

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 769 627**

51 Int. Cl.:

A61Q 19/00	(2006.01)
C11C 1/02	(2006.01)
A61K 8/97	(2007.01)
C11B 1/10	(2006.01)
A61K 8/92	(2006.01)
A23L 33/115	(2006.01)
A23L 33/105	(2006.01)
A23L 33/10	(2006.01)
C11C 3/00	(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **31.01.2011 PCT/EP2011/051333**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **04.08.2011 WO11092334**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **31.01.2011 E 11701288 (0)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.11.2019 EP 2528458**

54 Título: **Extracción sólida/líquida**

30 Prioridad:

28.01.2011 FR 1150681
29.01.2010 FR 1050646

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
26.06.2020

73 Titular/es:

MINAFIN (100.0%)
Fonds Jean Pâques 8
1435 Mont-Saint-Guibert, BE

72 Inventor/es:

SAUNOIS, ALEX;
LEGRAND, JACQUES y
MERCIER, EGLANTINE

74 Agente/Representante:

VEIGA SERRANO, Mikel

ES 2 769 627 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

Extracción sólida/líquida.

5 Sector de la técnica

La presente invención se refiere a un procedimiento de extracción sólida/líquida de un aceite o de una mantequilla a partir de un material sólido vegetal o de un microorganismo, en particular dicho aceite o dicha mantequilla comprenden un contenido importante de insaponificable.

10

Estado de la técnica

La publicación internacional WO 2008/017484 describe un procedimiento de extracción sólida/líquida de compuestos volátiles que utilizan el éter metil terbutílico (MTBE) como disolvente.

15

Los insaponificables o fracciones de insaponificables de un cuerpo graso están constituidos de compuestos que forman la parte de un cuerpo graso que, después de una acción prolongada de una base alcalina, permanece insoluble en el agua y puede extraerse por un disolvente orgánico.

20

La mayor parte de los insaponificables de aceites vegetales comprenden grandes familias de sustancias. Entre estas grandes familias se pueden citar los hidrocarburos saturados o insaturados, los alcoholes alifáticos o terpénicos, los esteroides, los tocoferoles, los pigmentos carotenoides, xantofilas, así como una o dos familias específicas en el caso de ciertos aceites.

25

Los procedimientos usuales de obtención de insaponificables de aceites vegetales contemplan extraer todas o parte de las grandes familias que les componen, permitiendo preparar las fracciones parciales o totales de insaponificables.

30

Las fracciones parciales o totales de insaponificables son específicamente buscadas por sus propiedades farmacológicas, cosméticas y nutricionales.

35

Los procedimientos usuales de obtención de los insaponificables de aceites vegetales comprenden además una etapa de saponificación del material graso y una extracción del producto final (el insaponificable) por un disolvente orgánico.

Los disolventes más comúnmente utilizados para extraer los aceites, en particular ricos en insaponificable, de materias sólidas vegetales son los disolventes alifáticos, en particular el hexano.

40

El hexano presenta específicamente el inconveniente de ser reprotóxico, es específicamente clasificado como CMR de clase 3 en la lista CMR UE1 o en la lista CMR UE2.

45

El hexano presenta además el inconveniente de ser peligroso en términos de manipulación, específicamente debido a sus propiedades fisicoquímicas, en particular a su punto de inflamabilidad (-23,3°C) y/o a su temperatura de autoinflamación (233,9°C).

50

Finalmente, los procedimientos que implican estos disolventes alifáticos clásicos, y específicamente el hexano pueden ser satisfactorios en términos de rendimiento, con respecto al aceite y/o con respecto al contenido del aceite obtenido en el insaponificable, de selectividad, de simplicidad, de coste, de toxicidad, de comodidad, de número de etapas, específicamente de extracción, y/o de rapidez.

55

La presente invención contempla por tanto resolver todos o parte de los problemas indicados anteriormente. En particular, la invención contempla proporcionar un procedimiento más económico, más directo, más amigable para el medio ambiente, que necesite una cantidad de disolvente orgánico más baja, más fácil de implementar, más rápido, que genere condiciones menos tóxicas, que permita la obtención de aceites, específicamente que presentan un contenido importante de insaponificable, con un rendimiento y/o una selectividad al menos comparables, incluso superiores, a los procedimientos ya existentes.

60

En particular, es deseable que el (los) disolvente(s) implicado(s) sea(n) menos tóxico(s), específicamente no clasificado(s) como CMR, particularmente CMR UE2, y/o permite(n) extraer los aceites con un rendimiento y/o una selectividad al menos comparables a los rendimientos y selectividades obtenidos utilizando los disolventes alifáticos clásicos, y específicamente el hexano.

65

Los disolventes denominados "clasificados como CMR" pueden ser aquellos que son presentados en la lista en los anexos de la directiva 2009/2/CE del 15 de enero de 2009, específicamente disponible en la dirección <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUri-Serv.do?uri=OJ:L:2009:011:0006:0082:FR:PDF>, siendo denominada esta primera

lista en adelante "lista CMR UE1", estas listas en la Clasificación europea reglamentaria de productos químicos cancerígenos, mutagénicos y tóxicos para la reproducción - 31e ATP, 2009, específicamente disponible en la dirección http://www.prc.cnrs.gif.fr/en_telechargement/cmr31.pdf, siendo denominada esta segunda lista en adelante "lista CMR UE2" y/o estas listas en la lista "*Chemicals known or suspected to cause cancer or reproductive toxicity*" del 1 de septiembre de 2009 establecida por el "*California department of public health, occupational health branch, California safe cosmetic program*" relacionado con el "*California Safe Cosmetics Act of 2005*", siendo denominada esta tercera lista en adelante "lista CMR US".

Cuando en el presente texto se utiliza la expresión lista CMR UE, se entiende la lista CMR UE1 y la CMR UE2, y en particular la CMR UE2.

Objeto de la invención

La presente invención tiene por tanto por objeto un procedimiento de extracción sólida/líquida de un aceite o de una mantequilla, específicamente que presenta un contenido importante de insaponificable, contenido(a) en al menos un material sólido vegetal o de un microorganismo que comprende al menos las etapas siguientes:

- extracción sólida/líquida de al menos un material sólido vegetal o de un microorganismo por un primer sistema de disolventes que comprende un contenido de metiltetrahidrofurano (MeTHF) de al menos un 50% en volumen con respecto al volumen total del sistema de disolvente,

- recuperación de una fracción que comprende el aceite o la mantequilla, específicamente enriquecida de insaponificable.

Siendo los números CAS de estos diferentes disolventes los siguientes BTF: 98-08-8; BHF: 392-56-3; ETBE: 37-92-3; MTBE: 1634-04-4; HMDS: 107-46-0; TMS: 75-76-3; y MeTHF: 26-47-9.

Por "contenido importante de insaponificable" se entiende según la presente invención que el aceite o la mantequilla comprende al menos un 1% en masa, específicamente al menos un 2% en masa, y en particular al menos un 3% en masa de compuestos insaponificables presentes inicialmente en el material sólido.

El primer sistema de disolventes puede comprender un contenido de metiltetrahidrofurano (MeTHF) de al menos un 60%, específicamente al menos un 75%, en particular al menos un 90%, más particularmente al menos un 95%, incluso más particularmente al menos un 99% en volumen con respecto al volumen total del primer sistema de disolvente.

En particular, el primer sistema de disolventes está constituido de metiltetrahidrofurano (MeTHF).

El primer sistema de disolventes puede comprender un contenido de metiltetrahidrofurano (MeTHF), de al menos un 50%, específicamente al menos un 75%, en particular al menos un 90%, más particularmente al menos un 95%, incluso más particularmente al menos un 99% en volumen con respecto al volumen total del primer sistema de disolventes.

Según una variante, el primer sistema de disolventes está constituido de metiltetrahidrofurano (MeTHF).

La invención se refiere igualmente a un procedimiento de obtención de una fracción insaponificable, específicamente total o parcial, que comprende al menos las etapas siguientes:

- extracción sólida/líquida de al menos un material sólido vegetal o de un microorganismo por un primer sistema de disolventes que comprende un contenido de metiltetrahidrofurano (MeTHF) de al menos un 50% en volumen con respecto al volumen total del sistema de disolventes,

- recuperación de una solución orgánica enriquecida de aceite o de mantequilla, incluso recuperación del aceite o de la mantequilla específicamente dicho aceite o dicha mantequilla están enriquecidos de insaponificable,

- transformación de dicho aceite o dicha mantequilla en solución hidroalcohólica, específicamente a través de una etapa elegida entre las saponificaciones y las esterificaciones,

- extracción de la solución hidroalcohólica en la cual se separa la fracción grasa de la fracción insaponificable por una extracción líquida/sólida o por una destilación, y

- recuperación de la fracción insaponificable, específicamente parcial o total.

Por "fracción total", se entiende en el sentido de la presente invención el hecho de que esta fracción comprenda todas las familias de sustancias que componen el insaponificable presentes en el aceite o en la mantequilla vegetal

o en el microorganismo considerado.

Por "fracción parcial", se entiende en el sentido de la presente invención el hecho de que esta fracción comprenda al menos una de las familias de sustancias que componen el insaponificable presente en el aceite o en la mantequilla vegetal o en el microorganismo considerado.

El primer sistema de disolventes es tal como el definido en el caso del procedimiento de extracción sólida/líquida del aceite o de la mantequilla.

La transformación de dicho aceite o de dicha mantequilla en solución hidroalcohólica puede efectuarse en un sistema de disolventes clásico.

Según una variante particular, la transformación de dicho aceite o de dicha mantequilla en solución hidroalcohólica puede efectuarse en un segundo sistema de disolventes que comprende, incluso consiste en, al menos un disolvente del primer sistema de disolventes, en particular el metiltetrahidrofurano (MeTHF).

Más particularmente, la transformación se puede efectuar sin purificación total del aceite o de la mantequilla. En particular, se efectúa la transformación directamente basándose en la solución orgánica enriquecida de aceite o de mantequilla, específicamente que comprende al menos un 2% en masa, en particular al menos un 5% en masa, incluso al menos un 10% en masa de aceite con respecto a la masa total de la solución orgánica enriquecida de aceite o de mantequilla.

Según una primera variante, la transformación se realiza sobre una fracción, específicamente en parte evaporada, a la cual se añade menos de un 50% en masa de otros disolventes, incluso no se añaden otros disolventes.

Según otra variante al menos un 10% de al menos otro disolvente, como alcoholes de C2 a C4, específicamente el etanol, el n-propanol, el iso-propanol, el butanol, en particular el n-butanol, el metiltetrahidrofurano (MeTHF) y sus mezclas, se pueden añadir a la solución orgánica enriquecida de aceite, específicamente evaporada.

Ventajosamente, el primer y el segundo sistema de disolventes comprenden metiltetrahidrofurano (MeTHF). En este caso el procedimiento puede tener la ventaja de ser mejorado con respecto a los procedimientos clásicos, por ejemplo en términos de rendimientos, de toxicidad (disolvente no CMR) y de selectividad.

En el caso en el que la extracción de la solución hidroalcohólica se efectúe por una extracción líquida/sólida esto se puede hacer con un tercer sistema de disolventes definido de la misma manera que el primer sistema de disolventes, y en particular con en parte los mismos disolventes que los utilizados en el primer y/o el segundo sistema de disolventes.

En este último caso, el procedimiento es ventajoso en términos económicos y/o de tiempo en la medida en la que esto implica específicamente una gestión más fácil del aprovisionamiento de disolventes y/o en control de calidad de los mismos.

De manera general, el procedimiento puede ser más económico, más directo, más amigable para el medio ambiente, que necesite una cantidad de disolvente orgánica más baja, más fácil de implementar, más rápido, que genere condiciones menos tóxicas, que permitan la obtención de aceites, específicamente que presente un contenido importante de insaponificable, con un rendimiento y/o una selectividad al menos comparables, incluso superiores, a los procedimientos ya existentes.

La parte de saponificación y extracción del insaponificable puede efectuarse específicamente según los procedimientos descritos en el documento FR 1 246 633.

La materia sólida vegetal o el microorganismo utilizados en los presentes procedimientos pueden provenir de la soja, de la colza, del maíz, del girasol, del sésamo, del altramuz, del algodón, del coco, de oliva, de aguacate, de cacao, de ilipé, de karité, de palmiste, de cacahuete, de copra, de lino, de ricino, de semillas de uva, de semillas de calabaza, de semillas de grosella negra, de semillas de melón, de semillas de tomate, de las semillas de calabaza, de almendra, de avellana, de nuez, de onagra, la borraja, de cártamo, de camelina, de clavel, de macroalgas, de microalgas, tales como los Haematococcus, Dunaliella, Espirulina, Chorella, y/o de microorganismos, específicamente marinos, de agua dulce o terrestres, en particular levaduras, mohos y más particularmente, bacterias y sus mezclas.

Típicamente, los contenidos de fracción insaponificable obtenidos se escalonan de un 2 a un 10% en el aceite de aguacate, son de aproximadamente un 0,5% en el aceite de coco, de aproximadamente un 1% en el aceite de soja y de aproximadamente un 1% en el aceite de oliva.

El experto en la técnica conoce los procedimientos de implementación para extraer la fracción insaponificable de un

aceite o de una mantequilla vegetal o de un microorganismo y sabe aplicarlos a la parte de la transformación, extracción y/o recuperación del insaponificable de la presente invención.

5 Entre la técnica anterior que se basa en esta parte, se puede citar en particular el procedimiento de preparación de insaponificable de aceite de aguacate tal como se describe y se reivindica en la patente FR 2 678 632 a nombre de los Laboratorios Pharmascience. Este procedimiento permite obtener un insaponificable de aceite de aguacate rico en fracción furánica, también denominada fracción H, en comparación con los procedimientos clásicos de preparación de insaponificable de aceite de aguacate.

10 Por tanto, el insaponificable de aceite de aguacate puede prepararse a partir del fruto tratado térmicamente con anterioridad, antes de la extracción del aceite y la saponificación, como se describe en la patente FR 2 678 632.

15 Este tratamiento térmico consiste en un secado controlado del fruto, con preferencia fresco, durante al menos cuatro horas, de forma ventajosa al menos 10 horas, con preferencia entre aproximadamente 24 y aproximadamente 48 horas, a una temperatura con preferencia de al menos aproximadamente 80°C y con preferencia comprendida entre aproximadamente 80 y aproximadamente 120°C.

20 Se puede igualmente citar el procedimiento de preparación de insaponificable de aceite de soja, obtenido a partir de un concentrado de insaponificable de aceite de soja.

Dicho concentrado de insaponificable puede ser preparado por destilación molecular según un procedimiento tal y como se describe para un aceite de altramuz en la solicitud de patente FR 2 762 512, pero adaptado al aceite de soja.

25 En este procedimiento, el aceite de soja es destilado en un destilador molecular de tipo centrífugo o de película raspada, a una temperatura comprendida entre aproximadamente 210 y 250°C y bajo un vacío alto, comprendido entre 0,01 y 0,001 milímetros de mercurio (es decir 0,13 a 1,3 Pa).

30 El destilado obtenido presenta un contenido de insaponificable comprendido entre un 5 y un 40% en masa y constituye por tanto el concentrado de insaponificable de aceite de soja.

35 El concentrado es saponificado a continuación por una base tal como la potasa o la sosa en un medio polar, específicamente alcohólico, con preferencia de etanol, del n-propanol, del iso-propanol, del butanol, en particular del n-butanol, del metiltetrahidrofurano (MeTHF) o una mezcla de los mismos, y después se somete a una o varias extracciones mediante el primer sistema de disolventes.

La solución de extracción obtenida es con preferencia centrifugada a continuación, filtrada y después lavada con agua para eliminar las trazas residuales de alcalinidad.

40 El disolvente de extracción se evapora cuidadosamente para recuperar el insaponificable. Finalmente, antes de su saponificación, el aceite o la mantequilla pueden enriquecerse con antelación de insaponificable separando una mayoría de los constituyentes del insaponificable que se recuperan en un concentrado. Se pueden utilizar diferentes métodos: cristalización por frío, extracción líquida/líquida, o incluso destilación molecular.

45 La concentración previa del aceite o de la mantequilla de insaponificable permite disminuir los volúmenes de aceite o de mantequilla a saponificar.

50 La destilación molecular es particularmente preferida, siendo realizada con preferencia a una temperatura comprendida entre aproximadamente 180 y aproximadamente 230°C manteniendo una presión comprendida entre 10^{-3} y 10^{-2} mm Hg y con preferencia del orden de 10^{-3} mm Hg.

La concentración de insaponificable del destilado puede alcanzar un 60% en masa con respecto a la masa total.

55 Particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento tal como se describe en la presente descripción en el cual el insaponificable obtenido es elegido entre un insaponificable de soja, un insaponificable de aguacate, específicamente un insaponificable de aguacate enriquecido de fracción furánica y/o un insaponificable de aguacate enriquecido de fracción esteróica, y más particularmente de una mezcla de insaponificables de aguacate y de soja (ASU).

60 Por "insaponificable enriquecido de fracción X", se entiende en el sentido de la presente invención que se aumenta el contenido en fracción X en el insaponificable, en particular de al menos un 10% en masa, específicamente de al menos un 50% en masa, particularmente de al menos un 80% en masa.

65 Se describe incluso un aceite o una mantequilla desprovistos de disolventes clasificados en la lista CMR UE1, la lista CMR UE2 y/o US, en particular dicho aceite o dicha mantequilla se obtiene por el procedimiento de extracción según

la presente invención.

Se describe igualmente una fracción insaponificable, específicamente parcial o total, desprovista de disolventes clasificados en la lista CMR UE1, UE2 y/o US, en particular dicha fracción se obtiene por el procedimiento de extracción según la presente invención.

Además, se describe igualmente la utilización de esta fracción, de esta mantequilla o de este aceite para la preparación de una composición específicamente farmacéutica, alimentaria y/o cosmética, o incluso de un complemento alimentario.

Se describe igualmente una composición, específicamente alimentaria, cosmética o farmacéutica, o incluso un complemento alimentario, que comprende al menos un aceite, una mantequilla o una fracción insaponificable de al menos un aceite o de una mantequilla vegetal o de un microorganismo, dicho aceite, mantequilla o fracción que están desprovistos de disolventes clasificados en la lista CMR UE1, UE2 y/o US y/o dicho aceite, mantequilla o fracción es susceptible de obtenerse, u obtenerse directamente, por el procedimiento según la invención, comprendiendo dicha composición opcionalmente un excipiente, en particular cosméticamente, alimentariamente o farmacéuticamente aceptable.

Según un modo de realización particular, se describe una composición, específicamente farmacéutica, alimentaria o cosmética, o incluso un complemento alimentario, que comprende al menos un insaponificable, en particular un insaponificable de soja un insaponificable de aguacate, particularmente un insaponificable de aguacate rico en fracción furánica y/o un insaponificable de aguacate rico en fracción esterólica, e incluso más particularmente una mezcla de insaponificables de aguacate y de soja (ASU) susceptible de ser obtenida o directamente obtenida por el procedimiento según la invención.

Las composiciones farmacéuticas pueden estar destinadas a la prevención y/o al tratamiento de problemas del tejido conjuntivo, específicamente de la artrosis, enfermedades periodontales o de envejecimiento de la piel.

Las composiciones alimentarias, o complementos alimentarios pueden estar destinados a la prevención y/o al tratamiento de problemas del tejido conjuntivo, específicamente de la artrosis, enfermedades periodontales, envejecimiento de la piel y/o inflamación de la piel.

Las composiciones cosméticas pueden estar destinadas a la prevención y/o al tratamiento de problemas de la piel de la epidermis, de la dermis y/o de la hipodermis.

Por "desprovisto de disolventes clasificados en la lista CMR UE1, UE2 y/o US" se entiende en el sentido de la presente invención un contenido total de disolventes clasificados en la lista CMR UE1, UE2 y/o US inferior a 10 ppm, específicamente inferior a 5 ppm, en particular inferior a 2 ppm, incluso inferior a 1 ppm.

Una posible aplicación es un procedimiento de tratamiento cosmético tal como el que se aplica de manera tópica una composición cosmética obtenida según el procedimiento de la invención y también la utilización de un aceite, de una mantequilla, o de un aceite o de una mantequilla vegetal o de un microorganismo obtenido según la presente invención para la fabricación de un medicamento, en particular destinado a tratar o a prevenir problemas del tejido conjuntivo, y específicamente la artrosis.

Por supuesto, las diferentes características expuestas en la presente descripción pueden combinarse entre sí.

Descripción detallada de la invención

A título de ejemplos que ilustran la presente invención, se han efectuado los siguientes experimentos.

Ejemplos

En todos los ejemplos, se ha realizado un ensayo de referencia utilizando el hexano.

Ejemplo 1: extracción a partir de aguacates deshidratados

Se ha efectuado una extracción de aguacates deshidratados con hexano (referencia) y con los disolventes siguientes: HMDS, MeTHF, BTF, BHF, MTBE, ETBE.

El aguacate deshidratado es triturado e introducido en un cartucho de celulosa (30 a 40 g). La extracción se realiza en un aparato de tipo Soxhlet (BUCHI B-811). A continuación, se lanzan cuatro extracciones en paralelo y que se corresponden cada una a 20 ciclos de extracción/sifonaje. Una vez que ha finalizado la extracción, se evapora el disolvente de extracción y se pesa el residuo sin disolvente. A continuación se comparan los rendimientos másicos. Se presentan los resultados en la tabla 1.

Tabla 1

Disolvente de extracción	Rendimiento de aceite (% m/m)	Contenido de insaponificable de aceite (% m/m)
Hexano	61,1	1,88
ETBE	59,7	2,75
MeTHF	61,3	3,05
HFB	59,3	2,32
BTF	64,0	2,41
HMDS	60,5	1,92
MTBE	65,3	1,92

5 Esto muestra que el sistema de disolventes según la invención presenta una capacidad extractiva equivalente a la del hexano.

El contenido de insaponificable del aceite extraído es más elevado en el caso de los disolventes según la invención que en el caso del hexano; el mismo aumenta un 50% en el caso del ETBE y del MeTHF.

10 Ejemplo 2: extracción a partir de un polvo de pulpa de aguacates liofilizada

Se ha efectuado una extracción de polvo de pulpa de aguacate liofilizada según el modo de operación descrito en el ejemplo 1 con el hexano (referencia) y con los disolventes siguientes: HMDS, MeTHF, BTF, MTBE, ETBE. Los resultados son presentados en la tabla 2.

15

Tabla 2

Disolvente de extracción	Rendimiento de aceite (% m/m)	Contenido de insaponificable de aceite (% m/m)
Hexano	70,1	2,15
ETBE	69,6	2,25
MeTHF	71,7	3,02
BTF	67,3	2,22
HMDS	68,8	2,22
MTBE	70,1	2,35

20

Esto muestra que el sistema de disolventes según la invención presenta una capacidad extractiva equivalente a la del hexano.

El contenido de insaponificable del aceite extraído es más elevado en el caso del sistema de disolventes según la invención que en el caso del hexano; el mismo aumenta un 50% en el caso del MeTHF.

25

Ejemplo 3: extracción de aceite a partir de aguacates deshidratados

Se efectuó una extracción de aguacates deshidratados con el hexano (referencia) y los disolventes siguientes: BTF y ETBE

30

El aguacate deshidratado es triturado e introducido en un cartucho de celulosa (30 a 40g). La extracción se realiza en un aparato de tipo Soxhlet (BUCHI B-811). A continuación se lanzan 4 extracciones en paralelo, la primera correspondiente a 5 ciclos de extracción, la segunda a 10 ciclos, la tercera a 15 ciclos y la cuarta a 20 ciclos. Una vez que ha finalizado la extracción, se evapora el disolvente de extracción y se pesa el residuo sin disolvente. A continuación se comparan los rendimientos máxicos.

35

Se presentan los resultados en la tabla 3 siguiente.

Tabla 3

Disolvente	Hexano				ETBE				BTF
	5	10	15	20	5	10	15	20	
Rendimiento de aceite (% m/m)	18,3%	31,3%	33,1%	40,9%	17,6%	26,8%	30,2%	40,3%	39,0%

Los rendimientos máxicos obtenidos con el ETBE son similares a los obtenidos con la referencia de hexano: el ETBE se presenta por tanto como una alternativa la utilización del hexano en procedimientos de extracción sólida/líquida.

5 El poder extractivo del BTF permite obtener en solamente 5 ciclos de extracción el mismo rendimiento que los obtenidos en 20 ciclos de extracción con el hexano o el ETBE. El BTF se presenta por tanto como una buena alternativa a la utilización del hexano permitiendo disminuir de manera consiguiente la cantidad de disolvente y/o los tiempos de puesta en contacto a implementar.

10 Ejemplo 4: extracción a partir de Chorella deshidratada

Se efectuó una extracción de polvo de Chorella deshidratada según el modo de operación descrito en el ejemplo 1 con el hexano (referencia) y con los disolventes siguientes: BTF y MTBE. Se presentan los resultados en la tabla 4.

15

Tabla 4

Disolvente de extracción	Rendimiento de aceite (% m/m)	Contenido de insaponificable de aceite (% m/m)
Hexano	70	3,0
MTBE	65,4	3,7
BTF	72	3,4

Esto muestra que los disolventes según la invención presentan una capacidad extractiva equivalente a la del hexano.

20 El contenido de insaponificable del aceite extraído es más elevado en el caso del sistema de disolventes según la invención que en el caso del hexano.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de extracción sólida/líquida de un aceite o de una manteca contenido(a) en al menos un material sólido vegetal o un microorganismo que comprende al menos las etapas siguientes:
- extracción sólida/líquida de al menos un material sólido vegetal o de un microorganismo por un primer sistema de disolventes que comprende:
- 10 • un contenido de metiltetrahidrofurano (MeTHF) de al menos un 50% en volumen con respecto al volumen total del sistema de disolventes,
- recuperación de una fracción que comprende el aceite o la manteca.
- 15 2. Procedimiento de obtención de una fracción insaponificable que comprende las etapas del procedimiento según la reivindicación 1 y las etapas siguientes:
- transformación del aceite o de la manteca en solución hidroalcohólica,
- extracción de la solución hidroalcohólica en la cual la fracción grasa es separada de la fracción insaponificable por una extracción líquida/líquida, y
- 20 - recuperación de la fracción insaponificable.
- 25 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el primer sistema de disolventes comprende:
- un contenido de metiltetrahidrofurano (MeTHF) de al menos un 60% con respecto al volumen total del primer sistema de disolventes.
- 30 4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el primer sistema de disolventes está constituido de metiltetrahidrofurano (MeTHF).
5. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que la transformación de dicho aceite en solución hidroalcohólica es efectuada en un segundo sistema de disolventes que comprende el metiltetrahidrofurano (MeTHF).
- 35 6. Procedimiento según la reivindicación 2 o 5 caracterizado por que la transformación es efectuada directamente basándose en la solución orgánica enriquecida de aceite o de manteca, específicamente que comprende al menos un 2% en masa, en particular al menos un 5% en masa, incluso al menos un 10% en masa de aceite con respecto a la masa total de la solución orgánica enriquecida de aceite o de manteca.
- 40 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que la transformación se realiza en una fracción, específicamente en parte evaporada, a la cual se añade menos de un 50% en masa de otros disolventes, incluso no se añaden otros disolventes.
- 45 8. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado por que al menos un 10% de al menos otro disolvente, como alcoholes de C2 a C4, específicamente el etanol, el iso-propano, el butanol, en particular el n-butanol, el metiltetrahidrofurano (MeTHF) y sus mezclas pueden añadirse a la fracción enriquecida de aceite, específicamente evaporada.
- 50 9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 2, o 5 a 8, caracterizado por que la extracción de la solución hidroalcohólica es efectuada por una extracción líquida/líquida hecha con un tercer sistema de disolventes que comprende todos o parte de los mismos disolventes que los utilizados en el primer y/o el segundo sistema de disolventes.
- 55 10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que la materia sólida vegetal o el microorganismo provienen de la soja, de la colza, del maíz, del girasol, del sésamo, del altramuz, del algodón, del coco, de oliva, de aguacate, de cacao, de ilipé, de karité, de palmiste, de cacahuete, de copra, de lino, de ricino, de semillas de uva, de semillas la calabaza, de semillas de grosella negra, de semillas de melón, de semillas de tomate, de semillas de calabaza, de almendra, de avellana, de nuez, de onagra, de borraja, de cártamo, de camelina, de clavel, de macroalgas, de microalgas, tales como los Haematococcus, Dunaliella, Espirulina, Chlorella, y/o de microorganismos, específicamente marinos, de agua dulce o terrestres, en particular levaduras, mohos y más particularmente, bacterias y sus mezclas.
- 60