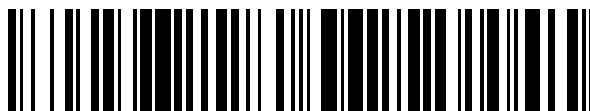


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 774 934**

51 Int. Cl.:

C11B 9/00 (2006.01)

C11B 9/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.07.2016 PCT/EP2016/065744**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.02.2017 WO17025250**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.07.2016 E 16742187 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.12.2019 EP 3334812**

54 Título: **Procedimiento para el aislamiento de agentes odoríferos**

30 Prioridad:

13.08.2015 EP 15181015
01.07.2016 WO PCT/EP2016/065626

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.07.2020

73 Titular/es:

UNIVERSITÄT REGENSBURG (100.0%)
Universitätsstrasse 31
93053 Regensburg, DE

72 Inventor/es:

KUNZ, WERNER;
HÖSS, THERESA;
TOURAUD, DIDIER y
FLEMMING, MARCEL

74 Agente/Representante:

CONTRERAS PÉREZ, Yahel

ES 2 774 934 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para el aislamiento de agentes odoríferos

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la extracción de material vegetal.

Muchas plantas contienen agentes odoríferos que son muy deseables para la producción de productos aromatizados, por ejemplo, en el campo de los perfumes o de los productos cosméticos. Los agentes odoríferos pueden estar presentes en las flores, las hojas, la corteza, las raíces y otro tejido de una planta. Algunas plantas
10 contienen compuestos precursores que pueden desarrollarse en compuestos valiosos.

Por ejemplo, las plantas de la familia *Iridaceae* tienen compuestos valiosos en los rizomas que pueden desarrollarse en compuestos esenciales denominados ironas. La manteca de Orris o manteca de iris es uno de esos productos muy valiosos que se usa en la industria de los aromas y fragancias. Se conocen métodos para el aislamiento de la
15 manteca de orris, habitualmente la manteca de orris se aísla a partir de los rizomas de una especie de iris. Los rizomas de iris pueden ser recogidos después de un periodo de cultivo de entre 2 y 4 años. Después, los rizomas deben ser almacenados durante un largo periodo de tiempo, tal como de entre aproximadamente 3 y 5 años para su maduración. Poco después de su recolección, los rizomas contienen únicamente compuestos precursores de los
20 materiales que son útiles en la industria de los aromas, se asume que los compuestos esenciales se crean durante la maduración por oxidación. Cuando los rizomas están listos para ser preparados, son molidos hasta un polvo y extraídos bien mediante vapor o bien mediante una extracción con disolvente.

Otras plantas contienen material odorífero en las hojas, las flores, la corteza, las raíces, etc. Es un reto aislar los compuestos odoríferos a partir de un sustrato vegetal, requiere unas condiciones muy específicas, ya que los
25 compuestos odoríferos a menudo son muy sensibles a la temperatura, la presión y otras condiciones rigurosas.

Para la extracción del aceite esencial de las plantas puede usarse una destilación a vapor. Sin embargo, el problema cuando se usa una destilación a vapor para la extracción de los aceites esenciales de las plantas es la larga duración del remojo previo y de la destilación, el bajo rendimiento y el elevado coste. La destilación a vapor refiere
30 el uso de una mayor temperatura, lo que, por un lado, puede ser perjudicial para los agentes odoríferos sensibles, y por otro lado requiere más energía que los métodos llevados a cabo a la temperatura ambiente o ligeramente por encima. Además, no es posible una extracción con especificidad o selectiva, y las sustancias hidrófilas no pueden ser extraídas.

Los aceites esenciales u otros aromatizantes también pueden ser extraídos usando disolventes orgánicos como metanol, tolueno, hexano. Sin embargo, es necesario eliminar cualquier disolvente del extracto, ya que la mayoría de los disolventes son indeseados o incluso perjudiciales. Además, la extracción con disolvente es laboriosa, y el extracto resultante es bastante diferente de la manteca de orris tradicional, ya que también se extraen compuestos
40 indeseados. El documento WO 98/49139 se refiere a un procedimiento para la preparación de ironas, que comprende el tratamiento de rizomas de iris, de cualquier tejido vegetal de iris que contenga precursores de ironas con una solución acuosa de un nitrito, y recuperar las ironas formadas.

El uso de disolventes orgánicos puede impedir el uso de un extracto odorífero en productos que están en contacto con la piel humana, tal como en productos cosméticos o en alimentos. Por tanto, es deseable proporcionar un
45 método para obtener un extracto odorífero a partir de plantas que no contienen, o apenas contienen, un ingrediente "foráneo" o indeseable, un método que permite la extracción de los agentes odoríferos en unas condiciones suaves y con un rendimiento razonable, y al mismo tiempo da como resultado un producto, como la manteca de orris, con una calidad y en una cantidad que es al menos igual a los productos obtenidos con los procedimientos conocidos, o que da como resultado unos productos con una calidad superior y/o un mayor rendimiento de los componentes
50 deseables.

El aroma de la manteca de orris está formado por tres compuestos principales y muchos compuestos que están presentes en cantidades muy pequeñas. El aroma principal que contribuye a los compuestos son α -, β - y γ -irona.

55 Los rizomas comprenden aproximadamente un 30 % de ácido mirístico o de un éster del ácido mirístico, azúcares y almidón, y únicamente aproximadamente entre el 0,1 y el 0,2 % de los aromas valiosos. Aproximadamente entre el 10 y el 20 % de los aceites esenciales son ironas, siendo la parte restante una multiplicidad de diferentes compuestos aromáticos u odoríferos.

60 Los métodos conocidos para la obtención de la manteca de orris requieren unos procedimientos largos y laboriosos. Para la obtención de los aceites esenciales mediante el uso de una destilación a vapor, los rizomas molidos tienen que ser empapados primero durante varias horas. Después, la destilación a vapor tiene que llevarse a cabo durante más de un día, por ejemplo, durante tres días.

65 Era un objeto de la presente invención proporcionar un procedimiento para la obtención de compuestos odoríferos a

partir de sustratos vegetales, tales como rizomas de iris, flores de rosa o de jazmín, en un procedimiento eficaz, ecológico, usando unas condiciones suaves y para obtener productos esenciales en una elevada cantidad y calidad sin el uso de unas condiciones dañinas perjudiciales, y/o de disolventes inflamables o combustibles.

5 Este objeto se consigue mediante el uso de un procedimiento para el aislamiento de los compuestos odoríferos según se define en las reivindicaciones.

Se ha encontrado que mediante el uso de componentes de jabón, los compuestos odoríferos pueden ser aislados en un corto periodo de tiempo, con un alto rendimiento y una calidad excelente. Sorprendente, es posible extraer los
 10 agentes odoríferos a partir de un sustrato vegetal en un periodo de tiempo más corto y a una menor temperatura que con los métodos conocidos a partir de la técnica anterior, por ejemplo, a la temperatura ambiente o una temperatura ligeramente aumentada, y en un periodo de tiempo muy corto, tal como de entre aproximadamente 30 y 60 minutos o incluso menos. Una explicación para esto podría ser que, mediante el uso de la solución de extracción de jabón de la presente invención, las células de las partes de la planta son destruidas o desintegradas, y se produce como
 15 resultado una liberación rápida de los agentes odoríferos. Asimismo, esto podría permitir un fácil acceso de la solución de extracción de jabón a los compuestos deseables.

Fue incluso más sorprendente averiguar que con el método de la presente invención es posible variar las notas de una mezcla de aromas de una forma controlada mediante la variación de los componentes de la composición de
 20 jabón usada para la extracción. Además, el método de la presente invención permite crear mezclas de aromas o composiciones odoríferas usando los componentes que están contenidos de forma natural en las plantas. El método de la presente invención permite aislar valiosas mezclas aromáticas para la industria de las fragancias tales como la manteca de orris, el perfume de jazmín o de rosas o de otras plantas esenciales de una forma eficaz y ecológica. La manteca de orris, por ejemplo, que es uno de los materiales de base más valiosos para la industria de las fragancias,
 25 puede obtenerse con un elevado rendimiento y una excelente calidad.

Definiciones

En esta descripción se usan las siguientes definiciones.

30 "Planta" o "partes de la planta" se refiere a cualquier tipo de planta que comprende compuestos odoríferos.

El término "sustrato vegetal" comprende cualquier parte de una planta que contiene compuestos odoríferos tales como raíces, rizomas, raíces aéreas, corteza, madera, hojas, brotes, acículas, flores, tejido, etc. Las plantas las
 35 partes de las plantas se recogen como conoce la persona experta. Se sabe que hay partes de las plantas que deben ser extraídas inmediatamente después de la recolección, mientras que otras plantas o partes de plantas necesitan algún tiempo para la maduración antes de poder extraer los valiosos compuestos odoríferos. En el caso de las *Iridaceae*, los valiosos aromas no están, o apenas están, en la planta cuando se recoge, pero se desarrollan con el tiempo en unas condiciones de conservación conocidas. Se asume que los compuestos aromáticos se desarrollan
 40 mediante una oxidación. El sustrato vegetal debe referirse a cualquier planta o parte de planta que tiene al menos un contenido odorífero y que incluye polvo vegetal o gránulos vegetales.

El "polvo vegetal" se refiere a plantas o a partes de plantas que han sido molidas o desmenuzadas hasta un tamaño que es útil para la extracción. Los métodos para la molienda de las partes sensibles son conocidos en la materia. El
 45 método debe ser tal que los valiosos compuestos odoríferos que tengan un bajo punto de ebullición no sean destruidos ni deteriorados.

Habitualmente, las plantas con las partes de las plantas se preparan antes de la extracción, por ejemplo, mediante un secado o una conservación en unas condiciones controladas. Las plantas se desmenuzan hasta un tamaño lo
 50 suficientemente pequeño como para ser extraídas, y habitualmente se usan polvos vegetales o gránulos vegetales.

"Agente odorífero" se refiere a cualquier material que produzca un olor, una esencia o una sensación olfativa y/o que pueda crear un estímulo olfativo. Puede ser un compuesto o una combinación de compuestos que crea una percepción olfativa. Este término debe comprender cualquier compuesto que esté indicado como aromatizante,
 55 agente aromatizante, fragancia, perfume, esencia, etc.

Una "mezcla aromática" es una mezcla de agentes odoríferos que crea una percepción olfativa y/o induce una esencia o un olor, tales como una esencia natural.

60 Una "solución de extracción jabonosa acuosa" (denominada también medio de extracción) se refiere a una composición para la extracción de agentes odoríferos que comprende un disolvente acuoso o una mezcla disolvente y en la misma hay disuelto al menos un compuesto de jabón. La solución de extracción jabonosa es una solución termodinámicamente estable de uno o más compuestos de jabón y opcionalmente uno o más aditivos hidrotropicos, en la que el jabón y, si se usan, las moléculas aditivas están dispersadas homogéneamente y en la que las
 65 moléculas de jabón forman micelas o estructuras micelares, que también pueden ser fases cristalinas líquidas y/o en

la que el jabón y las moléculas aditivas actúan conjuntamente como tensioactivos.

Un "disolvente acuoso" se refiere a agua o a una mezcla de agua con una cantidad menor de un disolvente miscible con el agua o hidrófilo, en particular agua pura. Puede añadirse un disolvente miscible con el agua, pero únicamente en una cantidad que no interfiera con el aislamiento de la mezcla aromática.

Un "compuesto de jabón" es una sal de un ácido graso y un catión monovalente. Un compuesto de jabón es, en particular, una sal de un ácido graso y un catión monovalente que, en un medio acuoso forma estructuras micelares.

10 El término "ácido graso" como se usa en esta descripción se refiere a un ácido alquil o aril carboxílico que tiene una cadena lineal, ramificada o cíclica de entre 4 y 24 átomos de carbono, que pueden portar grupos funcionales, por ejemplo, hasta cinco grupos funcionales, como grupos hidroxilo, y que pueden estar saturados o mono- o poliinsaturados. Algunos ejemplos son ácidos carboxílicos lineales o ramificados, o ácidos dicarboxílicos que tienen una cadena de entre 4 y 18 átomos de carbono, que pueden estar sustituidos con grupos funcionales como grupos hidroxilo o alquilo o arilo. El término ácido graso también debe comprender ácidos de frutas como ácidos hidroxicarboxílicos o ácidos dicarboxílicos.

Un "catión monovalente" puede ser cualquier metal o grupo cargado positivamente, en particular cualquier metal o grupo monovalente que esté presente de forma natural en las plantas. Algunos ejemplos son iones de metales alcalinos cargados positivamente, como potasio y sodio, o unidades cargadas que contienen nitrógeno, como amonio o colinio.

Un "aditivo hidrotópico" es un compuesto que solubiliza los compuestos menos solubles en solución acuosa, y normalmente es una molécula tensioactiva que tiene una parte hidrófila y una parte hidrófoba. Los aditivos hidrotópicos, en el método de la presente invención, pueden usarse generalmente, por ejemplo, para permitir la extracción de componentes olorosos que de otro modo no podrían ser extraídos, como una sustancia polar, o pueden usarse, en particular, junto con aquellos compuestos de jabón que no son completamente solubles en agua a la temperatura ambiente o a unas temperaturas de hasta aproximadamente 40 °C, para disminuir la temperatura de disolución. Por tanto, como aditivo puede usarse cualquier compuesto hidrotópico que solubiliza un compuesto de jabón en una solución acuosa como se ha definido más arriba o junto con un compuesto de jabón que esté dispersado homogéneamente en una solución acuosa a una temperatura de hasta 40 °C, que sea biocompatible y que no interfiera con los agentes odoríferos. Algunos ejemplos de un aditivo hidrotópico que son "endógenos" de las plantas son los ácidos de frutas, y pueden usarse aquellos ácidos de frutas que estén presentes en una planta y sus sales y ésteres, siempre que tengan una actividad hidrotópica o co-tensioactiva en el medio de extracción de jabón y/o en combinación con los ácidos grasos, siendo algunos ejemplos el ácido cinámico o mandélico. Como aditivo hidrotópico puede ser útil un compuesto tal como un ácido C₆-C₁₂ dicarboxílico o una sal o un éster del mismo, un ácido C₆-C₁₂ hidroxicarboxílico o una sal o un éster del mismo, un ácido graso C₆-C₁₈ ramificado o cíclico o una sal o un éster del mismo, o una mezcla de dos o más de estos compuestos. Para algunas realizaciones también pueden contemplarse ácidos de cadena corta como el ácido láctico.

40 "*Iris*" se refiere a plantas de la familia *Iridaceae* y comprende *Iris germanica*, *Iris pallida*, *Iris pallida argentea variegata*, *Iris pallida aurea variegata*, *Iris pallida alba*, *Iris neglecta*, *Iris spectabilis*, *Iris macedonica* o *Iris florentina* y/o otras variedades de la especie *Iris barbata* y otras especies de iris de diversos orígenes. Las especies preferidas son *Iris pallida* o *Iris germanica*.

45 Un "sustrato de *Iris*" se refiere a cualquier tipo o parte de una *Iridaceae*, que contiene agentes odoríferos y que pueden ser extraídos. Algunos ejemplos son en particular los rizomas, partes de los rizomas, los rizomas en forma molida o pulverulenta, extractos de rizoma de *Iridaceae*, desechos que son recuperados después de la extracción industrial de rizomas de *Iridaceae*, y cualquier otra parte de las plantas que contenga agentes odoríferos.

50 Se ha averiguado que un extracto aromático puede obtenerse a partir de plantas o de partes de plantas usando las siguientes dos etapas:

- a) poner en contacto un sustrato vegetal con una solución de extracción jabonosa acuosa y
- 55 b) aislar una mezcla aromática.

Por tanto, se proporciona un procedimiento para el aislamiento de al menos un agente odorífero a partir de un sustrato vegetal que comprende las etapas:

- 60 a) poner en contacto un sustrato vegetal con una solución de extracción jabonosa acuosa que comprende un medio acuoso y al menos un compuesto de jabón R-C(=O)O⁻M⁺ o ⁻M⁺O(O=)C-R-C(=O)O⁻M⁺, en los que R es un arilo C₆ to C₁₈ o un alquilo C₃ a C₁₇ saturado o insaturado lineal, ramificado o cíclico, donde R puede estar sustituido con alquilo, arilo, al menos un grupo funcional tal como hasta 5 grupos hidroxilo, y en los que M⁺ es un catión monovalente y
- 65 b) aislar una mezcla aromática que comprende al menos un agente odorífero a partir del extracto jabonoso

obtenido en la etapa a).

Usando este método puede obtenerse un extracto muy valioso de alta calidad que comprende no sólo los principales compuestos aromáticos de una planta, sino también los muchos compuestos en cantidades menores que contribuyen al aroma, en un corto espacio de tiempo y usando sustancias "ecológicas". Además, se ha averiguado que usando el método de la presente invención se puede proporcionar una composición aromática que comprende compuestos polares, así como no polares, además de aquellos compuestos hidrófobos que están disponibles mediante una destilación a vapor. Por lo tanto, pueden crearse diferentes notas de un aroma vegetal. El método puede ser adaptado para extraer selectivamente una fracción de aromas en particular, tales como componentes polares, que pueden ser extraídos usando un jabón de ácido graso de cadena corta (menos de 8 átomos de carbono en la cadena) en el medio de extracción. Cuando se extraen *Iridaceae*, es posible enriquecer las ironas, que puede ser extraídas usando jabones de cadena más larga, por ejemplo, usando jabón de miristato en el medio de extracción.

15 Los parámetros que pueden usarse para "personalizar" el extracto son el número y el tipo de jabones de ácidos grasos, el número y el tipo de aditivos, el valor del pH, la temperatura. La persona experta puede encontrar la mejor combinación de estos parámetros para aislar una composición aromática específica.

Asimismo, se ha averiguado que con el método de la presente invención es posible no sólo extraer aromas valiosos a partir de plantas y de partes de plantas, sino que también es posible extraer unas fracciones predeterminadas de un aroma o de una esencia. se averiguó que usando una dispersión acuosa de jabón que comprende al menos dos compuestos de jabón diferentes se puede influir en la mezcla de extractantes. Cuanto menor es el jabón de extracción, más componentes polares hay en el extracto aromático, mientras que pueden evitarse los componentes polares, si, por ejemplo, se usan unos componentes que tienen una mayor masa molar.

Se ha averiguado que usando la solución de extracción jabonosa acuosa según la presente invención pueden conseguirse unos tiempos de extracción cortos, un alto rendimiento y un extracto de alta calidad gracias a las suaves condiciones de extracción, y además, puede obtenerse especificidad cuando sea deseable y/o necesario. Asimismo, los compuestos de jabón usados según las presentes invenciones derivan de ácidos grasos que están de forma natural en la planta. Por tanto, el método de la presente invención evita incluir una cantidad indeseada de sustancias foráneas o de sustancias perjudiciales o tóxicas para el medio ambiente. Principalmente, o incluso únicamente, los compuestos naturales son parte de la mezcla aromática, lo que contribuye a la alta calidad del producto.

En una realización, los compuestos de jabón usados son compuestos que se basan fundamentalmente o únicamente en ácidos grasos y cationes que están presentes de forma natural en la planta que se está extrayendo. Por ejemplo, cuando se extraen *Iridaceae*, se usa una mezcla que comprende un jabón de ácido mirístico, es decir, un ácido graso que está presente predominantemente en los rizomas de *Iridaceae*.

El método de la presente invención comprende dos etapas, siendo ambas importantes para obtener el valioso extracto aromático. La primera etapa es una tapa de extracción en la que se extraen los compuestos odoríferos a partir del sustrato vegetal, es decir, las plantas o las partes de las mismas, mediante una solución de extracción jabonosa acuosa que comprende al menos uno o dos compuestos de jabón disueltos o dispersados en un medio acuoso, tal como agua.

La etapa de extracción se lleva a cabo simplemente poniendo en contacto el sustrato vegetal con la solución de extracción jabonosa acuosa de la presente invención. La duración de la etapa de extracción depende del sustrato vegetal usado, por ejemplo, del tipo de planta y el tamaño del sustrato. Se obtienen unos buenos resultados cuando la extracción se lleva a cabo durante entre aproximadamente 10 y aproximadamente 60 min, preferiblemente entre 15 y 40 min. En el caso de los rizomas de iris, se ha averiguado que una extracción más larga de 30 min no proporciona más de los deseables agentes odoríferos. En este caso, por lo tanto, son más preferibles unos tiempos de contacto de entre 20 y 35 min.

Si se usan unos sustratos vegetales donde los agentes odoríferos están fácilmente disponibles, por ejemplo, un polvo fino de hojas o de flores, unos tiempos de contacto de sólo unos pocos minutos, tales como de entre 2 y 10 min, o incluso de entre 3 y 7 min, a veces puede ser suficiente para extraer las partes valiosas.

Dependiendo del tipo de componente de jabón, la extracción puede llevarse a cabo a la temperatura ambiente o incluso por debajo o a unas temperaturas ligeramente aumentadas. Un intervalo de temperatura útil es de entre 15 y 45 °C, preferiblemente de entre 20 y 30 °C. La temperatura de la extracción depende de la solubilidad del compuesto de jabón en el medio de extracción. Si la solubilidad de un jabón de ácido graso no es suficiente, puede añadirse un aditivo hidrotrópico a la solución, según se describe a continuación.

Los compuestos de jabón que son útiles para la extracción según la presente invención son jabones de ácidos grasos como se han definido más arriba, es decir, generalmente ácidos grasos, tales como ácidos carboxílicos o ácidos dicarboxílicos saturados o insaturados lineales, ramificados o cíclicos en los que el ácido carboxílico puede

- ser un ácido alquil o aril carboxílico. El ácido graso también puede portar grupos funcionales, en particular grupos hidroxilo. Se prefieren los ácidos grasos que tienen un grupo hidroxilo, puede haber presentes hasta cinco grupos hidroxilo. Asimismo, la cadena del ácido carboxílico puede estar sustituida con grupos alquilo y arilo. El contraión es un catión monovalente, preferiblemente un catión que está presente de forma natural en la planta que se va a extraer. Algunos ejemplos de cationes útiles son sodio, potasio, amonio y colinio. Cualquier sal de un ácido carboxílico según se define más arriba puede usarse como el compuesto de jabón de la presente invención, siempre que tenga propiedades de jabón, es decir, que se disuelva en un medio acuoso y que forme micelas o estructuras micelares que en un medio acuoso.
- 5
- 10 La solución de extracción jabonosa acuosa de la presente invención comprende uno o más compuestos de jabón, y puede comprender agentes adicionales como aditivos hidrotrópicos. Se prefiere que la mayoría de los solutos (moles de jabones de ácido graso comparados con los moles de aditivos hidrotrópicos) de la solución de extracción sean jabones de ácido graso. En particular, cuando se usa una mezcla de uno o más jabones de ácido graso y aditivos hidrotrópicos, el aditivo hidrotrópico debería usarse en unas cantidades menores, de forma que la proporción molar
- 15 de todos los aditivos hidrotrópicos con respecto a la cantidad total de los jabones de ácido graso sea menor de 1:1, en particular menor de 1:2. La solución de extracción comprende uno o más compuestos de jabón al menos en una concentración micelar crítica (CMC), es decir, en una cantidad que da como resultado estructuras micelares, pero preferiblemente por encima de la CMC, tal como de al menos 0,01 mol/l, o de al menos 0,05 mol/l es útil, en particular de al menos 0,1 mol/l. Más de 5 mol/l no aumenta el rendimiento, y, por lo tanto, no es económico. La
- 20 solución de extracción puede contener cualquier cantidad de jabones de ácido graso que sea útil para la extracción de los compuestos deseables. Se ha averiguado que es útil una cantidad de entre aproximadamente el 0,1 y aproximadamente 20 % en peso del (los) jabón(es) de ácido graso, tal como de entre aproximadamente el 1 y aproximadamente 5 % en peso.
- 25 Se ha averiguado que usando un jabón de cadena corta es posible extraer sustancias o de ligeras polares que no pueden ser extraídas con una destilación a vapor o con jabones de cadena larga. Sin embargo, puede haber un problema si se usa una combinación de un jabón de cadena muy corta, por ejemplo, un jabón C₄, con un jabón de cadena larga, por ejemplo, un jabón C₁₄, ya que esto puede dar como resultado una mezcla poco compatible que requiere mayores temperaturas para ser disuelta. Sorprendentemente, se averiguó que este problema podría
- 30 superarse mediante la adición de otro jabón que tuviera una longitud de cadena entre ambos, lo que proporciona una mejor solubilidad de ambos en agua. Una mezcla ternaria de un jabón C₄ con un jabón de cadena larga, por ejemplo, un jabón C₁₄, se hace compatible cuando se añade una pequeña cantidad de un jabón de cadena media, por ejemplo, un jabón C₆ o C₈.
- 35 Sorprendentemente, se ha averiguado que una combinación de jabones de diferente longitud puede proporcionar una solución de extracción de jabón que puede usarse a la temperatura ambiente o a unas temperaturas ligeramente mayores, tales como por debajo de 40 °C. La razón es que una combinación de jabones de diferentes longitudes puede tener un efecto solubilizante si se combinan cuidadosamente. Se ha averiguado que una composición ternaria de jabones de ácido graso de cadena corta, de cadena media y de cadena larga reduce la temperatura de
- 40 disolución, y, por lo tanto, es de uso particular.

Otra estrategia para superar la incompatibilidad es usar un aditivo hidrotrópico, como se detalla a continuación.

- El medio de extracción de la presente invención también puede contener uno o más aditivos hidrotrópicos para
- 45 mejorar la solubilidad de los componentes de jabón, para mejorar las propiedades de extracción de la solución o para personalizar las propiedades de extracción, por ejemplo, para extraer compuestos más polares. En particular, cuando se usa un jabón de ácido graso de cadena larga como el componente de jabón y la solubilidad no es suficiente a la temperatura ambiente, es favorable la adición de un aditivo. El tipo de aditivo hidrotrópico depende del compuesto de jabón usado en el medio de extracción y de la temperatura deseada para la extracción. Si, por
- 50 ejemplo, el principal componente de jabón es un ácido graso de cadena larga, que puede ser disuelto en el medio de extracción únicamente a una temperatura mayor, puede usarse el aditivo para reducir la temperatura de disolución. Los aditivos hidrotrópicos que son útiles en el método de la invención son en particular compuestos que están basados en ácidos grasos o en alcoholes grasos, preferiblemente ácidos o alcoholes grasos que están presentes de forma natural en la planta que se va a extraer. Algunos ejemplos de aditivos son ácidos carboxílicos, sales y ésteres
- 55 de los mismos, por ejemplo, ácidos mono- y dicarboxílicos que tienen grupos alquilo y/o arilo. Son útiles, por ejemplo, los compuestos seleccionados entre alcoholes grasos, ácidos dicarboxílicos C₆-C₁₂ o ésteres de los mismos, ácidos hidroxicarboxílicos C₆-C₁₂ o ésteres de los mismos, ácidos grasos ramificados o cíclicos C₆-C₁₈ o ésteres de los mismos o mezclas de cualquiera de los compuestos mencionados. Como se ha detallado más arriba, un jabón de ácido graso (segundo o adicional) usado para la extracción también puede tener unas propiedades
- 60 hidrotrópicas y puede ser usado para este fin.

Para algunas extracciones es útil combinar compuestos de diferente longitud. En este caso pueden usarse dos o más jabones de ácido graso de diferente longitud, uno más jabones de ácido graso junto con uno o más aditivos hidrotrópicos con diferente longitud, o cualquier combinación de los mismos.

Si se usa una solución de extracción que comprende mezclas de jabones de ácido graso y aditivos hidrotrópicos como componentes de extracción, se prefiere que la concentración molar del (los) jabón(es) de ácido graso sea mayor que la concentración molar de aditivos hidrotrópicos, es decir, que al menos el 50 % de los componentes de extracción sean componentes de jabón. Además, la concentración del (los) jabón(es) de ácido graso debe ser lo
5 suficientemente alta para permitir la formación de micelas, es decir, la concentración debe ser mayor que la CMC.

El método de la presente invención puede ser adaptado según se detalla más arriba para extraer específicamente fracciones de una mezcla aromática o para enriquecer particularmente partes características de un aroma. Para este fin puede adaptarse específicamente un medio de extracción. En una estrategia, sólo se usa un jabón de ácido graso
10 específico como componente de extracción, que puede extraer una parte deseada de los agentes odoríferos. Por ejemplo, puede ser un jabón de ácido mirístico de potasio o de sodio para extraer las ironas de material vegetal de *Iridaceae*. En otra estrategia se usan al menos dos jabones de ácido graso como se ha definido más arriba, o al menos un jabón de ácido graso y al menos un aditivo hidrotrópico.

15 Un aditivo hidrotrópico usado según la presente invención es un compuesto de tipo jabón que coopera con el ácido graso y ayuda en la extracción, tiene una función solubilizante, y/o proporciona la extracción de una fracción específica del aroma. En otras palabras, ajustando el tipo, el número y la cantidad de aditivos de extracción es posible adaptar las propiedades de tracción a la dispersión de jabón.

20 La segunda etapa del método de la presente invención, es decir, la etapa b), da como resultado el aislamiento de la valiosa composición aromática o mezcla aromática. La mezcla aromática comprende tantos compuestos aromatizantes deseados como sea posible, es decir, no sólo aquellos aromatizantes que contribuyen principalmente al aroma específico de una planta, sino también muchos compuestos en cantidades menores que son deseables y/o necesarios para una percepción olfativa "completa" o deseada. El método de la presente invención también permite
25 personalizar las condiciones, de forma que únicamente se extrae/aísla una fracción específica de los agentes odoríferos. Por ejemplo, en el caso de las *Iridaceae*, es posible obtener las ironas en una elevada cantidad.

Estos agentes odoríferos se aíslan a partir del extracto jabonoso obtenido poniendo en contacto un sustrato vegetal con la solución de extracción acuosa. Puede usarse cualquier método que dé como resultado la separación de una
30 fase oleosa que contiene al menos parte del ácido graso y la mayoría de los agentes odoríferos extraídos. Se ha averiguado que hay tres estrategias útiles para el aislamiento: i) la separación de una fase oleosa mediante el cambio del valor del pH y/o una reducción de la temperatura, ii) la precipitación de los ácidos grasos añadiendo cationes di- o polivalentes, o iii) la extracción con un disolvente orgánico, tal como éter.

35 El aroma de una planta está formado por una composición de compuestos que son fundamentalmente aceites esenciales, es decir, compuestos que tienen un bajo punto de ebullición, y, por lo tanto, se evaporan a las condiciones o las temperaturas ambientales, que están entre la temperatura ambiente y la temperatura corporal. Los compuestos se evaporan y entran en el órgano olfativo, donde crean o inducen la impresión olfativa. Cuantos más compuestos que contribuyen al aroma estén presentes, más rica es la impresión, y más perfecta y valiosa es la
40 mezcla.

Puede ser deseable extraer todos o esencialmente todos esos compuestos que contribuyen a un aroma, o puede ser deseable extraer selectivamente una parte predeterminada de los mismos. Asimismo, es importante recuperar o aislar cuantos más de esos compuestos deseables sea posible a partir del extracto.
45

En una realización de la presente invención, la mezcla aromática se aísla cambiando el pH y/o la temperatura del extracto, rompiendo así las micelas, de forma que los compuestos hidrófobos pueden migrar a la fase grasa o fase oleosa, mientras que todos los compuestos solubles en agua permanecen en la fase acuosa.

50 Sin quedar ligado a teoría alguna, se asume que los compuestos de jabón usados según la presente invención humedecen o recubren los compuestos aromatizantes del sustrato vegetal y los encierran en el interior de micelas. Los compuestos aromatizantes hidrófobos, que son fundamentalmente aceites esenciales, es decir, compuestos orgánicos que son hidrófobos, son atraídos por la parte hidrófoba del jabón, es decir, la parte del ácido graso o la parte de la cadena alquílica y, por lo tanto, acaban en el centro de la micela. La parte lipófoba del jabón, es decir, la
55 parte ácida del grupo carboxílico está dispuesta de tal forma que forma una capa externa que está en contacto con la solución acuosa que es parte del medio de extracción.

Además, se averiguó que la velocidad de cambio en el pH, o neutralización, puede afectar a la producción y a la composición del producto final. Parece que cuanto más lento se añade el agente neutralizante o modificador del pH,
60 mayor es la producción de los valiosos agentes odoríferos. Una explicación podría ser que al cambiar el pH del extracto lentamente, los agentes odoríferos tienen más tiempo para migrar o adherirse al agente hidrófobo en migración. Por tanto, preferiblemente, el cambio en el pH se realiza lentamente, tal como en un periodo de entre 10 segundos y 120 minutos, o de entre 20 segundos y 60 minutos, tal como de entre 30 segundos o 1 minuto y 25 o 30 minutos. El mejor periodo de tiempo para la adición del agente modificador del pH depende de los componentes y de
65 la temperatura usados, y el tiempo óptimo puede averiguarse en experimentos rutinarios.

Tan pronto como se cambia el valor del pH de este medio, es decir, se reduce, los protones migran al grupo carboxílico del ácido graso y lo protonan. El ácido graso neutralizado se vuelve insoluble en agua y migra a la fase oleosa. Sin estar ligados a teoría alguna, se asume que los compuestos aromatizantes hidrófobos todavía se adhieren a la parte hidrófoba del ácido graso y así, junto con ácidos grasos protonados, se separan en forma de una fase oleosa.

Al cambiar el valor del pH, las micelas se descomponen, y se produce la separación de fases de forma que el medio de extracción se separa en una fase acuosa y una fase oleosa. Todos los componentes hidrófobos migran a la fase oleosa, mientras que las partes solubles en agua y los compuestos hidrófilos migran a la fase acuosa. Los componentes más valiosos del extracto, es decir, los aromatizantes, que son aceites esenciales, migran junto con los ácidos grasos a la fase oleosa y pueden ser separados conjuntamente con la fase oleosa. De este modo, puede aislarse una mezcla aromática en la que los aromatizantes están incluidos en una fase oleosa que está formada fundamentalmente por los ácidos grasos que han sido añadidos en forma de componentes de jabón, y los ácidos grasos que son una parte natural del sustrato vegetal.

Al usar esos compuestos de jabón que derivan de ácidos grasos que están de forma natural en la planta o en el sustrato vegetal que se va a extraer, la mezcla aromática obtenida estará comprendida únicamente por aquellos compuestos que son parte natural de la planta que contiene la fragancia. Esto da como resultado un aroma particularmente armónico y naturalmente esencial.

Para enriquecer en agentes odoríferos y en al menos parte de los jabones de ácido graso en la fase oleosa, puede reducirse el valor del pH del extracto que ha sido obtenido poniendo en contacto el sustrato vegetal con una dispersión acuosa de jabón mediante cualquier agente acidificante o neutralizante que sea medioambientalmente aceptable, que no destruya o impida la mezcla aromática, que no sea perjudicial para los seres humanos o los animales y que esté disponible habitualmente. Algunos ejemplos son ácido acético, ácido cítrico, ácido clorhídrico. Para facilitar la separación de los ácidos grasos y los agentes odoríferos, puede aumentarse ligeramente la temperatura de la mezcla después de la neutralización. En otra realización pueden añadirse sales alcalinas o alcalinotérreas para adaptar el valor del pH de la solución de extracción.

El extracto obtenido mediante la etapa mencionada anteriormente comprende ácidos grasos y agentes odoríferos, tales como ironas. El extracto puede comprender además componentes deseables o indeseables que han sido extraídos a partir del material vegetal, y una cantidad residual de agua y de componentes acuosos o solubles en agua. Esto podría desestabilizar físicamente y/o microbianamente el extracto y dar lugar a problemas de conservación y uso posterior. Asimismo, puede ser deseable enriquecer adicionalmente los agentes odoríferos, tales como las ironas, en el extracto.

Por tanto, puede llevarse a cabo al menos una etapa adicional para una concentración adicional. Aunque pueden usarse los métodos de concentración habituales para agentes hidrófobos, esto es una mejora con respecto a los métodos conocidos, ya que no es el extracto en bruto con mucho material vegetal y componentes no deseados, sino un extracto preenriquecido que es sometido a la concentración.

Las siguientes etapas pueden llevarse a cabo cada una independientemente o en cualquier combinación.

1) Puede someterse un precipitado/extracto obtenido después de un cambio en el pH a una hidrodestilación. Como únicamente hay unas cantidades menores de material vegetal, los inconvenientes que aparecían en los métodos de la técnica anterior ya no se producen o apenas existen. Por tanto, es necesaria una menor cantidad y un periodo más corto para aislar los agentes odoríferos.

2) También es posible someter el extracto obtenido después del cambio en el pH o la hidrodestilación a una etapa de enflorado, como es conocido en el campo de los perfumes y las esencias. En esta etapa, el precipitado/extracto puede ser tratado con etanol para disolver los agentes odoríferos.

El ácido graso migrará a la fase de etanol y puede ser recuperado. Por ejemplo, el ácido mirístico es soluble en etanol a una temperatura ligeramente por encima de la temperatura ambiente. A una temperatura ligeramente por encima de la temperatura ambiente, tal como de aproximadamente 28-35 °C más o menos, todo el ácido mirístico se encuentra disuelto en la fase de etanol. Cuando se enfría esta fase, el ácido mirístico precipitará y puede ser separado, por ejemplo, mediante el uso de un medio filtrante, mientras que los agentes odoríferos permanecen en la fase de etanol. Cuando se elimina el etanol, se obtiene una preparación enriquecida de los agentes odoríferos. El ácido graso puede ser reciclado y usado en otra etapa de extracción.

La mezcla aromática también puede ser aislada mediante los ácidos grasos precipitantes que están presentes en el extracto jabonoso mediante la adición de cationes di- y/o polivalentes. Tal como se sabe, el magnesio, el calcio y otras sales di- o polivalentes de ácidos grasos son insolubles en un medio acuoso y, por lo tanto, mediante la adición de dichos cationes, los jabones de ácido graso precipitan en forma de sales divalentes. Dicho extracto precipitado, que comprende fundamentalmente las sales del ácido graso y los agentes odoríferos, puede usarse como tal.

Asimismo, es posible aislar una mezcla aromática a partir de este extracto precipitado poniendo en contacto el extracto con un disolvente orgánico, tal como un éter o un alcohol, por ejemplo, dietil éter o etanol para disolver los agentes aromáticos. Después, la suspensión obtenida puede filtrarse para separar la mezcla aromática disuelta. A continuación, el disolvente se elimina como conoce la persona experta, es decir, por ejemplo, mediante una evaporación.

Una opción adicional para aislar la mezcla aromática del extracto jabonoso es el uso de un disolvente orgánico o de una mezcla disolvente orgánica para extraer todos los compuestos deseables del extracto. Los disolventes orgánicos que son útiles para esta estrategia son conocidos y pueden ser aquellos disolventes que se usan en los métodos de extracción conocidos en la técnica anterior. Un extracto con disolvente obtenido mediante la extracción del extracto jabonoso de la presente invención difiere de un extracto con disolvente obtenido mediante un método conocido en la técnica anterior en que, en el extracto jabonoso, los valiosos componentes aromáticos han sido enriquecidos y los componentes indeseables no están o apenas están presentes en el extracto jabonoso y, por lo tanto, no puede ser extraído con el disolvente.

Como un ejemplo, se describe la extracción de un sustrato de *Iridaceae* para mostrar más claramente el método de la presente invención.

Se "maduran" rizomas de una planta *Iridaceae*, por ejemplo, rizomas de *Iris germanica*, *Iris pallida* o *Iris florentina* o una mezcla de los mismos, para permitir la formación de ironas. Tan pronto como los rizomas están preparados para ser extraídos, los rizomas se muelen para obtener un polvo de rizoma de *Iridaceae*. Después, este polvo se pone en contacto con una dispersión acuosa de un disolvente acuoso en la que hay dispersado al menos un componente de jabón. La dispersión acuosa es el medio de extracción y comprende al menos uno, preferiblemente al menos dos o incluso tres o más componentes de jabón.

Se ha averiguado que una combinación de al menos tres jabones diferentes da como resultado una mezcla aromática muy rica con una calidad muy alta y unas excelentes propiedades olfativas. Los componentes de jabón pueden ser los componentes que se usan en los jabones, es decir, sales metálicas de metal ácidos grasos, en los que los ácidos grasos pueden ser saturados o insaturados, y preferiblemente son saturados debido a que los ácidos grasos saturados son más estables y no tienden a ranciedad, y pueden ser de cadena lineal o ramificada o cíclica. Se prefiere el uso de una combinación de ácidos grasos que sea parte de la parte grasa u oleosa de los sustratos vegetales que van a ser extraídos. En el caso de las *Iridaceae*, en las que un ácido mirístico es el ácido graso más dominante presente en los rizomas, se usa una sal del ácido mirístico, denominada $M^+C_{14}^-$, como un componente en el medio de extracción. Asimismo, se ha averiguado que las sales de ácidos grasos que tienen un número pequeño de átomos de carbono son útiles para la extracción de compuestos polares a partir del sustrato vegetal. Por tanto, un componente del medio de extracción es preferiblemente un componente de jabón que tiene cuatro átomos de carbono ($M^+C_4^-$).

Además, se ha averiguado que algunos componentes $M^+C_4^-$ y $M^+C_{14}^-$ no son muy compatibles entre sí, es decir, no pueden proporcionar un medio de extracción sin la formación de fases, al menos cuando se usan en unas cantidades que son útiles para extraer las partes principales de la mezcla aromática. Sorprendentemente, se ha averiguado que, en este caso, cuando se añade un componente de jabón que tiene un tamaño entre el componente de jabón de cadena baja y el componente de jabón de cadena alta, por ejemplo, $M^+C_8^-$, este componente de jabón de cadena media funciona como solubilizante. Por tanto, una mezcla de un componente de jabón de cadena baja, un componente de jabón de cadena alta y un componente de jabón medio ha demostrado ser muy útil como medio de extracción. En otra realización pueden usarse uno o más aditivos hidrotropicos en lugar de, o además de, $M^+C_4^-$ o $M^+C_8^-$. Pueden añadirse jabones adicionales para obtener un espectro incluso más amplio de compuestos aromatizantes a partir del sustrato vegetal.

La mezcla aromática obtenida mediante la extracción del sustrato de iris puede ser aislada a partir del extracto jabonoso, según se ha descrito más arriba. En una realización se usa un disolvente o una mezcla disolvente que es inmisible con la fase acuosa, puede disolver los agentes odoríferos y otros componentes aromatizantes junto con la fase grasa. El disolvente o la mezcla disolvente debe ser medioambientalmente compatible, no debe perjudicar los compuestos aromatizantes y no debe ser perjudicial para la salud. Algunos disolventes adecuados son éteres y ésteres u otros disolventes que se usan para la extracción de aromatizantes, tales como hexano, tetrahidrofurano, etc. La mezcla extraída a partir del medio de extracción, que es una composición que comprende un disolvente o una mezcla disolvente junto con las partes oleosas del extracto, se procesa después mediante la eliminación del disolvente o de la mezcla disolvente. Esto puede realizarse bien mediante una evaporación o bien mediante cualquier otro medio conocido por la persona experta, como una evaporación rotatoria, etc.

El método de la presente invención es muy valioso porque es posible personalizar extracto obtenido a partir del sustrato vegetal. Variando los componentes de jabón usados para la extracción, puede controlarse la composición de la mezcla aromatizante. Si se requiere que un extracto comprenda una mayor cantidad de compuestos polares, la mezcla de extracción comprenderá más componentes de jabón de cadena baja. Si lo que se requiere es en particular la parte muy hidrófoba de la fase grasa de un sustrato vegetal, se usan componentes de jabón que tienen

una cadena larga.

Por otro lado, el método de la presente invención permite personalizar el extracto usando únicamente un jabón de ácido graso específico que extrae una parte específica de los agentes odoríferos. Por lo tanto, puede obtenerse un extracto con una composición previsible o es posible una extracción selectiva. Se ha averiguado que cuando se extrae material vegetal de *Iridaceae*, una parte importante de las ironas puede obtenerse usando únicamente jabón de ácido mirístico en una solución acuosa.

Únicamente con algunos experimentos rutinarios es posible personalizar el extracto o la composición de la mezcla aromatizante que se considera más placentera. De esta forma, también es posible obtener unas composiciones aromáticas reproducibles.

El material que se va a extraer puede ser bien una planta o partes de la misma, o también puede ser un extracto que ha sido extraído previamente con medios convencionales. Por ejemplo, el sustrato vegetal puede ser un extracto de iris, desechos de la extracción del iris o tejido vegetal de iris.

El método de extracción de la presente invención se caracteriza por el uso de al menos un componente de jabón o una combinación de dos o más componentes de jabón o una combinación de al menos un componente de jabón y al menos un aditivo hidrotópico. Los diferentes componentes difieren, por ejemplo, en el número de átomos de carbono en la cadena del ácido graso y/o en el contraíón. Preferiblemente, los componentes de la mezcla de jabón comprenden compuestos de jabón que tienen unas cadenas con una longitud diferente, es decir, un número diferente de n. Se ha averiguado que una mezcla sorprendentemente buena es una composición de $M^+C_4^-$, $M^+C_8^-$ y $M^+C_{14}^-$. En lugar de $M^+C_{14}^-$, puede usarse un jabón de cadena más larga siempre que sea miscible en el medio de extracción. También se consideran $M^+C_{16}^-$ o una variante ramificada de ácidos grasos como el ácido isovaleriánico.

El contraíón también influye en la solubilidad del componente de jabón en el sistema de extracción. Se ha averiguado que los componentes de jabón de colinio son particularmente útiles debido a que el colinio como contraíón aumenta la solubilidad del componente de jabón en el medio de extracción. También se contemplan otros contraíones que tienen una basicidad menor. Normalmente, los componentes de jabón que se usan en el presente medio de extracción son sales de sodio o de potasio de ácidos grasos. Las sales de potasio tienen la ventaja de que pueden usarse a unas temperaturas menores que las sales de sodio, esto permite la extracción a una temperatura menor, lo que es favorable para la extracción de los compuestos odoríferos sensibles a la temperatura.

Sorprendentemente, el medio de extracción de la presente invención permite unos ciclos de extracción muy cortos. Se ha averiguado que un tiempo de extracción de 30 minutos o menos permite la extracción de todos los compuestos valiosos a partir del material vegetal. Por ejemplo, si se usa rizoma de *Iridaceae* en polvo como sustrato vegetal, son suficientes 30 minutos de contacto con la composición de jabón para extraer más o menos todos los componentes valiosos. Se obtiene una mezcla aromática muy rica si se usa una composición de C_4 , C_8 y C_{14} .

Algunos sustratos vegetales son muy valiosos, y en este caso merece la pena reprocesar los desechos de la extracción que han sido producidos con otros métodos o extraer repetidamente el sustrato.

El extracto obtenido con el método de la presente invención está listo para su uso en muchas aplicaciones, en particular para su uso en composiciones cosméticas y esenciales. Dado que esas composiciones comprenden habitualmente sustancias grasas, el extracto que comprende el ácido graso obtenido con el método de la presente invención es compatible y puede ser añadido directamente sin la separación de los ácidos grasos.

Algunas realizaciones de la presente invención se explican adicionalmente en los siguientes ejemplos.

50 Ejemplo 1

Se preparó un extracto de rizomas de *Iridaceae*. Los rizomas se molieron para obtener un polvo fino. El polvo vegetal se puso en contacto con una solución de extracción acuosa en una proporción de 30 g de disolvente por gramo de rizoma, para compensar el hinchamiento del rizoma. Se extrajeron tres muestras de polvo vegetal con las tres soluciones de extracción diferentes. En un primer análisis, se puso en contacto un 12,5 % en peso de butanoato de sodio (NaC_4) con el rizoma durante 30 min. En un segundo análisis, el rizoma se puso en contacto con un 1,5 % en peso de miristato de sodio (NaC_{14}) a 45 °C. En un tercer análisis, el rizoma se puso en contacto con un 3,7 % en peso de oleato de sodio (NaC_{18}) durante 30 min a 25 °C.

Los resultados se muestran en la Fig. 1. Puede observarse que la concentración del carboxilato de sodio está en correlación con la eficacia de extracción. Si se usó una baja concentración del compuesto de jabón, el rendimiento que era sólo ligeramente mayor que para una extracción con agua pura. Tan pronto como la concentración del (los) compuesto(s) de jabón en el medio de extracción alcanzó la CMC, es decir, la concentración micelar crítica, el rendimiento aumentó significativamente. Asimismo, se encontró una correlación entre la longitud de la cadena del ácido graso y la eficacia. Si se usó una sal de un ácido graso de cadena corta, era necesaria una concentración

mayor, mientras que podría usarse una menor concentración de la sal del ácido graso o si se usaba un jabón con una cadena más larga. Se averiguó que el miristato de sodio era particularmente útil como agente de extracción. Esto también se muestra en la Fig. 2.

- 5 El extracto obtenido se analizó y se averiguó que cuando se usaba rizoma de *Iris pallida*, se obtenían 640 ± 40 mg/kg de ironas.

Además, se averiguó que la composición de las fracciones obtenidas usando diferentes compuestos de jabón variaba. Cuanto más corto y más hidrófilo era el jabón, más compuestos polares se extraían. Si se hacía una
10 extracción con jabones de cadena larga, se obtenían sustancias menos polares. Por tanto, variando la longitud de la cadena del compuesto de jabón o usando una combinación de más de un jabón de ácido graso con diferentes longitudes de la cadena, puede controlarse la composición de la fracción obtenida mediante la extracción. Estos resultados pueden observarse en la Fig. 3 y 4.

- 15 En un ejemplo adicional, se usó una combinación de NaC_4 , NaC_8 y NaC_{14} para la extracción. Sorprendentemente, se averiguó que esta combinación ternaria tenía una temperatura de disolución tan baja, que podía ser usada a la temperatura ambiente, mientras que una combinación sin NaC_8 tenía que ser calentada para obtener una solución. El uso de la combinación ternaria dio como resultado un extracto con un aroma muy agradable.

- 20 Los extractos de jabón obtenidos a partir de diferentes muestras se prepararon adicionalmente para obtener mezclas aromáticas.

En una estrategia, se mezcló una muestra de un extracto jabonoso con dietil éter para aislar la fragancia. A continuación, se evaporó el disolvente.

- 25 El resto de la solución de extracción de jabón se usó de nuevo para la extracción rizomas de iris. Por tanto, la solución de extracción de jabón puede ser reciclada.

- 30 En una segunda estrategia, el extracto jabonoso se neutralizó mediante la adición de una cantidad de un ácido para reducir el valor del pH. Mediante la adición del ácido, las micelas se rompen y los ácidos grasos se separan junto con los agentes odoríferos en forma de una fase oleosa superior, y puede ser aislada.

- 35 En una tercera estrategia, se añadió una solución de una sal de calcio o de magnesio al extracto jabonoso. De este modo, los ácidos grasos se precipitaron en forma de sales de calcio o de magnesio, y pudieron ser separados, por ejemplo, mediante una filtración. El precipitado se secó y a continuación se puso en contacto con etanol. Los agentes odoríferos, en particular las ironas, se disolvieron en etanol, mientras que las sales de calcio o de magnesio del ácido graso no se disolvieron. Después de la filtración, se obtuvo un extracto que comprende agentes odoríferos con un olor muy agradable.

40 Ejemplo 2

- Se usaron partes de plantas de rosa y de jazmín para obtener una fragancia. Se congelaron las flores de rosa y de jazmín y después se molieron hasta un polvo fino. El polvo de las flores se puso en contacto con un medio de extracción según se describe en el Ejemplo 1. Se llevó a cabo una extracción durante 30 min. El extracto jabonoso
45 obtenido tenía una esencia muy agradable similar a la rosa o al jazmín, respectivamente.

Ejemplo 3

- Se analizó la manteca de Orris según se obtuvo en el Ejemplo 1 mediante una extracción con butanoato de sodio o miristato de sodio con una CG-EM. Los espectros se muestran en la Fig. 3 y 4. Como puede observarse en la Fig. 3,
50 la composición de los extractos difiere con respecto a los compuestos clave. El extracto obtenido con miristato de sodio contiene ironas (7583-7586), pero no compuestos polares, mientras que el extracto obtenido con butanoato de sodio contiene el compuesto polar acetovanillina (7470), pero sólo pocas ironas. Por tanto, para obtener el aroma completo es preferible usar ambos jabones para la extracción, preferiblemente combinados con un tercer jabón y/o
55 un aditivo, mientras que para la extracción de las ironas en una cantidad más o menos cuantitativa, se prefiere la extracción únicamente con NaC_{14} .

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el aislamiento de al menos un agente odorífero a partir de un sustrato vegetal que comprende
 - 5 a) poner en contacto un sustrato vegetal con una solución de extracción jabonosa acuosa que comprende un medio acuoso y al menos un compuesto de jabón $R-C(=O)O^{\cdot}M^{+}$ o $^{\cdot}M^{+}O(O=C)-R-C(=O)O^{\cdot}M^{+}$, donde R es arilo C_6 a C_{18} o alquilo C_3 a C_{17} o saturado o insaturado lineal, ramificado o cíclico, donde el grupo alquilo o arilo puede estar sustituido con hasta 5 grupos funcionales, y donde M^{+} es un catión monovalente, para obtener un extracto jabonoso, y
 - 10 b) aislar una mezcla aromática que comprende al menos un agente odorífero a partir del extracto jabonoso obtenido en la etapa a).
2. Procedimiento según la reivindicación 1 para el aislamiento de al menos un agente odorífero a partir de un sustrato de *Iridaceae*, un sustrato de rosa o un sustrato de jazmín.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 2, donde un sustrato de *Iridaceae* es un sustrato de *Iris germanica*, de *Iris pallida*, de *Iris pallida argentea variegata*, de *Iris pallida aurea variegata*, de *Iris pallida alba*, de *Iris neglecta*, de *Iris spectabilis*, de *Iris macedonica*, o de *Iris florentina* y/o de otras variedades de la especie *Iris barbata*.
- 20 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde el sustrato es rizoma de iris, extractos de iris, desechos de la extracción de iris, tejido vegetal de iris, o una mezcla de los mismos, flores y/u hojas de rosa, flores y/u hojas de jazmín; y que opcionalmente están en una forma particulada, molida o pulverulenta.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde el agente odorífero comprende α -irona, β -irona, γ -irona o cualquier mezcla de las mismas.
- 25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde M^{+} es sodio, potasio, amonio o colinio.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde la dispersión acuosa de jabón comprende al menos un compuesto de jabón $R-C(=O)O^{\cdot}M^{+}$, donde R es $CH_3(CH_2)_n$, donde n es de 2 a 14, y donde M^{+} es un catión monovalente.
- 30 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde adicionalmente se añade al menos un aditivo hidrotópico a la solución de extracción jabonosa.
- 35 9. Procedimiento según la reivindicación 8, donde el aditivo hidrotópico se selecciona entre un alcohol graso, un ácido dicarboxílico C_6-C_{12} o una sal o un éster del mismo, un ácido hidroxicarboxílico C_6-C_{12} o una sal o un éster del mismo, un ácido graso C_6-C_{18} ramificado o cíclico o una sal o un éster del mismo, o una mezcla de los mismos.
- 40 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde se usa una solución de extracción jabonosa acuosa que comprende una mezcla de al menos dos compuestos de jabón diferentes, donde los compuestos difieren en el número de n y/o en el tipo de catión.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde la solución de extracción jabonosa acuosa comprende al menos agua, miristato de sodio y/o miristato de potasio.
- 45 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde para el aislamiento de una mezcla aromática en la etapa b)
 - 50 i) el valor del pH y/o de la temperatura del extracto jabonoso obtenido en la etapa a) se cambian para separar al menos parte del ácido graso y los ingredientes aromáticos; o
 - ii) se añaden cationes di- o polivalentes al extracto jabonoso para precipitar al menos parte de los ácidos grasos en forma de una sal; o
 - iii) el extracto jabonoso obtenido en la etapa a) se extrae con un disolvente lipófilo, y opcionalmente se elimina el disolvente.
- 55 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde se usa una solución de extracción jabonosa acuosa que comprende jabones de aquellos ácidos grasos que están presentes en el sustrato vegetal.
- 60 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, donde la composición de la mezcla aromática se controla usando una solución de extracción jabonosa acuosa con un número y un tipo de componentes de jabón predeterminado o una combinación de uno o más componentes de jabón y uno o más aditivos.
15. Procedimiento para la extracción de una composición con un porcentaje predeterminado de ingredientes odoríferos lipófilos e hidrófilos a partir de un sustrato vegetal donde se usa una dispersión de jabón que comprende
- 65

al menos un jabón de miristato y al menos un aditivo hidrotrópico.

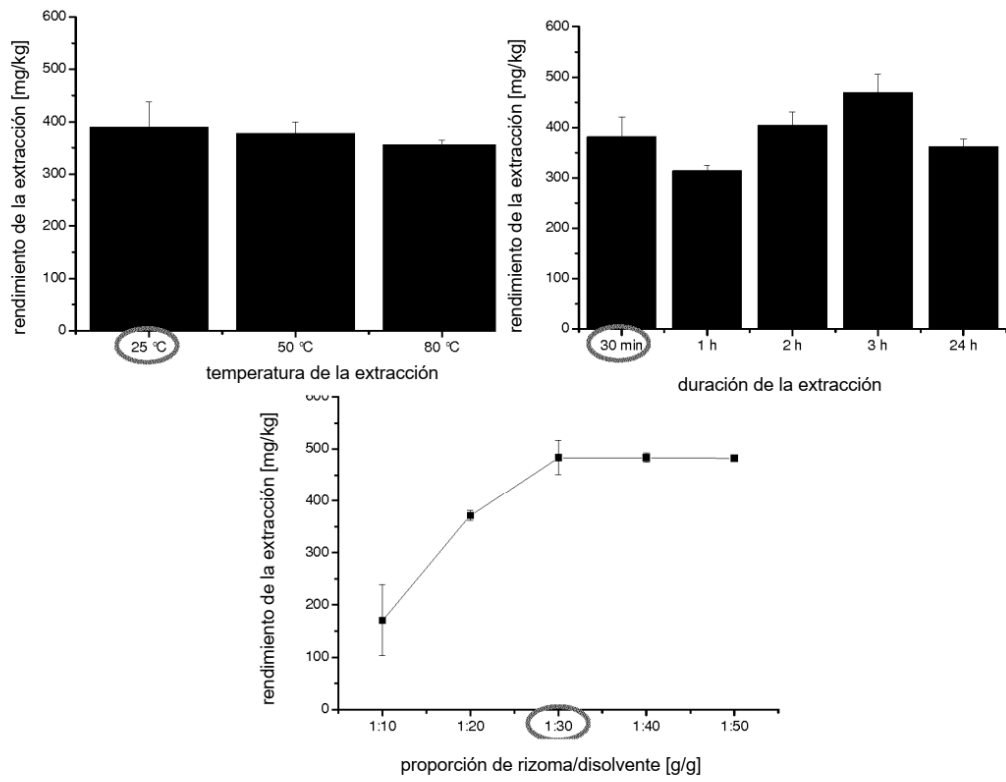


Figura 1

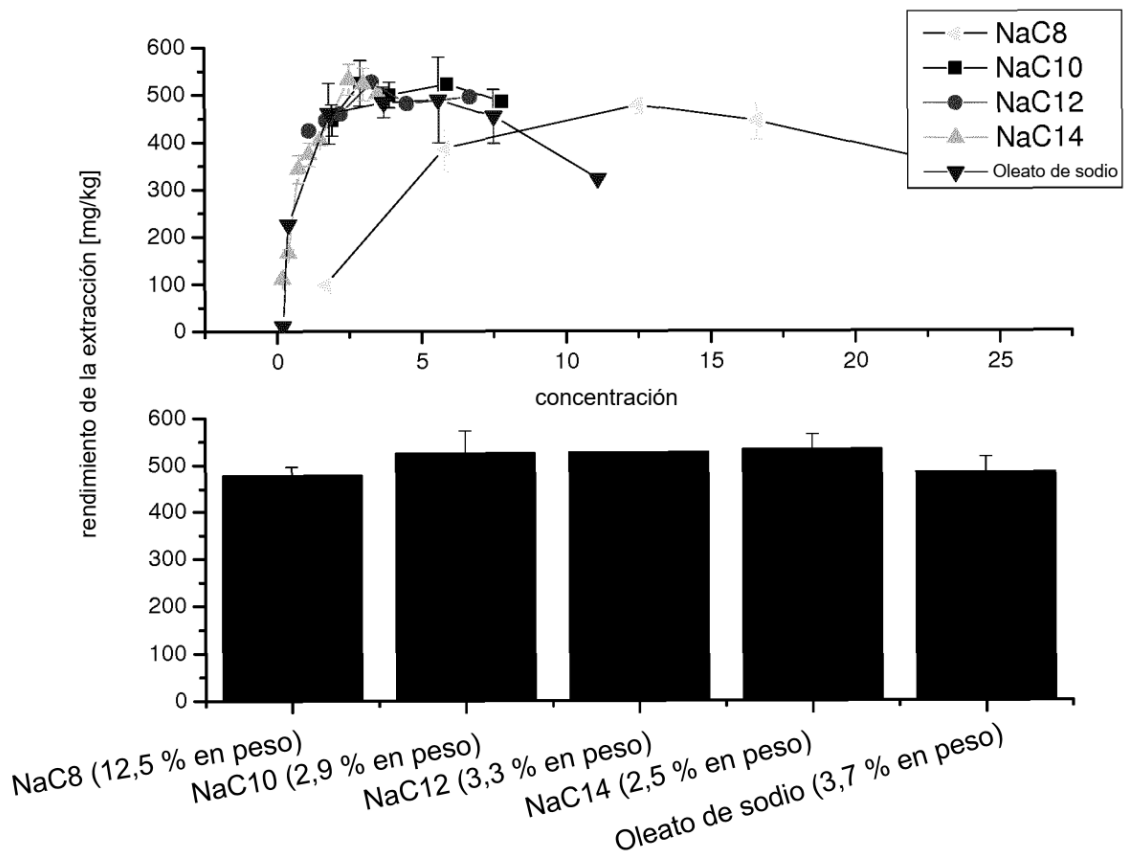


Figura 2

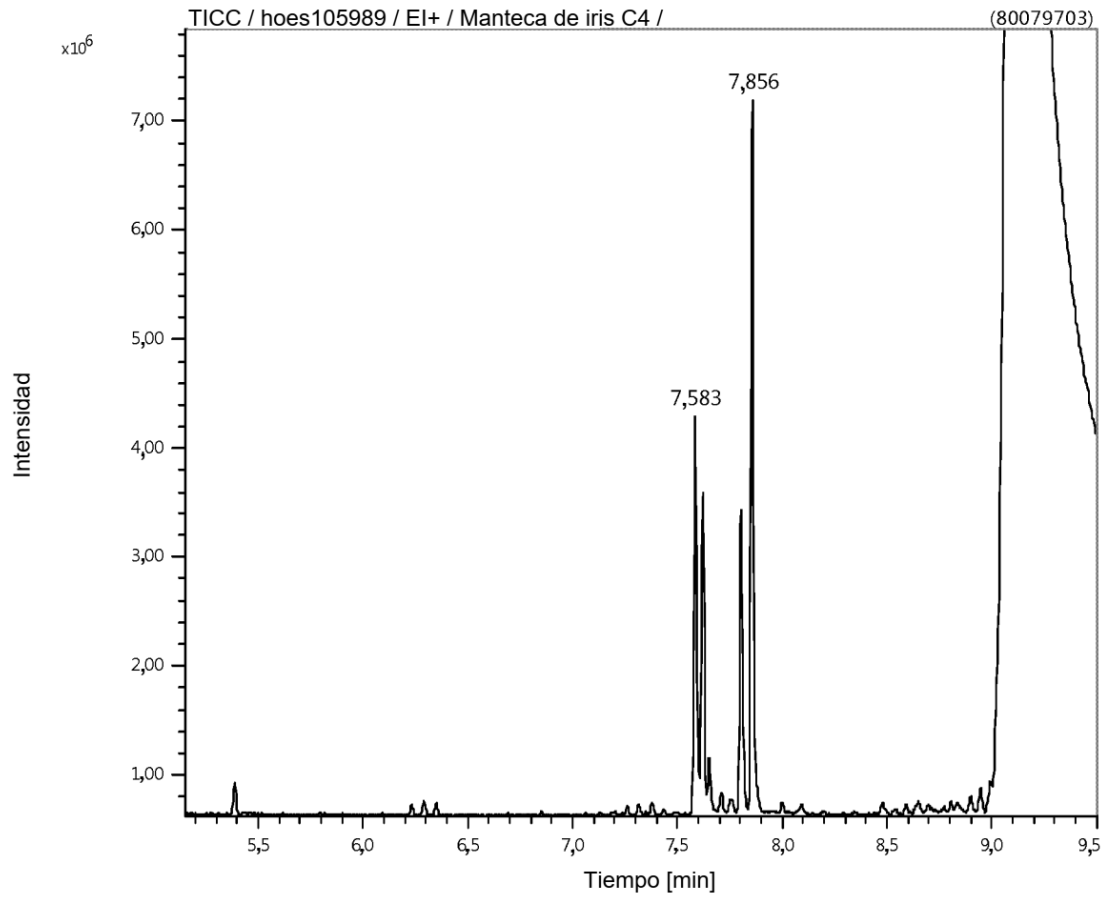


Figura 3

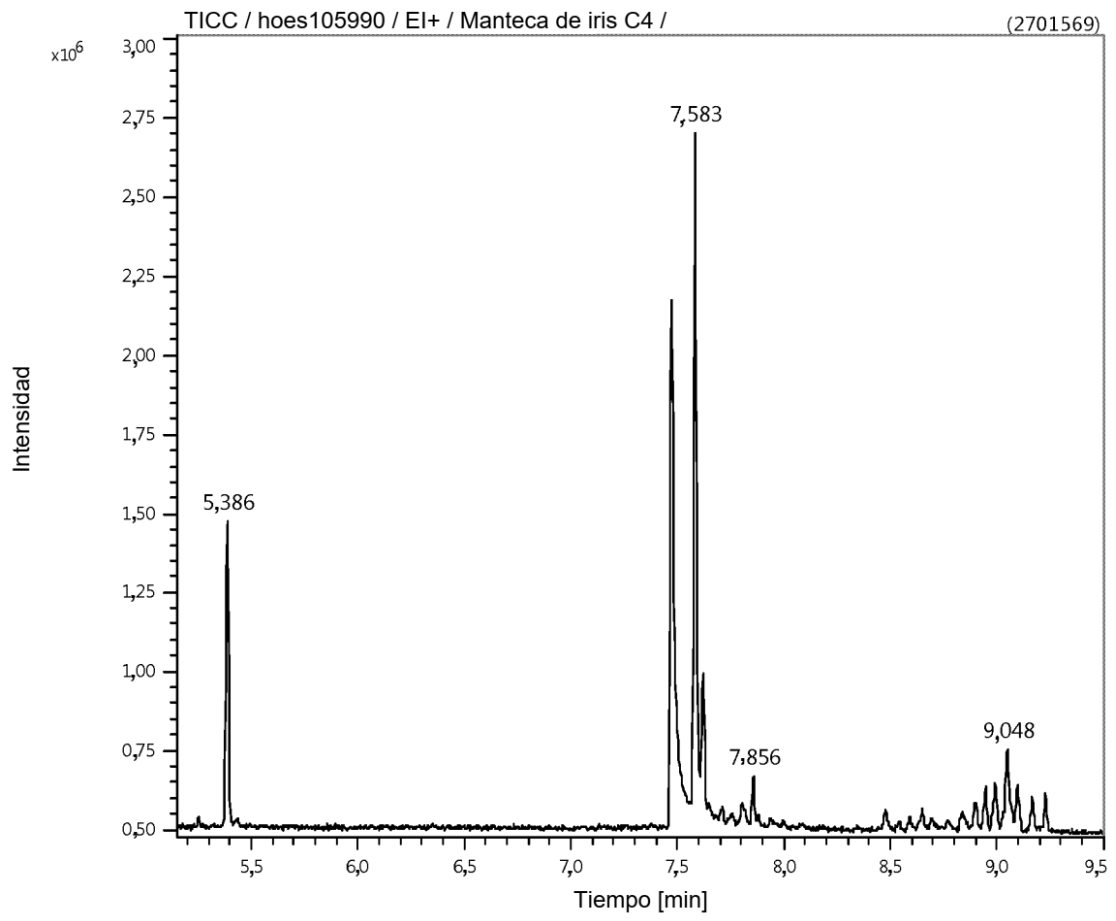


Figura 4

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

*Esta lista de referencias citadas por el solicitante es únicamente para la comodidad del lector. No forma parte del documento de la patente europea. A pesar del gran cuidado tenido en la recopilación de las referencias, no se
5 pueden excluir errores u omisiones y la EPO niega toda responsabilidad a este respecto.*

Documentos de patentes citados en la descripción

- WO 9849139 A [0006]