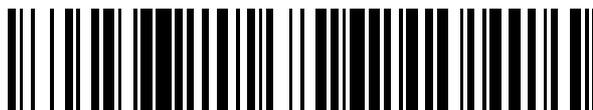


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 670 473**

51 Int. Cl.:

**B01D 11/04** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2015** E 15197955 (6)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.04.2018** EP 3175897

54 Título: **Procedimiento mejorado para la extracción de sustancias aromatizantes a partir de fases líquidas grasas y/o acuosas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**30.05.2018**

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**WIESMUELLER, JOHANN;  
MICHLBAUER, FRANZ;  
OBERBAUER, GUENTHER;  
HAUSNER, HELMUT y  
KAISER, HARALD**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 670 473 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 mejorado para la extracción de sustancias aromatizantes a partir de fases líquidas grasas y/o acuosas

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la extracción continua de una fase líquida acuosa y/o grasa, con un gas en estado líquido o supercrítico.

Antecedentes de la invención

10 Las sustancias aromatizantes a partir de diversas sustancias naturales se emplean en diversos campos, como productos alimenticios, cosméticos, pero también en productos farmacéuticos. El concepto "sustancias aromatizantes" en el sentido de la presente invención designa generalmente compuestos volátiles en productos alimenticios, que se perciben con los receptores de olor directamente a través de la nariz o a través de la cavidad faríngea al comer o beber. En la literatura se describen a este respecto más de 7000 compuestos químicos correspondientes (RÖMPP Lexikon Lebensmittelchemie, Ed. Gerhard Eisenbrand, Peter Schreier, 2ª edición, 2006, editorial Georg-Thieme, página 75).

15 Las sustancias aromatizantes procedentes de frutas, por ejemplo, están constituidas por pocas docenas a varios cientos de compuestos químicos según tipo de planta. Estos compuestos químicos son especialmente hidrocarburos (terpenos y sesquiterpenos) y compuestos oxigenados (alcoholes, aldehídos, cetonas, ácidos, fenoles, lactonas, acetales, éteres y ésteres).

20 Por ejemplo en la producción de concentrados de zumos de frutas se producen disoluciones acuosas que contienen aromas frutales: en este caso, el espesado de zumos de frutas se efectúa mediante evaporación. Los aromas frutales contenidos en los vapores frutales se deben añadir de nuevo al zumo rediluido antes del envasado. Sin embargo, el inconveniente de este concentrado de aroma es su baja estabilidad al almacenaje, que se puede atribuir esencialmente al contenido en agua del extracto aromático. Por lo tanto, en el estado de la técnica se desarrollaron procedimientos para la concentración ulterior de los aromas frutales contenidos en los vapores frutales, por ejemplo en el documento EP 0 482 651 A1. Estos procedimientos se basan en que los aromas frutales se extraen con ayuda de un agente de extracción a partir de los vapores frutales, y de este modo se concentran ulteriormente. Naturalmente, también existen procedimientos que están orientados a eliminar sustancias aromatizantes no deseadas a partir de disoluciones acuosas. A este respecto, por ejemplo el documento EP 0 041 723 A2 describe la extracción de sustancias aromatizantes a partir de levadura de cerveza.

30 Además de la extracción de sustancias aromatizantes a partir de disoluciones acuosas, también la extracción de sustancias aromatizantes a partir de medios viscosos, como aceites y grasas, son de gran importancia económica y se describen en el estado de la técnica (WO 96/11043; R. Eggers & H. Wagner, J Supercrit Fluid 1993, 6, 31 - 37). Como en el caso de las disoluciones acuosas, en muchos casos éstas son las sustancias aromatizantes en estos aceites y grasas, que se emplean en cosméticos y/o productos alimenticios.

35 Éste es el caso sobre todo en grasas y aceites de origen vegetal. S. Krist, "Lexikon der pflanzlichen Fette und Öle", 2ª edición, editorial Springer Viena 2013, páginas 218, 219, 262 describe de manera ejemplar los compuestos químicos que son responsables del espectro aromático de cacahuete, o bien avellana. Estas grasas y aceites de origen vegetal se pueden obtener mediante diversos procedimientos, como por ejemplo destilación de vapor y extracción (resumidos, por ejemplo, en S. M. Pourmortazavi & S. S. Hajimirsadeghi, J Chromatogr A 2007, 1163, 2 - 24) a partir del respectivo material vegetal.

40 No obstante, en muchos casos se deben eliminar además sustancias aromatizantes de olor desagradable a partir de aceites y grasas. Este es frecuentemente el caso si se trata de aceites o grasas de origen animal. En estos casos no son las sustancias aromatizantes de olor desagradable, sino más bien los aceites y grasas liberados de las sustancias aromatizantes, que son de interés económico y, por lo tanto, se elaboran ulteriormente. Los aceites y grasas animales se pueden producir, por ejemplo, en la matanza o en la elaboración de pescado, o bien carne.

45 En los procedimientos de extracción del estado de la técnica se emplean gases en estado líquido o supercrítico como agentes de extracción. En este caso se trata muy frecuentemente de CO<sub>2</sub> supercrítico, que se emplea bajo condiciones de alta presión (por ejemplo 260 bar, 50°C). En este caso, el agente de extracción (CO<sub>2</sub> supercrítico) se mezcla con la fase a extraer en una columna en contracorriente o en corriente paralela, mediante lo cual las sustancias aromatizantes pasan de la fase a extraer al agente de extracción. En otro paso de procedimiento, las sustancias aromatizantes aisladas se pueden separar entonces del CO<sub>2</sub> supercrítico cargado, trasladar al último en estado gaseoso mediante correspondiente variación de la presión y/o de la temperatura, y eliminar fácilmente de este modo. Estos procedimientos se llevan a cabo continuamente.

5 Mientras que el estado de la técnica describe numerosos procedimientos para la extracción de sustancias aromatizantes a partir de fases líquidas acuosas y/o grasas, existe además una necesidad de mejorar ulteriormente estos procedimientos descritos respecto a la eficiencia de extracción. Por lo tanto, la tarea de la presente invención consistía en poner a disposición un procedimiento para la extracción de una fase líquida acuosa y/o grasa, con la que fuera posible una extracción más eficiente frente a los procedimientos del estado de la técnica.

Descripción de la invención

Sorprendentemente, ahora se descubrió un procedimiento que soluciona la tarea citada anteriormente de manera inesperada.

10 Por consiguiente, es objeto de la invención un procedimiento para la extracción continua de una fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$  que comprende sustancias aromatizantes, con un gas  $G_1$  en estado líquido o supercrítico,

(a) mezclándose una corriente continua  $S_{F_1}$  de  $F_1$  con una corriente continua  $S_{G_1}$  de  $G_1$  en corriente paralela, mediante lo cual se obtiene una corriente continua  $S_1$  de una mezcla de  $S_{F_1}$  y  $S_{G_1}$ ;

(b) conduciéndose la corriente  $S_1$  obtenida en el paso (a) continuamente a través de un reactor  $R$  con una superficie interna  $O_I$  y una superficie externa  $O_A$ ,

15 entrando en contacto  $S_1$  con la superficie interna  $O_I$  del tubo  $R$  y extrayéndose de este modo en  $S_1$  las sustancias aromatizantes contenidas en  $S_{F_1}$  al menos parcialmente en  $S_{G_1}$  al atravesar el tubo  $R$ ,

20 mediante lo cual, después de atravesar el tubo  $R$ , se obtiene una corriente continua  $S_2$  de una mezcla de una corriente continua  $S_{F_2}$  a partir de la fase líquida  $F_2$  empobrecida en sustancias aromatizantes frente a  $S_{F_1}$ , y una corriente continua  $S_{G_2}$  a partir del gas  $G_2$  líquido y/o supercrítico enriquecido con sustancias aromatizantes frente a  $S_{G_1}$ , caracterizado por que

(c) al menos una parte de la corriente  $S_2$  entra en contacto con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  al menos parcialmente, de modo que tiene lugar un intercambio de calor entre  $S_2$  y  $S_1$ , y caracterizado por que el sentido de flujo de la corriente  $S_1$  en la salida del tubo  $R$  está orientado al menos parcialmente contra la fuerza de gravedad.

25 El procedimiento según la invención se distingue por una eficiencia de extracción elevada frente al estado de la técnica. Esto se muestra en las tasas de extracción mejoradas, que se obtienen con el procedimiento según la invención en comparación con los procedimientos del estado de la técnica.

En el procedimiento según la invención se emplean una fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$  que comprende sustancias aromatizantes, así como un gas  $G_1$  en estado líquido o supercrítico.

30 En el paso (a) del procedimiento según la invención se mezcla una corriente continua  $S_{F_1}$  de  $F_1$  con una corriente continua  $S_{G_1}$  de  $G_1$  en corriente paralela.

35 En este caso, el concepto "fase líquida" implica que  $F_1$  en el paso (a) del procedimiento según la invención se emplea a una temperatura  $T_{F_1}$  y a una presión  $p_{F_1}$  en la que  $F_1$  se presenta en el estado de agregación líquido. La temperatura  $T_{F_1}$  necesaria a tal efecto y la presión  $p_{F_1}$  necesaria a tal efecto se pueden seleccionar por el especialista en base a sus conocimientos técnicos. El empleo como fase líquida es necesario, para que se garantice una fluidez de  $F_1$  suficiente.

En este caso, "fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$ " significa que se puede tratar de una fase líquida acuosa  $F_1$  o de una fase líquida grasa  $F_1$  o de una fase líquida  $F_1$  que es tanto acuosa, como también grasa.

40 Una fase líquida acuosa  $F_1$  es especialmente una disolución acuosa que contiene sustancias aromatizantes. Como "disolución acuosa que contiene sustancias aromatizantes" entra en consideración en especial una disolución acuosa que contiene aromas frutales, y preferentemente el agua condensada obtenida en la evaporación de aromas frutales. Los "aromas frutales" son los aromas frutales característicos de las respectivas frutas. Agua condensada designa el condensado de vapores procedentes de la evaporación de zumos de fruta. Los aromas frutales pueden proceder de cualquier tipo de fruta habitual. En este caso, en especial entran en consideración las siguientes frutas: piña, manzana, peras, dátiles, kumquats, kiwis, ciruelas, cerezas, albaricoques, naranjas, limas, pomelos, fresas,

frambuesas, moras, arándanos, arándanos agrios, serbas, nísperos, bayas, grosellas rojas, grosellas negras, grosellas espinosas. Son especialmente preferentes las manzanas.

Si  $F_1$  es una fase líquida acuosa,  $T_{F1}$  se sitúa en especial en el intervalo  $> 0\text{ °C}$  y  $< 100\text{ °C}$ . En este caso,  $T_{F1}$  es preferentemente  $\geq 15\text{ °C}$ , de modo más preferente  $\geq 20\text{ °C}$ , de modo aún más preferente  $\geq 25\text{ °C}$ .  $T_{F1}$  se puede seleccionar incluso a partir del intervalo  $32\text{ °C}$  a  $95\text{ °C}$ , preferentemente  $45\text{ °C}$  a  $85\text{ °C}$ , de modo más preferente  $50\text{ °C}$  a  $75\text{ °C}$ , de modo aún más preferente  $60\text{ °C}$  a  $70\text{ °C}$ . Simultáneamente, si  $F_1$  es una fase líquida acuosa, la presión  $p_{F1}$  se sitúa en especial en el intervalo 1 bar a 400 bar, preferentemente en el intervalo de 74 bar a 350 bar, más preferentemente en el intervalo de 100 bar a 300 bar, de modo aún más preferente en el intervalo de 100 bar a 260 bar.

10 Una fase líquida grasa  $F_1$  es especialmente una grasa o un aceite de origen vegetal o animal que contiene sustancias aromatizantes.

Como grasas y aceites de origen vegetal y que contienen sustancias aromatizantes, en este caso entran en consideración (en caso dado los conceptos en latín indicados entre paréntesis designan el tipo de planta a partir de la que se obtiene el aceite en cuestión): aceite de algas, aceite de semillas de albaricoque (*Prunus armeniaca*),  
 15 aceite de argán (*Argania spinosa*), aceite de aguacate (*Persea americana*), aceite de babasu (*Attalea speciosa*),  
 aceite de semillas de algodón (*Gossypium*), aceite de behen (*Moringa oleifera*), aceite de borraja (*Borago officinalis*),  
 aceite de semillas de ortiga (*Urtica pilulifera* oder *Urtica dioica*), aceite de semillas de anacardo (*Anacardium  
 20 occidentale*), manteca de cupuacu (*Theobroma grandiflorum*), aceite de cártamo (*Carthamus*), aceite de cacahuete  
 (*Arachis hypogaea*), aceite de semillas de escaramujo (Rosa), aceite de mostaza (*Cannabis*), aceite de avellana  
 (*Corylus avellana*), aceite de Jatropha (*Jatropha curcas*), aceite de yoyoba (*Simmondsia chinensis*), aceite de granos  
 de café (*Coffea*), manteca de cacao (*Theobroma cacao*), aceite de camelia (*Camellia*), palmera de col (*Euterpe  
 25 oleracea*), aceite de coco (*Cocos nucifera*), aceite de semillas de calabaza (*Cucurbita*), aceite de camelina (*Camelina  
 sativa*), aceite de linaza (*Linum*), aceite de gérmen de maíz (*Zea mays*), aceite de macadamia (*Macadamia  
 integrifolia*, *Macadamia tetraphylla*), aceite de almendra (*Prunus dulcis*), manteca de mango (*Mangifera indica*),  
 30 aceite de amapola (*Papaver*), aceite de onagra (*Oenothera biennis*), aceite de oliva (*Olea europaea*), aceite de  
 semillas de palma (a partir de semillas de *Elaeis guineensis*), aceite de palma (a partir de pulpa de *Elaeis  
 guineensis*), aceite de semillas de papaya (*Carica papaya*), aceite de nuez pecán (*Carya illinoensis*), aceite de  
 perilla (*Perilla frutescens*), aceite de pistacho (*Pistacia vera*), aceite de colza (*Brassica napus*), aceite de arroz  
 (*Oryza sativa*), aceite de ricino (*Ricinus communis*), aceite de semillas de espino amarillo (semillas de *Hippophae  
 35 rhamnoides*), aceite de espino amarillo (pulpa de *Hippophae rhamnoides*), aceite de comino negro (*Nigella sativa*),  
 aceite de mostaza (*Brassica nigra*), aceite de sésamo (*Sesamum indicum*), manteca de karité (*Vitellaria paradoxa*),  
 aceite de soja (*Glycine max*), aceite de girasol (*Helianthus annuus*), aceite de semillas de uva (*Vitis vinifera*), aceite  
 de tung (*Vernicia, Aleurites*), aceite de nuez (*Juglans regia*), aceite de semillas de sandía (*Citrullus lanatus*), aceite  
 de gérmen de trigo (*Triticum*). Son preferentes aceite de coco, aceite de avellana y aceite de cacahuete, es  
 especialmente preferente aceite de avellana.

Como grasas y aceites de origen animal y que contienen sustancias aromatizantes, en este caso entran en consideración: grasa de marmota, grasa láctea, aceite de pescado, aceite de hígado de bacalao, grasa láctea, manteca de cerdo, sebo bovino, lanolina.

40 Si  $F_1$  es una fase líquida grasa,  $T_{F1}$  se debe situar por encima del intervalo de fusión de  $F$ . El intervalo de fusión de una determinada grasa o un determinado aceite es conocido por el especialista y/o se puede determinar por el especialista de manera rutinaria. Habitualmente, los aceites se presentan en estado de agregación líquido a temperatura ambiente, las grasas a temperaturas  $\geq 31\text{ °C}$ . A una temperatura  $T_{F1}$  de  $T_{F1} \geq 31\text{ °C}$ , en especial  $T_{F1} \geq 50\text{ °C}$ , preferentemente  $T_{F1} \geq 60\text{ °C}$ , todas las grasas y todos los aceites de origen vegetal y animal se presentan en estado de agregación líquido.

45 Por consiguiente, si  $F_1$  es una fase líquida grasa,  $T_{F1}$  se sitúa en especial en el intervalo de  $> 15\text{ °C}$  a  $< 100\text{ °C}$ . En este caso,  $T_{F1}$  es preferentemente  $\geq 20\text{ °C}$ , de modo aún más preferente  $\geq 25\text{ °C}$ .  $T_{F1}$  se puede seleccionar incluso a partir del intervalo  $32\text{ °C}$  a  $95\text{ °C}$ , preferentemente  $45\text{ °C}$  a  $85\text{ °C}$ , más preferentemente  $50\text{ °C}$  a  $75\text{ °C}$ , de modo aún más preferente  $60\text{ °C}$  a  $70\text{ °C}$ . Simultáneamente, si  $F_1$  es una fase líquida grasa, la presión  $p_{F1}$  se sitúa en especial en el intervalo de 1 bar a 400 bar, preferentemente en el intervalo de 74 a 350 bar, más preferentemente en el  
 50 intervalo de 100 bar a 290 bar, de modo aún más preferente en el intervalo de 100 bar a 26 bar.

Si  $F_1$  es una fase líquida, que es tanto acuosa, como también grasa,  $T_{F1}$  y  $p_{F1}$  tienen preferentemente los valores que se indican para el caso de que  $F_1$  sea una fase líquida grasa.

Para el ajuste de la temperatura  $T_{F1}$  se puede utilizar una calefacción conocida por el especialista.

Además, en el procedimiento según la invención se emplea un gas  $G_1$  que se presenta en estado líquido o supercrítico. En este caso, "gas  $G_1$ " implica que la respectiva sustancia se presenta en estado gaseoso a temperatura normal (25 °C) y presión normal (1 bar) en estado gaseoso. En este caso, el gas  $G$  se emplea a una temperatura  $T_{G1}$  y una presión  $p_{G1}$  a la que se presenta en estado líquido o supercrítico, preferentemente en estado supercrítico. El ajuste de tales condiciones de temperatura y presión son conocidos por el especialista. Para el ajuste del estado supercrítico se ajusta la respectiva sustancia a una temperatura  $T_{G1}$  y una presión  $p_{G1}$  que se sitúa por encima de la presión y la temperatura en el punto crítico de esta sustancia.

Los puntos críticos de algunos gases  $G_1$  se desprenden de la siguiente lista:

Agente de extracción	$p_{crit.}$	$T_{crit.}$
CO <sub>2</sub>	72,9 bar	31,0 °C
N <sub>2</sub> O	71,4 bar	36,5 °C
Butano	37,5 bar	152,0 °C
Propano	42,0 bar	96,8 °C
Propeno	46,6 bar	92,4 °C
Etano	50,7 bar	9,5 °C

$G_1$  se selecciona especialmente entre dióxido de carbono, etano, propano, propeno, butano, N<sub>2</sub>O y mezclas de los mismos.  $G_1$  se selecciona preferentemente a partir de dióxido de carbono, propano y mezclas de los mismos.  $G_1$  es más preferentemente dióxido de carbono, del modo más preferente dióxido de carbono supercrítico. Si en el caso del gas  $G_1$  se trata de CO<sub>2</sub>, y éste se debe emplear en estado de agregación supercrítico, en el paso a) del procedimiento según la invención se ajusta en especial una temperatura por encima de la temperatura crítica de CO<sub>2</sub> y por debajo de 100 °C, en especial en el intervalo de 32 °C a 95 °C, preferentemente 45 °C a 85 °C, más preferentemente 50 °C a 75 °C, de modo aún más preferente 60 °C a 70 °C. Simultáneamente, si en el caso del gas  $G_1$  se trata de CO<sub>2</sub>, y éste se debe emplear en estado de agregación supercrítico, en el paso a) del procedimiento según la invención se ajusta en especial una presión por encima de la presión crítica de CO<sub>2</sub> y por debajo de 400 bar, preferentemente en el intervalo de 74 bar a 350 bar, más preferentemente en el intervalo de 100 bar a 290 bar, de modo aún más preferente en el intervalo de 100 bar a 260 bar.

Ambas corrientes  $S_{G1}$  y  $S_{F1}$  presentan una determinada tasa de flujo másico constante. En el caso de  $S_{G1}$ , la tasa de flujo másico se denomina  $Q_{G1}$ . En el caso de  $S_{F1}$ , la tasa de flujo másico se denomina  $Q_{F1}$ . Se entiende por tasa de flujo másico  $Q_{G1}$ , en el caso de  $S_{G1}$ , la masa de gas supercrítico o líquido  $G_1$ , que pasa una sección transversal dada en el sistema en un tiempo determinado. En el caso de  $S_{F1}$ , se entiende por tasa de flujo másico  $Q_{F1}$  la masa de  $F_1$ , que pasa una sección transversal dada en el sistema en un tiempo determinado. La unidad de tasa de flujo másico es "kg s<sup>-1</sup>".  $Q_{G1}$  y  $Q_{F1}$  se pueden determinar según métodos conocidos por el especialista, por ejemplo por medio de un sensor de flujo, como se describen, entre otras, en la norma DIN EN ISO 5167 1-4, de G. Strohmman, Messtechnik im Chemiebetrieb, Múnich 2004, Oldenbourg Industrieverlag o por O. Fiedler, Strömungs- und Durchflusmesstechnik, Múnich 1992, Oldenbourg Industrieverlag.

$S_{G1}$  y  $S_{F1}$  se mezclan entonces en el paso (a) del procedimiento según la invención, con lo cual se obtiene una corriente continua ( $S_1$ ) de una mezcla de  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$ .

En este caso, el paso (a) del procedimiento según la invención se puede llevar a cabo en cualquier sistema apropiado que posibilite un mezclado de ambas corrientes  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$ . Habitualmente, ambas corrientes  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$ , antes de su mezclado, se hacen pasar por un tubo de circulación respectivamente, en cuyo extremo inciden y se mezclan para dar la corriente  $S_1$  con ayuda de una bomba de alta presión. Después se conduce  $S_1$  a través de un tubo  $R$  en el paso b) del procedimiento según la invención, como se describe más adelante.

En este caso, para el procedimiento según la invención es esencial que el mezclado de ambas corrientes  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$  se efectúa en corriente paralela. En este caso, la característica "en corriente paralela" significa que ambos vectores que apuntan a la dirección de flujo de la respectiva corriente, al menos en el punto en el que ambas corrientes  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$  inciden y se mezclan, forman un ángulo  $\alpha$  de  $\leq 90^\circ$ . A modo de ejemplo, la corriente  $S_{G1}$  se puede conducir en paralelo con la corriente  $S_{F1}$  por separado en dos tubos de circulación aislados, que terminan en un tercer tubo a la misma altura en el punto en el que se efectúa el mezclado (el ángulo descrito anteriormente es entonces  $\alpha = 0^\circ$ ). En este tercer tubo se efectúa entonces el mezclado. En el sentido de la invención se mezcla asimismo una de las corrientes, por ejemplo  $S_{F1}$ , con la otra corriente, por ejemplo  $S_{G1}$ , formando ambos vectores que apuntan al sentido de flujo de la respectiva corriente un ángulo agudo o un ángulo recto en el punto en el que se mezclan ambas corrientes  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$ .

La proporción másica de  $S_{F1} : S_{G1}$  en el paso b) del procedimiento se sitúa en este caso en el intervalo de 1 : 1 a 1 : 50, preferentemente 1 : 3 a 1 : 15. Por consiguiente, ésta es automáticamente la proporción de masa de  $F_1$  y la masa de gas líquido o supercrítico  $G_1$  en la corriente  $S_1$  resultante. La corriente  $S_1$  es una mezcla heterogénea constituida por fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$  que comprende sustancias aromatizantes y el gas  $G_1$  en estado líquido o supercrítico. Por lo tanto, la corriente  $S_1$  resultante se presenta en forma bifásica, y comprende  $S_{F1}$  como una fase y  $S_{G1}$  como la otra fase.

La corriente  $S_1$  obtenida en el paso a) se conduce entonces continuamente a través de un tubo  $R$  con una superficie interna  $O_i$  y una superficie externa  $O_A$  en el paso b) del procedimiento según la invención. El tubo  $R$  puede presentar cualquier geometría concebible y ser un tubo de circulación simple, que puede ser curvado (por ejemplo en forma de espiral) o no curvado, y puede presentar en sección transversal la geometría de un cilindro circular recto o también de un triángulo, rectángulo, pentágono o polígono. El tubo  $R$  es preferentemente un tubo de circulación simple, cuya sección transversal presenta la geometría de un cilindro circular recto. El tubo  $R$  puede presentar o también no presentar elementos de inserción, pero preferentemente no presenta elementos de inserción.

El material a partir del cual se fabrica el tubo debe garantizar en este caso una buena conductividad térmica. En especial, el tubo está constituido al menos parcialmente por acero refinado.

En este caso es esencial para la invención que la corriente  $S_1$  obtenida en el paso a) atraviese el tubo  $R$  y de este modo se extraigan las sustancias aromatizantes contenidas en  $S_{F1}$  al menos parcialmente en  $S_{G1}$ . Esto se efectúa automáticamente en el mezclado de  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$  en la corriente  $S_1$  en el paso del tubo debido a la ley de distribución de Nernst.

En este caso, el tubo  $R$  presenta una superficie interna  $O_i$  y una superficie externa  $O_A$ . En este caso, según la invención se debe entender por "superficie interna  $O_i$ " la parte de superficie del tubo  $R$ , que entra en contacto con la corriente  $S_1$  en el paso (b). En este caso, según la invención se debe entender por "superficie externa  $O_A$ " la parte de superficie de tubo  $R$  que no se entra en contacto con la corriente  $S_1$  en el paso (b).

Las sustancias aromatizantes se extraen en la corriente  $S_1$  simplemente atravesando la corriente  $S_1$ , que comprende ciertamente  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$ , el tubo  $R$  por la fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$  en la fase gaseosa líquida o supercrítica  $G_1$ . Esto resulta ya de la ley de distribución de Nernst. Se puede mejorar la extracción aún más si se procura que la corriente  $S_1$  atraviese el tubo  $R$  en estado de circulación turbulento. Esto garantiza una transferencia de materia aún mejor de sustancias aromatizantes de la fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$  en la fase gaseosa líquida o supercrítica  $G_1$ . Ya que la corriente  $S_1$  tiene una composición determinada en cualquier caso y, por consiguiente, su densidad y su viscosidad dinámica están determinadas, y ya que el tubo  $R$  presenta una geometría fijada, el índice de Reynolds  $Re$  de la corriente  $S_1$ , y con este el estado de circulación de la corriente  $S_1$  según la siguiente ecuación <1> depende únicamente de su velocidad de circulación  $v_1$ . Si el índice de Reynolds de la corriente  $S_1$  sobrepasa un valor crítico,  $S_1$  pasa del estado de circulación laminar al turbulento. El índice de Reynolds se calcula según la siguiente ecuación <1>:

$$\langle 1 \rangle \quad Re = \frac{2r v_1 \rho}{\eta}$$

En el caso de un tubo circular,  $r$  es su radio.

$\rho$  es la densidad de la mezcla de  $F_1$  y  $G_1$  líquido o supercrítico contenida en la corriente  $S_1$ .

$\eta$  es la viscosidad dinámica de la mezcla de  $F_1$  y  $G_1$  líquido o supercrítico contenida en la corriente  $S_1$ .

Por consiguiente, con ayuda de la ecuación <1>, el especialista puede calcular en cada caso a partir de qué velocidad de circulación  $v_1$  de la corriente  $S_1$  se presenta una circulación turbulenta. Alternativamente, la transición de la circulación  $S_1$  del estado de circulación laminar a turbulento, es decir, la desaparición del límite de fases continuo entre  $F_1$  y  $G_1$  líquido o supercrítico en la corriente  $S_1$ , también se puede determinar visualmente, y la

velocidad de circulación  $v_1$  de la corriente  $S_1$  se puede ajustar de manera rutinaria por el especialista de modo que se presente una circulación turbulenta. Esto es posible, por ejemplo, a través de una ventana que está presente en el tubo  $R$ , y con cuya ayuda el especialista puede observar fácilmente la aparición de una circulación turbulenta y ajustar de este modo una velocidad  $v_1$ , en la que se produce esta circulación turbulenta.

- 5 Seleccionándose la velocidad de flujo  $v_1$  de  $S_1$  en el tubo  $R$  de modo que  $S_1$  atraviese el tubo  $R$  en estado de circulación turbulento, las sustancias aromatizantes contenidas en  $F_1$  se extraen al menos parcialmente en el gas líquido o supercrítico  $G_1$  en  $S_1$  durante el paso del tubo  $R$ . Esta transición de sustancias aromatizantes de  $F_1$  en el gas líquido o supercrítico  $G_1$  se garantiza de modo especialmente conveniente si  $S_1$  atraviesa el tubo  $R$  en estado de circulación turbulento.
- 10 En el paso b) del procedimiento según la invención, la fase líquida acuosa y/o grasa  $F_1$  en la corriente  $S_1$ , al atravesar el tubo  $R$ , se empobrece en sustancias aromatizantes, y el gas  $G_1$  en estado líquido o supercrítico se enriquece en sustancias aromatizantes en la corriente  $S_1$  al atravesar el tubo  $R$ . Por consiguiente, después de atravesar el tubo  $R$  se obtiene una corriente  $S_2$  continua.  $S_2$  es la mezcla de una corriente continua  $S_{F2}$  de una fase líquida  $F_2$  y una corriente continua  $S_{G2}$  constituida por gas líquido o supercrítico  $G_2$ .  $F_2$  es una fase líquida empobrecida en sustancias aromatizantes frente a  $F_1$ .  $G_2$  es gas líquido o supercrítico enriquecido con sustancias aromatizantes frente a  $G_1$ .

Según la invención,  $S_1$  designa la corriente a partir del momento en el que  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$  se mezclan hasta el momento en el que la corriente  $S_1$  sale del tubo  $R$ . Tras la salida de la corriente  $S_1$  del tubo  $R$ , la corriente se denomina  $S_2$  según la invención.

- 20 Ahora es esencial para la invención que, tras el paso (b) del procedimiento según la invención, en un paso (c), al menos una parte de la corriente  $S_2$  entra en contacto con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  al menos parcialmente, de modo que tiene lugar un intercambio de calor entre  $S_2$  y  $S_1$ . Esto se puede llevar a cabo de modo especialmente sencillo circulando la corriente  $S_2$  al menos parcialmente a lo largo de la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$ .

- 25 De este modo, la corriente  $S_1$  que atraviesa el tubo  $R$  se tempera mediante la corriente  $S_2$  que sale en el extremo del tubo del tubo  $R$ . Ya que la corriente  $S_1$  varía forzosamente en su temperatura al atravesar el tubo  $R$ , la extracción, dependiente de la temperatura, de sustancias aromatizantes de  $G_1$  en  $F_1$  está sujeta a oscilaciones, de modo que la temperatura de  $S_1$  en el comienzo del tubo  $R$  se diferencia de la del extremo del tubo  $R$ . Este problema es tanto mayor cuanto más largo es el tubo  $R$ , y por lo tanto se intensifica en los casos en los que se debe alcanzar una extracción especialmente eficiente mediante empleo de un tubo  $R$  especialmente largo. Sorprendentemente se verificó que la eficiencia de extracción se puede mejorar claramente si la temperatura de  $S_1$  al atravesar el tubo  $R$  se mantiene constante en su longitud total utilizándose la corriente  $S_2$  como medio de calefacción para el temperado de la corriente  $S_1$  que se encuentra en el tubo  $R$ . Esto tienen la ventaja de no tener que emplear agente de refrigeración o calefacción adicional, ya que la propia corriente  $S_2$  actúa como medio de calefacción. Adicionalmente, no existe ningún medio de calefacción cuya temperatura sea tan próxima a la temperatura de  $S_1$  como  $S_2$ . Por lo tanto, la ventaja ulterior de este modo de proceder en el paso c) del procedimiento según la invención consiste en que ningún otro medio de calefacción puede reaccionar de manera tan flexible a las oscilaciones de temperatura de la corriente  $S_1$  en el tubo  $R$  y compensar éstas como  $S_2$ .

- 40 En este caso, la puesta en contacto al menos parcial de la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  mediante al menos una parte de la corriente  $S_2$  se puede efectuar de cualquier modo común para el especialista en este caso. Se debe garantizar solo que tenga lugar un intercambio de calor entre la corriente  $S_2$  que pone en contacto la superficie de contacto con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  y la corriente  $S_1$  que entra en contacto con la superficie interna  $O_I$  del tubo  $R$ . En este caso, en el paso (c) del procedimiento según la invención, en especial al menos un 10 %, preferentemente al menos un 20 %, de modo aún más preferente un 30 %, de modo aún más preferente un 40 %, de modo aún más preferente un 50 %, de modo aún más preferente un 60 %, de modo aún más preferente un 70 %, de modo aún más preferente un 80 %, de modo aún más preferente un 90 %, de modo aún más preferente un 95 % de la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  entra en contacto con la corriente  $S_2$ , no poniéndose en contacto ventajosamente más de un 95 % de la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  con la corriente  $S_2$ .

- 50 El procedimiento según la invención se lleva a cabo ventajosamente de modo que el sentido de flujo de la corriente  $S_1$  en la salida del tubo  $R$  está orientado al menos parcialmente en contra de la fuerza de gravedad. De este modo, la fuerza de gravedad actúa sobre la corriente  $S_2$ , de este modo la corriente  $S_2$  se desvía en el sentido de la fuerza de gravedad y, por lo tanto, entra en contacto automáticamente con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$ .

En otra forma de realización preferente, el tubo  $R$  conduce al espacio interno de un autoclave  $A$ , y la corriente  $S_1$  se conduce a través del tubo  $R$  al espacio interno del autoclave  $A$  en el paso (b). Los autoclaves  $A$  son conocidos por el especialista. Mediante el empleo de un autoclave  $A$  se pueden controlar mejor las condiciones de temperatura y

presión a las que se somete  $S_2$ . Simultáneamente, de este modo resulta aún la ventaja adicional de que, en una forma de realización aún más preferente, la puesta en contacto de la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  con al menos una parte de la corriente  $S_2$  se puede mejorar aún congestionándose la corriente  $S_2$  en el autoclave  $A$  y cubriendo al menos parcialmente la corriente  $S_2$  congestionada la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  que se encuentra en el espacio interno del autoclave. De este modo se mejora aún el intercambio de calor entre  $S_2$  y  $S_1$ .

La congestión de la corriente  $S_2$  en el autoclave se puede efectuar de varias maneras conocidas por el especialista. De este modo, la corriente  $S_2$  se puede congestionar en el autoclave  $A$ , en el que se deja circular  $S_2$  simplemente en el espacio interno del autoclave, el nivel de  $S_2$  en el espacio interno del autoclave aumenta cada vez más de este modo. Alternativamente, en el fondo del autoclave  $A$  o en una pared lateral del autoclave  $A$  se puede colocar un orificio, a través del cual  $S_2$  se puede descargar en parte, pero no completamente, de modo que  $S_2$  se acumula más lentamente en el autoclave  $A$ .

Ventajosamente, en el procedimiento según la invención se lleva a cabo un paso ulterior (d). En este paso (d) del procedimiento según la invención, la  $S_{G2}$  contenida en  $S_2$  se separa continuamente de la  $S_{F2}$  contenida en  $S_2$ .

Este paso (d) preferente se puede llevar a cabo junto con el paso (c). En tal forma de realización del procedimiento según la invención, que se lleva a cabo de modo aún más preferente dentro de un autoclave  $A$ , la corriente  $S_2$  se divide poco antes de la salida de la corriente  $S_1$  del tubo  $R$ , de tal manera que la  $S_{G2}$  contenida en  $S_2$  circula al menos parcialmente hacia arriba, y la  $S_{F2}$  contenida en  $S_2$  circula al menos parcialmente hacia abajo, y es también solo esta parte de  $S_2$  que circula hacia abajo la que entra en contacto con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$ . El paso (d) del procedimiento según la invención transcurre sin que sean posibles otros pasos de separación en esta forma de realización.

De modo alternativo o adicional, para mejorar la separación continua de la  $S_{G2}$  contenida en  $S_2$  de la  $S_{F2}$  contenida en  $S_2$ , tal separación se puede realizar conduciéndose la corriente  $S_2$  primeramente a un separador de fases y separándose la fase  $S_{F2}$  empobrecida en sustancias aromatizantes de la fase enriquecida con sustancias aromatizantes del gas líquido o supercrítico  $S_{G2}$ . La separación tiene lugar preferentemente reduciéndose en el separador de fases la velocidad de flujo de la corriente  $S_2$ , mediante lo cual se forma un límite de fase continuo entre  $S_{G2}$  de  $S_{F2}$ , y separándose fácilmente ambas corrientes de manera continua. La fase enriquecida, enriquecida con sustancias aromatizantes del gas líquido o supercrítico  $S_{G2}$  se conduce entonces a un separador de extractos, donde se obtiene el extracto que contiene productos aromáticos mediante reducción de presión y evaporación del gas  $G_2$  (descrito, por ejemplo, también en el documento EP 0 159 021 A2).

En las figuras 1 y 2 se describen varias formas preferentes de realización del procedimiento según la invención.

En la forma preferente de realización del procedimiento según la invención representada en la figura 1, un tubo  $R$  sin elementos de inserción o con elementos de inserción, pero preferentemente sin elementos de inserción, entra en el espacio interno de un autoclave  $A$ . El tubo  $R$  es perpendicular al fondo del autoclave  $A$  y sobresale del fondo del autoclave  $A$  [figura 1, (i)] o se concluye directamente con el fondo del autoclave  $A$  [figura 1, (ii)]. El tubo puede presentar un ángulo recto ( $90^\circ$ ) o agudo (por ejemplo  $60^\circ$  o  $45^\circ$  o  $30^\circ$ ) con el fondo del autoclave  $A$  – en la figura 1 se muestra un ángulo recto. Fuera del autoclave  $A$  se mezclan ambas corrientes  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$  en contracorriente, de modo que se obtiene una corriente  $S_1$ , que circula contra la fuerza de gravedad a través del tubo  $R$  (precisamente por que el tubo  $R$  presenta un ángulo recto o agudo respecto al fondo del autoclave  $A$ ), y en este caso entra en contacto con la superficie interna  $O_I$  del tubo  $R$ . Tras la salida de  $S_1$  del tubo  $R$  se obtiene la corriente  $S_2$ . El sentido de flujo de la corriente  $S_2$  se orienta primeramente contra la fuerza de gravedad directamente tras salida de la corriente  $S_1$  del tubo  $R$ , pero se desvía a través de la fuerza de gravedad que actúa sobre la corriente  $S_2$ . De este modo,  $S_2$  circula hacia abajo en el tubo  $R$  al menos parcialmente, y en este caso entra en contacto al menos parcialmente con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$ . De este modo tiene lugar un intercambio de calor entre  $S_1$  y  $S_2$ .

En este caso, “contra la fuerza de gravedad” significa que al menos una parte del vector de movimiento del sentido de flujo de la respectiva corriente esté orientado contra la fuerza de gravedad. Según la invención, esto se puede garantizar, como se muestra en la figura 1, conduciéndose el tubo  $R$  a través del fondo de un autoclave  $A$ , situándose un extremo del tubo  $R$  fuera del autoclave, o comenzando éste directamente en el fondo del autoclave, y terminando el otro extremo del tubo  $R$  en el espacio interno del autoclave  $A$ . En el paso b) del procedimiento según la invención, la corriente  $S_1$  se conduce a través del tubo  $R$  al espacio interno del autoclave  $A$ . En el autoclave  $A$ , la corriente  $S_1$  sale en el extremo del tubo  $R$  que se encuentra en el autoclave, y fluye como corriente  $S_2$  al menos parcialmente hacia abajo del tubo  $R$ , mediante lo cual tiene lugar un intercambio de calor entre  $S_1$  y  $S_2$ .

En una forma alternativa de realización de la presente invención, mostrada en la figura 2, el tubo  $R$  puede entrar también en el autoclave  $A$  desde una pared lateral del mismo. El tubo  $R$  es perpendicular a la pared lateral del autoclave  $A$ , y sobresale en el lado externo del autoclave desde la pared lateral del autoclave  $A$  [figura 2, (i)] o

concluye directamente con la pared lateral del autoclave **A** [figura 2, (ii)]. El tubo puede presentar un ángulo recto (90 °) o agudo (por ejemplo 60 ° o 45 ° o 30 °) respecto a la pared lateral del autoclave **A**, en tanto se garantice que el sentido de flujo de la corriente **S<sub>1</sub>** en la salida del tubo **R** esté orientado al menos parcialmente contra la fuerza de gravedad. Por lo tanto, si el tubo **R** presenta un ángulo agudo (por ejemplo 60 ° o 45 ° o 30 °) respecto a la pared lateral del autoclave **A**, el extremo del tubo **R** que se encuentra en el espacio interior del autoclave **A** se situará por encima (en el sentido de “más alejado del fondo del autoclave”) que el punto en el que el tubo **R** atraviesa la pared lateral del autoclave **A**. Por lo tanto, si el tubo **R** presenta un ángulo agudo respecto a la pared lateral del autoclave **A**, el tubo **R** debe presentar una curvatura, que asegura que el extremo del tubo **R** que se encuentra en el espacio interno del autoclave **A** se sitúe por encima (en el sentido de “más alejado del fondo del autoclave”) que el punto en el que el tubo **R** atraviesa la pared lateral del autoclave **A**. En la figura 2 se muestra el caso en el que el tubo **R** presenta un ángulo recto respecto a la pared lateral del autoclave **A** y, por lo tanto, está curvado dentro del autoclave. Esto asegura que la corriente **S<sub>1</sub>** esté orientada al menos parcialmente contra la fuerza de gravedad en la salida del tubo **R**.

El autoclave **A** no debe presentar orificios adicionales, de modo que la corriente **S<sub>2</sub>** se puede congestionar en el espacio interno del autoclave después de entrar en contacto con la superficie externa **O<sub>A</sub>** del tubo **R**. En esta forma de realización preferente, de modo aún más preferente, el intercambio de calor entre **S<sub>1</sub>** y **S<sub>2</sub>** se puede mejorar ulteriormente congestionándose de modo adicional la corriente **S<sub>2</sub>** en el espacio interior del autoclave, y sumergiéndose en este caso el tubo **R** en la corriente **S<sub>2</sub>** congestionada. Mediante el ascenso de la fase **S<sub>2</sub>** en el espacio interior del autoclave, el tubo **R** se sumerge cada vez más en éste, y el intercambio de calor entre **S<sub>1</sub>** en el tubo **R** y **S<sub>2</sub>** fuera del mismo es cada vez más uniforme de este modo. Naturalmente, esto puede continuar solo hasta que el extremo del tubo, del que sale **S<sub>2</sub>**, no se sumerge en éste en si mismo.

No obstante, el autoclave **A** puede presentar ventajosamente al menos un orificio, a través del cual la corriente **S<sub>2</sub>** se puede descargar del autoclave al menos parcialmente. Esto se puede realizar mediante un orificio **Ö<sub>B</sub>** en el fondo del autoclave y/o un orificio **Ö<sub>R</sub>** en la pared lateral del autoclave. A través de tales orificios se puede controlar mejor el nivel de **S<sub>2</sub>** en el autoclave **A**.

Los siguientes ejemplos explicarán la presente invención, sin que ésta se limite a los mismos.

#### Ejemplos

Ejemplos E1 y V1: extracción de aceite de avellana

Material de partida: aceite de avellanas tostadas

Objetivo: enriquecimiento de la fracción aromática por medio de extracción a alta presión de CO<sub>2</sub>

Ejemplo V1: extracción en corriente paralela con CO<sub>2</sub> supercrítico sin intercambio de calor entre **S<sub>1</sub>** y **S<sub>2</sub>** - y entrada en el autoclave del producto superiormente

Con una bomba que transporta 180 kg/h se tempera a 45°C aceite de avellana a través de un cambiador de calor. El aceite de avellana se mezcla fuera del autoclave con una corriente de CO<sub>2</sub> en estado supercrítico (presión 290 bar, temperatura de 50 °C; rendimiento de 2700 kg / h). A continuación se bombea la corriente constituida por aceite y CO<sub>2</sub> a través de un tubo perpendicular a la tapa del autoclave desde arriba al espacio interno del autoclave. En el caso de un diámetro de 41 cm y una altura de 151 cm, el autoclave posee un volumen de 200 l. Tras la salida del reactor en el autoclave, el aceite desaromatizado se reúne en el fondo del autoclave, y se descarga continuamente del espacio interior del autoclave a través de un separador intermedio, y después se descomprime a presión atmosférica. El CO<sub>2</sub> que circula continuamente hacia arriba en la salida del tubo en el espacio interno del autoclave (cargado con aroma y menor cantidad de aceite) se descarga del espacio interno del autoclave a través de una válvula de extracción, y se descomprime a 45 bar en un separador de extractos. A intervalos de tiempo determinados exactamente se relaciona la cantidad de extracto generada con la cantidad de CO<sub>2</sub> que atraviesa el autoclave, y en este caso se calcula la carga.

La carga media por kg de CO<sub>2</sub> con aceite de cacahuete asciende a 2,62 g, ascendiendo la desviación a +/- 12%.

En el separador de extractos se evapora el CO<sub>2</sub> y se precipita el extracto. El CO<sub>2</sub> gaseoso se alimenta de nuevo al circuito de extracción.

El extracto enriquecido con aroma de avellana se descomprime continuamente a presión atmosférica.

Ejemplo E1: extracción en corriente paralela con CO<sub>2</sub> supercrítico con intercambio de calor entre S<sub>1</sub> y S<sub>2</sub> - y entrada en el autoclave del producto inferiormente

5 Con una bomba que transporta 180 kg/h se tempera a 45°C aceite de avellana a través de un cambiador de calor. El aceite de avellana se mezcla fuera del autoclave con una corriente de CO<sub>2</sub> en estado supercrítico (presión 290 bar, temperatura de 50 °C; rendimiento de 2700 kg / h). En el caso de un diámetro de 41 cm y una altura de 151 cm, el autoclave posee un volumen de 200 l y no contiene cuerpos de relleno. A continuación se bombea la corriente constituida por aceite y CO<sub>2</sub> a través de un serpentín ascendente (5,50 m) desde abajo al espacio interno del autoclave. En el serpentín fijado al fondo/interior del depósito se efectúa el ajuste de temperatura continua con el intercambio de sustancias resultante de la misma. En el extremo del serpentín se efectúa una circulación tangencial de la fase que sale del mismo en la pared del depósito, y también un descenso de la fase que sale del mismo a través del serpentín al fondo del autoclave. En este caso, la velocidad de flujo se reduce en gran medida y se efectúa la separación de fases – el CO<sub>2</sub> cargado con aroma circula hacia arriba, el aceite desaromatizado sedimenta hacia abajo debido a la diferencia de densidad. A través de un separador intermedio, el aceite se descomprime entonces continuamente contra la presión atmosférica. El CO<sub>2</sub> que circula continuamente hacia arriba (cargado con aroma y aceite) se descomprime a 45 bar a través de una válvula de extracción en el separador de extractos. En este caso se evapora el CO<sub>2</sub> y se precipita el extracto. A intervalos de tiempo determinados exactamente se relaciona la cantidad de extracto generada con la cantidad de CO<sub>2</sub> que atraviesa el autoclave, y en este caso se calcula la carga.

La carga media por kg de CO<sub>2</sub> con aceite de avellana asciende a 3,41 g, ascendiendo la desviación a +/- 2,5 %.

20 El CO<sub>2</sub> gaseoso se alimenta de nuevo al circuito de extracción. El extracto enriquecido con aroma de avellana se descomprime continuamente a presión atmosférica.

La calidad de aroma obtenida es sensiblemente más intensiva/selectiva y uniforme que en la extracción en corriente paralela/CO<sub>2</sub> – y entrada de producto en el autoclave superiormente.

Determinación de la eficiencia de extracción mediante degustación:

25 Para determinar la eficiencia de la extracción se introdujo con agitación en leche de vaca el extracto obtenido respectivamente en el ejemplo comparativo V1 y el ejemplo E1 según la invención, de modo que éste presentaba una concentración de 50 ppm, 100 ppm, 200 ppm del respectivo extracto (procedimiento según G. Eisenbrand, P. Schreier, A.H. Meyer, RÖMPP Lexikon Lebensmittelchemie, 2ª edición, 2006, editorial Georg-Thieme Stuttgart, Nueva York, páginas 434 - 435). A continuación se degustó la mezcla obtenida de este modo, para verificar hasta qué dilución se podía identificar aún un aroma de avellana específico. Los resultados se representan en la siguiente tabla:

Dilución del respectivo extracto en leche de vaca [en ppm]	Determinación del valor umbral de aroma de avellana	
	Extracto de corriente paralela/superiormente (ejemplo comparativo)	Extracto de corriente paralela/inferiormente (ejemplo según la invención)
50	No	Si
100	Condicionado	Si
200	Si	Si

35 Mientras que en el caso del extracto obtenido mediante extracción en corriente paralela/inferiormente se puede identificar claramente el aroma de avellana específico también a una dilución de 50 ppm, esto ya no era posible en el caso del extracto obtenido mediante corriente paralela/superiormente a esta baja concentración. También a una dilución a 100 ppm, el aroma de avellana se puede identificar solo en ocasiones.

De este modo, de los anteriores ejemplos resultan las siguientes ventajas sorprendentes del procedimiento según la invención:

1) La carga de CO<sub>2</sub> está sujeta a oscilaciones mucho menores en la extracción en corriente paralela (+/- 2,5 % en el caso de **E1** frente a +/- 12 % en el caso de **V1**).

5 2) La calidad del aroma en el extracto obtenido por medio del ejemplo **E1** es esencialmente más intensiva/selectiva y uniforme que en el caso del extracto obtenido por medio del ejemplo comparativo **V1**.

Los correspondientes resultados se pueden obtener también en el caso de empleo de otros aceites, como por ejemplo aceite de cacahuete o aceite de coco.

10 Del mismo modo, tales resultados se pueden obtener con disoluciones acuosas que contienen agua de frutas, como se desprende de los siguientes ejemplos.

Ejemplo E2: extracción de agua frutal de manzana

15 Se alimenta una disolución acuosa con un contenido en aroma de manzana de 1000 ppm y un contenido en etanol de un 3,0 % en peso por medio de una bomba con 6 kg/h a temperatura ambiente directamente antes de la entrada en un autoclave en el sentido de flujo en el conducto de CO<sub>2</sub> (50 °C, 260 bar, 18 kg de CO<sub>2</sub>/h). En el serpentín fijado al fondo del depósito se efectúa el ajuste de temperatura continua con el intercambio de sustancias resultante del mismo. En el extremo del serpentín se efectúa una circulación tangencial de la fase que sale del mismo en la pared del depósito, y también un descenso de la fase que sale del mismo a través del serpentín al fondo del autoclave. En este caso se separan ambas fases - el CO<sub>2</sub> cargado con aroma circula hacia arriba, el agua desaromatizada sedimenta debido a la diferencia de densidad. El agua se descomprime continuamente contra presión atmosférica a través de un separador intermedio. El CO<sub>2</sub> cargado con aroma se reduce a 45 bar en el separador de extractos. En 20 este caso se evapora el CO<sub>2</sub> y se precipita el extracto de aroma.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la extracción continua de una fase líquida y/o grasa  $F_1$  que comprende sustancias aromatizantes, con un gas  $G_1$  en estado líquido o supercrítico,
- 5 (a) mezclándose una corriente continua  $S_{F1}$  de  $F_1$  con una corriente continua  $S_{G1}$  de  $G_1$  en corriente paralela, mediante lo cual se obtiene una corriente continua  $S_1$  de una mezcla de  $S_{F1}$  y  $S_{G1}$ ;
- (b) conduciéndose la corriente  $S_1$  obtenida en el paso (a) continuamente a través de un reactor  $R$  con una superficie interna  $O_I$  y una superficie externa  $O_A$ ,
- entrando en contacto  $S_1$  con la superficie interna  $O_I$  del tubo  $R$  y extrayéndose de este modo en  $S_1$  las sustancias aromatizantes contenidas en  $S_{F1}$  al menos parcialmente en  $S_{G1}$  al atravesar el tubo  $R$ ,
- 10 mediante lo cual, después de que  $S_1$  atraviesa el tubo  $R$ , y tras salida de  $S_1$  del tubo  $R$ , se obtiene una corriente continua  $S_2$  de una mezcla de una corriente continua  $S_{F2}$  a partir de la fase líquida  $F_2$  empobrecida en sustancias aromatizantes frente a  $S_{F1}$ , y una corriente continua  $S_{G2}$  a partir del gas  $G_2$  líquido y/o supercrítico enriquecido con sustancias aromatizantes frente a  $S_{G1}$ ,
- caracterizado por que
- 15 (c) al menos una parte de la corriente  $S_2$  entra en contacto con la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  al menos parcialmente, de modo que tiene lugar un intercambio de calor entre  $S_2$  y  $S_1$ ,
- y caracterizado por que el sentido de flujo de la corriente  $S_1$  en la salida del tubo  $R$  está orientado al menos parcialmente contra la fuerza de gravedad.
- 20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, separándose continuamente la  $S_{G2}$  contenida en  $S_2$  de la  $S_{F2}$  contenida en  $S_2$  en un paso (d).
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, siendo  $F_1$  una grasa o un aceite de origen vegetal o animal que contiene sustancias aromatizantes.
- 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, seleccionándose  $F_1$  a partir de aceite de cacahuete, aceite de avellana, aceite de coco.
- 25 5.- Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, siendo  $F_1$  una disolución acuosa que contiene aromas de fruta.
- 6.- Procedimiento según la reivindicación 5, siendo el aroma de fruta aroma de manzana.
- 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, seleccionándose  $G_1$  entre dióxido de carbono, etano, propano, propeno, butano,  $N_2O$  y mezclas de los mismos.
- 8.- Procedimiento según la reivindicación 7, siendo el gas  $G_1$  dióxido de carbono supercrítico.
- 30 9.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado por que el tubo  $R$  conduce al espacio interno de un autoclave  $A$  y la corriente  $S_1$  se conduce a través del tubo  $R$  al espacio interno del autoclave  $A$  en el paso (b).
- 10.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que la corriente  $S_2$  se congestiona en el autoclave, de tal manera que la corriente  $S_2$  congestionada cubre al menos parcialmente la superficie externa  $O_A$  del tubo  $R$  que se encuentra en el espacio interno del autoclave  $A$ .
- 35

Figura 1

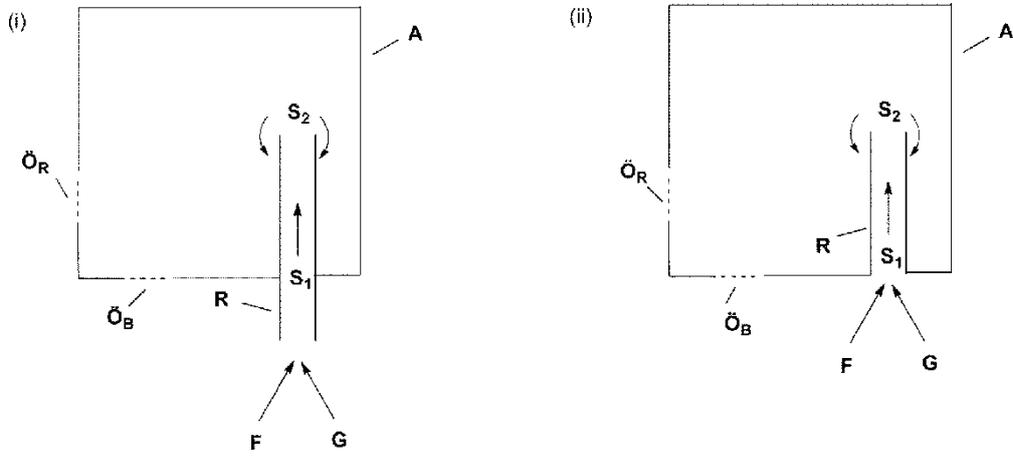


Figura 2

