

406754

23 31



P. 52.156.-

MPB/JR/ss.  
O.Z. 606/31

MEMORIA DESCRIPTIVA

F. e. 27-5-75

Int. Cl. 2: CMB

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SOCIETE DES PRODUITS NESTLE S.A.

entidad suiza

establecida en Vevey, Suiza

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION DE UN PRODUCTO  
AROMATIZANTE A PARTIR DE UN ACEITE ESENCIAL DE  
NARANJA" (Clase Internacional Cl1c)

19.9.72

- 1 -

406754



El presente invento se refiere a la preparación de un producto aromatizante mediante extracción a partir de un aceite esencial de naranja.

5 Los aceites esenciales de agrumos tales como la naranja, el limón, la lima y la toronja, son utilizados a diferentes fines en la industria alimenticia y en la de los perfumes. Mientras que el aceite esencial de naranja es disponible en cantidades relativamente abundantes, la producción mundial de aceites esenciales de los otros gru-  
10 mos es mucho mas restringida y las exigencias crecientes de estos aceites esenciales no pueden ser satisfechas totalmente. Por otra parte, aunque es posible preparar productos sintéticos mediante combinación de las proporciones apropiadas de los constituyentes de aceites esencia-  
15 les, los productos de síntesis obtenidos no presentan generalmente el verdadero carácter aromático de los aceites esenciales naturales.

El presente invento se refiere a la preparación de un extracto aromático a partir de un aceite esencial de  
20 naranja, dicho extracto pudiendo utilizarse como materia de base para la preparación de productos aromatizantes poseyendo el carácter aromático de los aceites esenciales obtenidos a partir de otros agrumos. Se refiere ante todo a un procedimiento de extracción de un producto aromatizante  
25 a partir de un aceite esencial de naranja, caracterizado

406754



por el hecho de que un aceite esencial de naranja es sometido a un tratamiento con propileno-glicol y un hidrocarburo líquido, y que se recoge una fase conteniendo el propileno-glicol prácticamente exento de hidrocarburo.

5 El invento se refiere igualmente a una utilización del producto obtenido mediante dicho procedimiento a título de materia de base para la preparación de productos de sustitución de aceites esenciales de agrumos.

10 Los resultados experimentales han mostrado que mediante dicho procedimiento de extracción se puede recoger con el propileno-glicol un extracto poseyendo un carácter aromático de agrumos sin la nota característica que acompaña al aroma de naranja, en vista de que dicha nota es eliminada mediante la acción del hidrocarburo. El extracto aromático  
15 recogido con el propileno-glicol puede ser utilizado ante todo a título de materia de base para la preparación de agentes aromatizantes poseyendo aromas específicos de agrumos tales como la lima, la toronja, el limón o la mandarina.

20 De preferencia, el hidrocarburo utilizado es el hexano, el heptano o el éter de petróleo.

El producto de base utilizado para la puesta en obra del procedimiento según el invento puede ser tanto un aceite esencial bruto de extracción como un aceite concentrado por destilación, de preferencia un aceite concentrado 5 veces.  
25 Las cantidades relativas de aceite esencial, de propileno

406754



-glicol y de hidrocarburo son escogidas en función de la concentración del aceite utilizado. Así, por ejemplo, si se utiliza un aceite esencial sin concentrar, se puede preparar un extracto de muy buena calidad tratando 10 partes en volumen de aceite con 2 a 4 partes de propileno-glicol y de 30 a 40 partes de hidrocarburo. Para un aceite esencial concentrado 5 veces, se ha determinado que es conveniente escoger las cantidades respectivas, expresadas en partes volumétricas, o sea:

	<u>Posible</u>	<u>Preferible</u>
Aceite esencial concentrado 5 veces	20 - 40	25 - 35
Hidrocarburo	30 - 70	45 - 55
Propileno-glicol	10 - 25	15 - 25

La extracción puede ser ejecutada por cargas o en continuo. Para operaciones relativamente poco amplias, dicha extracción puede ser ejecutada de manera satisfactoria mediante la utilización de un sistema discontinuo, por ejemplo con ayuda de una cuba provista de medios de agitación, en la cual el aceite esencial y las materias de extracción son introducidas y cuidadosamente mezcladas. Las fases son entonces separadas mediante un dispositivo de extracción situado en la parte inferior de la cuba. Una extracción en continuo a contracorriente puede

406754



ser ejecutada de preferencia en una columna de tipo convencional equipada de un dispositivo de agitación o en un extractor centrífugo. La extracción se efectúa de preferencia a la temperatura ambiente o a una temperatura ligeramente inferior.

5

Después de la extracción se recogen dos fases, o sea una fase hidrocarburo conteniendo terpenos y otras sustancias responsables de las notas aromáticas características de la naranja, y una fase conteniendo el propileno-glicol que presenta un carácter aromático de agumo. La fase hidrocarburo puede ser fraccionada con el fin de separar y recoger el hidrocarburo y las sustancias aromáticas extraídas. Al contrario, la fase propileno-glicol, que contiene generalmente del 10 al 30 % de constituyentes de aceite esencial de naranja, puede ser utilizada directamente para la preparación de agentes aromáticos. Dicho extracto de propileno-glicol puede ante todo ser utilizado a título de materia de base para la preparación de productos de sustitución de aceites esenciales de agrumero. A este efecto se mezcla dicho extracto con sustancias responsables de la nota aromática característica de la fruta escogida. Es evidente que estos productos de sustitución pueden ser utilizados al mismo título que los aceites esenciales correspondientes e incorporados a bebidas, alimentos o productos cosméticos.

10

15

20

25

406754

23



Resalta de lo que antecede que la utilización combina-  
da de propileno-glicol y de un hidrocarburo produce una ex-  
tracción selectiva de ciertos constituyentes de aceite esen-  
cial de naranja en la fase propileno-glicol. Unos ensayos  
5 efectuados con sustancias análogas al propileno-glicol,  
ante todo con glicerol han mostrado que, de manera sorpren-  
de, no es posible obtener extractos satisfactorios median-  
te estas sustancias. La selectividad de la extracción pro-  
ducida mediante la utilización combinada del propileno-gli-  
10 col y de un hidrocarburo puede ser puesta en evidencia por  
comparación entre las composiciones respectivas del extrac-  
to de propileno-glicol y del aceite esencial de naranja con-  
centrado 5 veces. Estas composiciones químicas, determinadas  
por cromatografía en fase gaseosa, son recapituladas en el  
15 cuadro siguiente. Con el objeto de simplificar, se han indi-  
cado en dicho cuadro tan solo los tenores de las principa-  
les sustancias, expresadas en porcentajes ponderales.

19.9.72

- 6 -

406754

23



1972

<u>Substancia</u>	<u>Extracto al propileno-glicol</u>	<u>Aceite esencial concentrada 5 veces</u>
5 Limoneno	59,5 %	86,1 %
Linalol	14,8	2,3
Decanal	8,8	3,9
Terpinen-4-ol	0,2	trazas
Néral	0,5	0,2
$\beta$ -cariofileno	2,4	0,8
10 Geraniol	2,2	0,8
l-carvona	0,2	trazas
No identificadas	1,2	trazas

15 Los ejemplos siguientes ilustran la puesta en obra del procedimiento según el invento, los cuales, sin embargo, no están limitados a las condiciones en ellos descritos. En estos ejemplos las partes están indicadas en volúmenes.

#### Ejemplo 1

20 Se ejecuta en una cuba, a temperatura ambiente y bajo agitación, una extracción sobre 210 partes de aceite esencial de naranja sin concentrar mediante 710 partes de n-heptano y 80 partes de propileno-glicol. Después de 2 minutos de extracción, se deja que se separen por decantación las 2 fases no miscibles y se recogen 90 partes 25 de extracto propileno-glicol. La fase heptano puede ser

406754



destilada con el fin de separar las substancias aromáticas y el solvente, el cual puede ser utilizado de nuevo.

Ejemplo 2

Se efectúa, a 100°C, una extracción sobre 30 partes de  
 5 aceite esencial de naranja concentrada 5 veces, con 50 partes de éter de petróleo y 20 partes de propileno-glicol. Después de 5 minutos de extracción se deja que se separen las 2 fases no miscibles, y se recogen 28 partes de extracto propileno-glicol.

10

Ejemplo 3

Se prepara un agente aromatizante que puede ser utilizado a título de producto de sustitución de un aceite esencial de limón concentrado 5 veces, mezclando las substancias siguientes:

15

	Extracto propileno-glicol obtenido en el Ejemplo 2	50,0 partes
	α -Terpineno	0,2
	β -Pineno	2,2
20	Citral (neral y geranial)	25,0
	-Terpineno	1,0
	Terpinoleno	0,5
	Linalol	0,1
	d-Limoneno	1,0
25	Etanol	10,0

19.9.72

- 8 -

402754

23

Ejemplo 4

Se prepara un producto de substitución del aceite esencial de lima concentrado 5 veces con ayuda de las sustancias siguientes:

5	Extracto propylène-glycol preparado en el ejemplo 2	500 partes
	Etanol	46,2
	d-Limoneno	0,50
	α -Terpineno	2,2
10	β -Pineno	4,2
	Citral (neral y geranial)	8,8
	-Terpineno	0,22
	Linalol	0,22
	Terpinoleno	4,1
15	α -Terpineol	0,82

Ejemplo 5

Se prepara un producto de substitución del aceite esencial de toronja concentrado 5 veces con ayuda de las sustancias siguientes:

20	Extracto propileno-glicol preparado en el Ejemplo 2	600 partes
	Linalol	0,49
	d-Limoneno	8,0
	β -Pineno	1,6
25	Geraniol	0,62

406754

23 SEP 1972



Etanol	22,4 partes
Citronelal	0,15
Aceite esencial de toronja sin concen- trar	11,16

5

(California)

Esta solicitud que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 17 de Septiembre de 1971, bajo el Núm. 181.623, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

12.- Procedimiento para la extracción de un producto aromatizante a partir de un aceite esencial de naranja, caracterizado por el hecho de que se somete un aceite esencial de naranja a un tratamiento con propileno-glicol y un hidrocarburo líquido, y que se recoge una fase conteniendo

20

19.9.72

406754



el propileno-glicol prácticamente exento de hidrocarburo.

2º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se trata de 20 a 40 partes en volumen de un aceite esencial de naranja concentrado 5 veces con 10 a 25 partes en volumen de propileno-glicol y de 30 a 70 partes en volumen de un hidrocarburo líquido, y que se recoge entonces la fase propileno-glicol.

3º.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se trata 10 partes en volumen de un aceite esencial de naranja concentrado con 2 a 4 partes en volumen de propileno-glicol y de 30 a 40 partes en volumen de un hidrocarburo líquido, y que se recoge después la fase propileno-glicol.

4º.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por el hecho de que el hidrocarburo es el hexano, el heptano o el éter de petróleo.

5º.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que se trata de 25 a 30 partes en volumen de un aceite esencial de naranja concentrado 5 veces con 15 a 20 partes en volumen de propileno-glicol y de 45 a 55 partes en volumen de un hidrocarburo escogido entre el hexano, el heptano y el éter de petróleo, y que se recoge la fase propileno-glicol.

6º.- Procedimiento para la extracción de un producto aromatizante a partir de un aceite esencial de naranja.

*Handwritten mark or signature.*

27 MAR 1975

406754

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

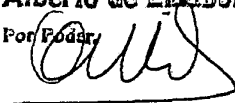
Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

5.

Madrid,  
P.A.

27 MAR. 1975

Alberto de Echeverría  
Por Echarri



10

22-3-75

ecv.



- 12 -