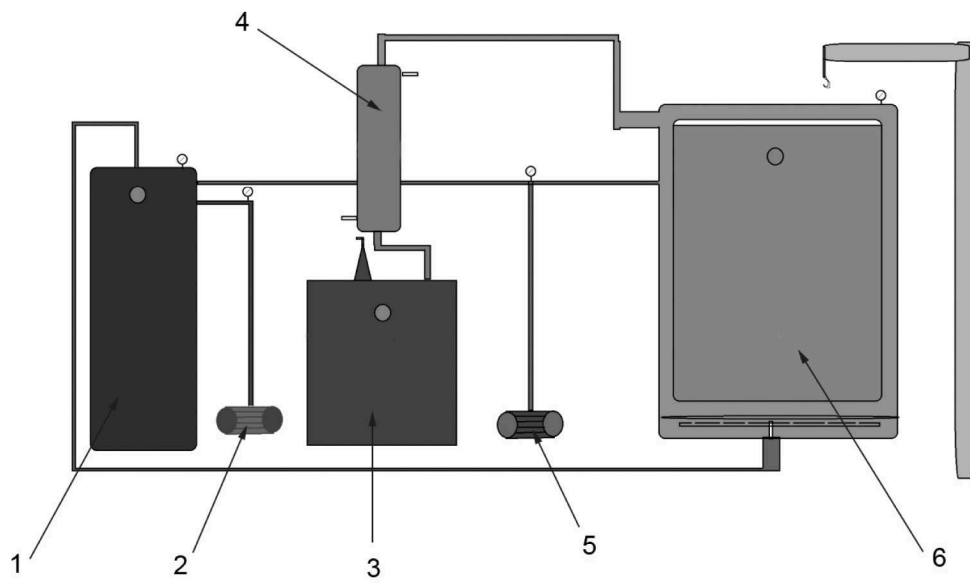


Fig.1

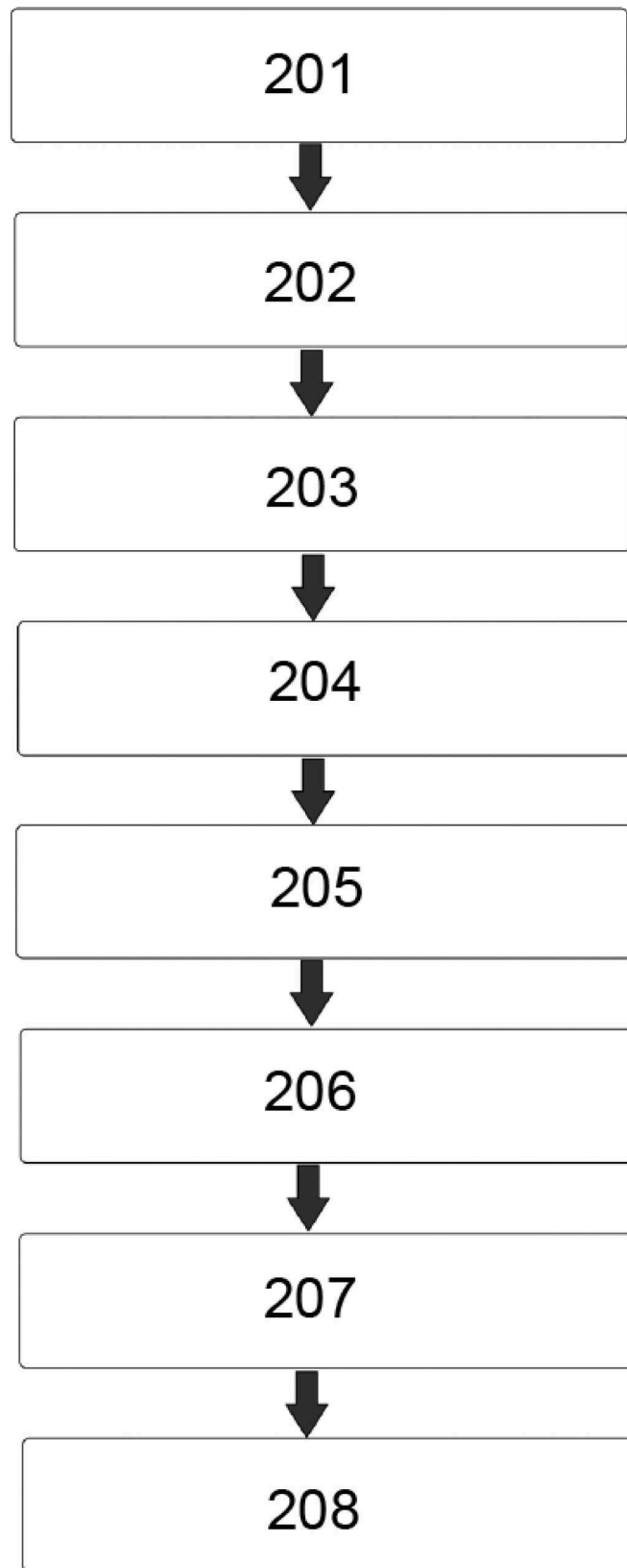


Fig.2

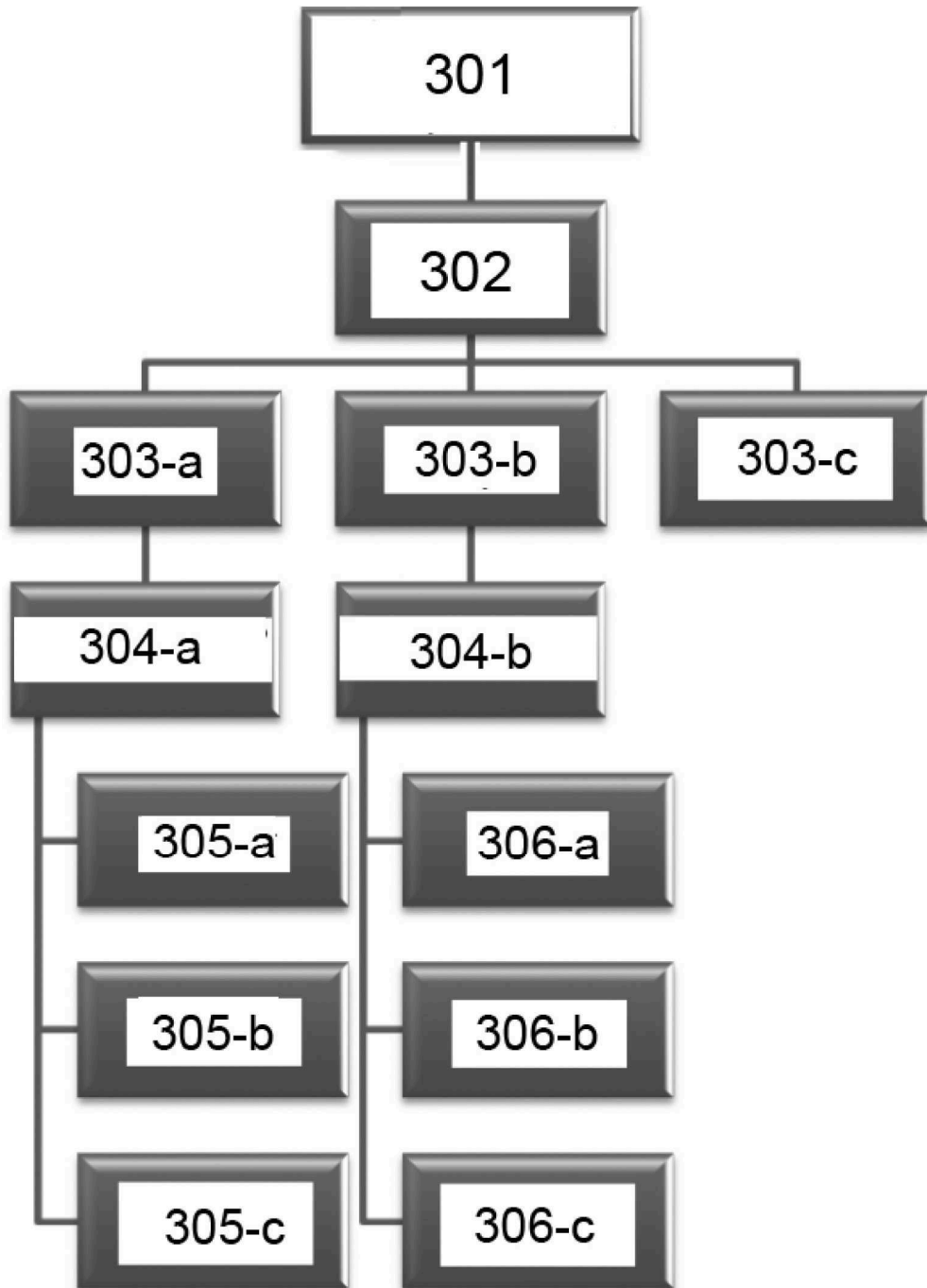


Fig.3