



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A3
(21)	472.542	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	11-8-78	

472,542

PATENTE DE INTRODUCCION

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(61) CLASIFICACION INTERNACIONAL
	A 23.L

(54) TITULO DE LA INVENCIÓN
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE EXTRACTOS DE ESPECIAS CON COMPOSICION NATURAL.

(56) PATENTE EXTRANJERA U OTRA FUENTE DE INFORMACION
Patente alemana 2.127.611 del 3 de junio de 1.971.

(71) SOLICITANTE (S)
STUDIENGESELLSCHAFT KOHLE mH.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Kaiser Wilhelm Platz 1, 4330 NUHLHEIM a.d. Ruhr, Alemania Federal.

(72) INVENTOR (ES)

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

1 La tendencia a la racionalización a observar en todas
las ramas de la industria alimenticia ha originado es-
fuerzos de emplear extractos de especias en lugar de
las especias en su forma natural o también en estado se-
5 co o molido. Estos extractos ofrecen una serie de ven-
tajas entre las que cabe mencionar especialmente su fal-
ta de gérmenes y también el hecho de que los concentra-
dos son más fáciles de normalizar y también mejora su
utilización en muchos aspectos. Además al agregar los
10 extractos o concentrados de las especias, se evita el
"lastre" vegetal, puesto que las especias naturales con-
tienen los componentes verdaderamente utilizables como
condimentos frecuentemente solo en un porcentaje muy pe-
queño. Por lo tanto, se ha elaborado una serie de pro-
15 cedimientos mediante los cuales se extraen de las espe-
cias los componentes de olor, como también los de sabor,
por extracción. Puesto que para ambos componentes que
frecuentemente son insolubles en agua pueden encontrarse
disolventes o sistemas disolventes orgánicos que son
20 apropiados como medios de extracción, ha surgido la pre-
gunta hasta qué punto tales medios disolventes pueden
eliminarse de nuevo de los extractos obtenidos. Por
tanto este problema se trata con gastos importantes y
la discusión sobre la eliminación de los residuos de
25 los disolventes y también sobre la posible influencia
química de los disolventes sobre los componentes aromá-
ticos de las especias sigue su curso.

30 Por la patente estadounidense 3 477 856 es conocido
extraer con dióxido de carbono líquido materiales con
contenido de aroma, entre ellos también especias. En

1 esta patente queda expresado también que en el sentido
más amplio puede llevarse a cabo la extracción eventual-
mente también por encima de la temperatura crítica del
CO₂. También la indicación de la posibilidad de llevar
5 a cabo la extracción con un disolvente presente en la
fase hipercrítica (véase patente 41 362 de la República
Democrática Alemana), no proporciona el conocimiento en
el que se basa el presente invento, o sea que la solubi-
lidad de los componentes aromáticos en fluido hipercrí-
10 tico, es un múltiplo mayor que en los correspondientes
disolventes en estado líquido y que mediante una extrac-
ción en dos etapas, de tal forma que en la primera etapa
se extrae con fluido hipercrítico seco y en la segunda
etapa con fluido hipercrítico húmedo, se obtiene un aro-
15 ma que en esta integridad y calidad no podía obtenerse
con los procedimientos de una sola etapa según el estado
de la técnica. Con este procedimiento es posible extraer
más o menos completamente a las especies naturales los
componentes olorosos y aromáticos que frecuentemente con-
20 sisten en un número grande de componentes en su composi-
ción natural y sin modificación química.

El procedimiento según el invento para la obtención
de extractos de especias con composición natural median-
te extracción con un gas inócuo en estado hipercrítico
25 como disolvente, se caracteriza porque en primer lugar
a las especias se les extraen los aceites etéreos con
efecto de componentes de olor mediante extracción con
gas seco hipercrítico con respecto a la temperatura y a
la presión, y a continuación los componentes con efecto
30 de portadores de sabor con gas húmedo hipercrítico con

1 respecto a la temperatura y a la presión, porque los ex-
tractos de las soluciones obtenidas se separan mediante
modificación de la presión y/o de la temperatura y se
mezclan.

5 El procedimiento según el invento se explicará a con-
tinuación en base del CO_2 como medio de extracción espe-
cialmente preferido, pero se obtienen los mismos resul-
tados en especial respecto a los aromas de olor si en
lugar del CO_2 se emplean gases inócuos como N_2O , SF_6 ,
10 CF_3Cl , CHF_2Cl , $\text{CF}_2=\text{CH}_2$, C_3F_8 , CHF_3 , etano o etileno. Si
no se trabaja con el CO_2 que en cuanto a su pureza está
permitido para la industria alimenticia, los otros medios
disolventes mencionados se destilan antes de su uso. Al
trabajar con estos disolventes, las presiones y tempera-
15 turas indicadas en los casos 1 a 4 descritas a continua-
ción, deben cambiarse análogamente en cuanto a los lími-
tés indicados; los datos críticos de estos gases se cono-
cen por la literatura.

20 En la ejecución del invento deben tenerse en cuenta
esencialmente tres fases de procedimiento que pueden se-
guir una detrás de la otra:

1. fase

25 Extracción de los aceites etéreos, que frecuentemente
forman el aroma de olor, mediante tratamiento de las es-
pecies con CO_2 seco hipercrítico.

2. fase

Extracción de los componentes de sabor con CO_2 húmedo
hipercrítico.

3. fase

30 Si no queda ya comprendida en la segunda etapa. Ex-

1 tracción de los componentes de sabor solubles en agua
mediante extracción con agua. Mediante esta división
queda garantizado que en una extracción necesaria de
5 las sustancias de sabor con agua, los aromas de olor fre-
cuentemente sensibles al agua (terpenos, aldehídos, és-
teres, etc.), ya han sido eliminados y por tanto no pue-
den sufrir ninguna modificación.

El procedimiento explicado en el dibujo adjunto tra-
baja de la forma siguiente:

10 En el recipiente A se alimenta el material natural
desmenuzado y se introduce una corriente de CO_2 seco hi-
percrítico. Con ello el gas se carga en el sentido de
una "solución hipercrítica" sobre todo con los aceites
15 etéreos. La corriente de gas pasa (a través del inter-
cambiador térmico W_3) al recipiente B y aquí se separa;
dicha separación se lleva a cabo preferentemente bajando
la presión a valores $< P_{\text{gas crít.}}$ La temperatura puede
bajarse también a valores $< t_{\text{gas crít.}}$, mantenerse a
la misma altura como en el recipiente de extracción o
20 también aumentarse. (En principio una separación de
sistema tiene lugar también mediante aumento de la tem-
peratura. Ambos efectos pueden combinarse debiéndose
guiar sin embargo por la capacidad de carga térmica del
material. De ello resultan diferentes variantes de pro-
cedimiento que se explicarán más abajo).

25 La corriente de gas libre de extracto es bombeada
del recipiente B, transportada mediante compresor o bom-
ba de gas líquido y comprimida, y entra como disolvente
puro en el recipiente A, etc. Una vez terminada esta
30 primera fase de extracción se conecta el recipiente C

1

Condiciones

$$P_2 < P_{\text{crít.}} < P_1$$

$$t_2 < t_{\text{crít.}} < t_1$$

Valores absolutos preferidos:

5

- $P_1 \dots = 100 \text{ a } 400 \text{ atm.}$
- $P_2 \dots = \text{al menos } 5 \text{ atm. por debajo de } P_{\text{crít.}}$
- $t_1 \dots = \text{al menos } 5^\circ \text{ por encima de } t_{\text{crít.}} \text{ hasta } 80^\circ \text{C.}$
- $t_2 \dots = \text{al menos } 5^\circ \text{C por debajo de } t_{\text{crít.}}$

10

En este caso tiene lugar la licuación del CO_2 y con ello también la separación del agua en B. Por lo tanto, el agua que falta debe agregarse eventualmente delante del recipiente A.

2. caso

Condiciones

15

$$P_2 = P_1 > P_{\text{crít.}}$$

$$t_2 > t_1 > t_{\text{crít.}}$$

Valores absolutos preferidos:

- $P_1, P_2, t_1 \dots = \text{véase primer caso}$
- $t_2 \dots = 40 \text{ a } 80^\circ \text{C por encima de } t_1$

20

Este caso solo es posible debido a $t_2 > t_1$, si la capacidad de carga térmica del extracto es suficientemente grande.

3. caso

Condiciones

25

$$P_2 < P_{\text{crít}} < P_1$$

$$t_2 = t_1 > t_{\text{crít.}}$$

Valores absolutos preferidos:

- $P_1, P_2, t_1, t_2 \dots = \text{véase primer caso.}$

30

4. caso

Condiciones

1

$$P_2 < P_{\text{crit}} < P_1$$
$$t_2 > t_1 > t_{\text{crit.}}$$

Valores absolutos preferidos:

$P_1, P_2, t_1, t_2 \dots$ = véase primer caso.

5 Debido a $t_2 > t_1$, vale aquí lo mismo que lo explicado en el segundo caso.

10 El medio de transporte empleado en el circuito puede ser tanto una bomba de gas líquido como también un compresor, aunque entonces las funciones de los intercambiadores térmicos W_1 y W_2 son diferentes. En el transporte mediante bomba de gas líquido, es necesaria una licuación del CO_2 en W_2 y un calentamiento del medio a condiciones hipercríticas en W_1 . Al emplearse un compresor, el medio tiene que ser pasado eventualmente a temperaturas hiper-

15 críticas. En la práctica los intercambiadores térmicos están conectados juntos, de forma que se presentan posibilidades de funcionamiento especialmente económicas en cuanto al consumo de energía.

Ejemplo 1

20 200 gramos de pimienta negra triturada se tratan bajo las condiciones del 3. caso como sigue:

1. etapa

25 $P_1 \dots\dots\dots 350 \text{ atm.}$
 $P_2 \dots\dots\dots 65 \text{ atm.}$
 $t_1 \dots\dots\dots 60^\circ\text{C}$
 $t_2 \dots\dots\dots 60^\circ\text{C}$
gas $\dots\dots\dots \text{CO}_2 \text{ seco}$
duración $\dots\dots 3 \text{ horas}$

2. etapa

30 Condiciones como arriba.

1 Gas CO₂ húmedo
duración 2 horas

Resultado

5 Se obtuvieron 14 gramos de una masa amarillenta semi-sólida con componentes cristalinos, que olía muy intensivamente a pimienta y sabía muy picante

	Pimienta sin tratar	Extracto	Pimienta tratada
10 Humedad %	14,3	2	20
Piperina %	4,6	60	< 0,1
Soluble en éter de petróleo %	6,8	28	< 0,1

15 Ejemplo 2

200 gramos de clavo desmenuzado de forma basta se trataron bajo las condiciones del caso 1 como sigue:

1. etapa

20 P₁ 280 atm.
P₂ 65 atm.
t₁ 50°C
t₂ 25°C
gas CO₂ seco
duración 4 horas

25 2. etapa

Condiciones como arriba

Gas CO₂ húmedo
duración 3 horas

Resultado

30 Después de mezclados los extractos, se obtuvieron

1 52 gramos de un aceite amarillo pardo con contenido de sustancias turbias y poca agua con un aroma de clavo muy intenso.

5

	Clavo sin tratar	Extracto	Clavo tratado
Humedad %	7,8	15	20
Soluble en éter de petróleo %	20,3	-	0,1
10 Eugenol (incluyendo acet. eugenol) %	17,2	64	0,3

Ejemplo 3

Se desmenuzan 200 gramos de canela en rama y se tratan bajo las condiciones del caso 1, como sigue:

15 1. etapa

P_1 300 atm.
 P_2 65 atm.
 t_1 55°C
 t_2 25°C
20 gas CO₂ seco
duración 3,5 horas

2. etapa

Condiciones como arriba
Gas CO húmedo
2
25 duración 4 horas

Resultado

Se obtuvieron 19 gramos de un aceite amarillento con contenido de sustancias turbias con un aroma de canela muy intensivo.

30

1

	Canela sin tratar	Extracto	Canela tratada
Humedad %	8,4	29	30
aldehído de canela %	3,8	39	-
eugenol %	0,56	6,2	-
soluble en éter de petróleo %	4,5	-	-

5

Ejemplo 4

10

200 gramos de vainas de vainilla desmenuzadas se tra-
tan bajo las condiciones del caso 1 como sigue:

1. etapa

15

P₁ 400 atm.
P₂ 65 atm.
t₁ 45°C
t₂ 25°C
gas CO₂ seco
duración 4 horas

2. etapa

20

Condiciones como arriba
Gas CO₂ húmedo
duración 6 horas

Resultado

25

Se obtuvieron 27 gramos de un precipitado húmedo con
contenido de sustancias turbias con aroma de vainilla
muy intenso.

30

1

	Vainas de vainilla sin tratar	Extracto	Vainas de vainilla tratadas
Humedad %	9,3	23	31
5 Vainillina %	3,1	28	-
Soluble en éter de petróleo %	14,3	-	0,1

10

Observación: La suma de los componentes de extracto indicados en las tablas asciende en cada caso a menos del 100%, puesto que unicamente se determinaron las cantidades de los componentes principales.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita recaerá sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

15

1.- Procedimiento para la obtención de extractos de especias con composición natural mediante extracción con un gas inócuo en estado hiper crítico como disolvente, caracterizado porque en primer lugar se les extraen a las especias los aceites etéreos con efecto de componentes de olor mediante extracción con gas seco hiper crítico con respecto a la temperatura y a la presión, y a continuación los componentes con efecto de portadores de sabor con gas húmedo hiper crítico con respecto a la temperatura y a la presión, porque los extractos de las soluciones obtenidas se separan mediante modificación de la presión y/o de la temperatura y se mezclan.

20

25

30

2.- Procedimiento según la reivindicación una, caracterizado porque las especias liberadas en gran parte de los portadores de sabor y olor, se someten a una extracción acuosa adicional y se concentra el extracto obtenido

1 y se mezcla con los extractos obtenidos en la extracción con gas hipercrítico.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque se emplea CO_2 como disolvente.

5 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque se emplea NO_2 , SF_6 , CHF_3 , CF_3Cl , CHF_2Cl , $\text{CF}_2=\text{CH}_2$, C_3F_8 , etano o etileno, aparte de o en lugar de CO_2 como disolvente.

10 5.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de introducción que se solicita por: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE EXTRACTOS DE ESPECIAS CON COMPOSICION NATURAL.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de trece páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 11 de agosto de 1.978

BERNARDO UNGRIA

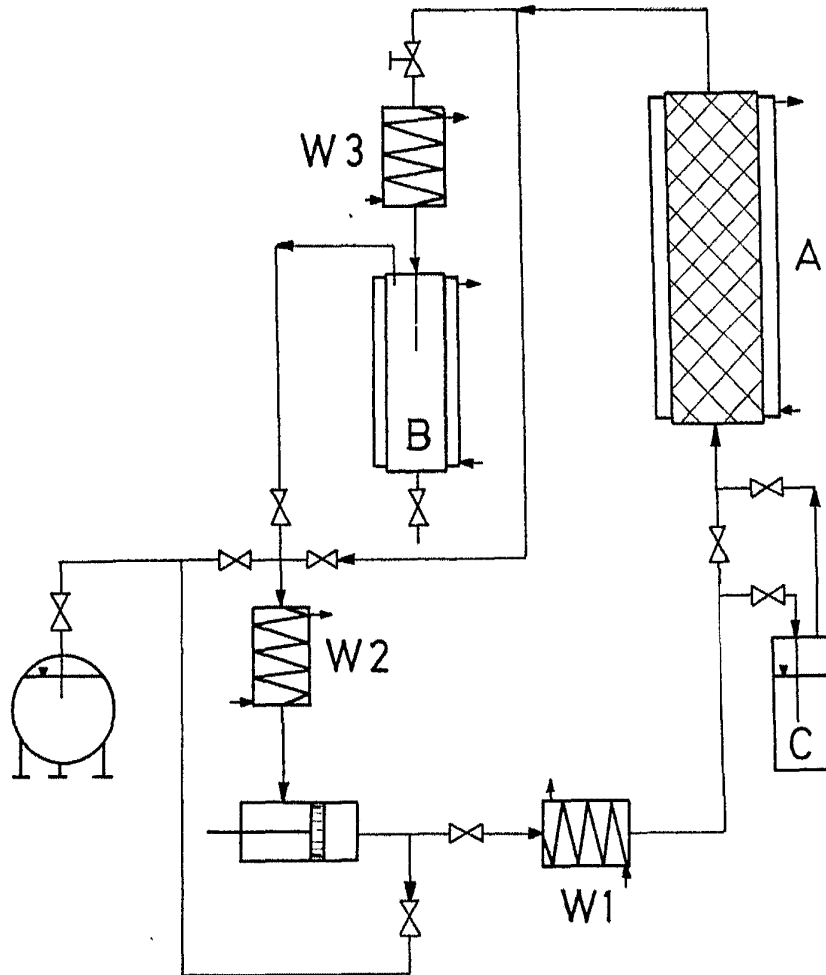
p.p.



20

25

30



ESCALA VARIABLE

Madrid, 11 de agosto de 1978

BERNARDO UNGRIA

E. P.