



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 119032156 A

(43) 申请公布日 2024. 11. 26

(21) 申请号 202380034726.4

(22) 申请日 2023.04.19

(30) 优先权数据

FR2203635 2022.04.20 FR

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.10.17

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/EP2023/060196 2023.04.19

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/203106 EN 2023.10.26

(71) 申请人 莱雅公司

地址 法国巴黎

(72) 发明人 G·杜若泽 H·大卫

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

专利代理师 靳潇桐 王伦伟

(51) Int.Cl.

C11B 9/02 (2006.01)

权利要求书6页 说明书24页

(54) 发明名称

从固体天然物质中通过酮或二氧戊环型溶剂提取获得的香料浸膏和净油

(57) 摘要

本发明涉及一种用于制备香料浸膏和/或净油的方法,该方法采用使特定的、新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料与包含至少一种“绿色”酮或二氧戊环型溶剂的第一溶剂体系接触。本发明的另一个主题是通过该制备方法获得的香料浸膏和香料净油,一种包含该浸膏和/或该净油的组合物,以及该“绿色”酮或二氧戊环型溶剂用于提取该浸膏和/或该净油而没有溶剂气味类型的化学气味的用途。

1. 一种用于制备香料浸膏和/或香料净油的方法,所述方法采用以下至少一个步骤:使

a) 第一溶剂体系,所述第一溶剂体系包含:

-至少一种酮溶剂,和/或

-至少一种二氧戊环型溶剂,

所述溶剂具有的在大气压下的沸点是57°C至160°C,与以下接触:

b) 一种或多种新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料,所述固体天然材料选自:

i) 蔷薇(缙丝花、沙蔷薇、单叶蔷薇和奥斯汀月季)、茉莉(素馨属)花、薰衣草花、醒目熏衣草(法国薰衣草、杂薰衣草、真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草)花、橙(*Citrus sinensis*)或酸橙(*Citrus aurantium* L)花、晚香玉(*Agave Polianthes*或*Polianthes tuberosa*)花、依兰(依兰香)花、紫罗兰(香堇菜)花和含羞草(银荆、线叶金合欢)花;

ii) 天竺葵(天竺葵属)茎和叶、广藿香(*Pogostemon cablin*和印度广藿香)茎和叶以及苦橙叶(*Citrus aurantium*)茎和叶;

iii) 选自茴香(茴芹)、香菜(芫荽)、葛缕子(莛蒿)、小茴香(孜然芹)和杜松(刺柏属)的果实;

iv) 柑橘类水果,如佛手柑(*Citrus bergamia*)、柠檬品种(香茅属,*Citrus limonum*)、橙品种(*Citrus sinensis* L.)、柑橘品种(*Citrus reticulata*)、葡萄柚品种(*Citrus paradisi*);

v) 肉豆蔻(*Myristica fragrans*)种子、当归(圆叶当归)种子、芹菜(旱芹)种子和小豆蔻(*Elettaria cardamomum*)种子、零陵香豆(香二翅豆)种子或豆子、香草(香荚兰)荚和/或种子,优选小豆蔻(*Elettaria cardamomum*)种子;

vi) 当归(圆叶当归)根、香根草(香根草属)根和鸢尾根;vii) 檀香木(檀香属)、玫瑰木(*Aniba rosaeodora*)、雪松(雪松属)和愈创木(玉檀木,*Guaiacum officinale*和神圣愈疮木);

viii) 选自龙蒿(狭叶青蒿)、柠檬草(香茅属)、鼠尾草(鼠尾草属)、薄荷(薄荷属)和百里香(百里香属)的药草和草;

ix) 云杉针叶和细枝、冷杉(冷杉属)针叶和细枝、迷迭香(*Salvia rosmarinus*,以前的*Rosmarinus officinalis*)针叶和细枝、以及松树(松属)针叶和细枝;

以及

x) 来自白松香(古蓬阿魏或绿黄汁阿魏)、榄香树(橄榄属)、安息香(苏合香)、没药(正没药(*Commiphora myrrha*)或*Commiphora molmol*和爱伦堡没药(*Commiphora opobalsamum*))和乳香(乳香属)的树脂和香脂;

应当理解的是:

-所述种子或豆子v)可以带壳或不带壳,优选不带壳;并且

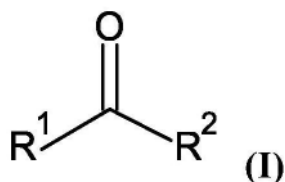
-当所述第一溶剂体系包含为丙酮的至少一种酮溶剂时,则所述丙酮不与己烷混合。

2. 根据前一项权利要求所述的方法,其中,所述溶剂具有的在大气压下的沸点是57°C至150°C;更优选60°C至130°C、更特别是70°C至120°C。

3. 根据权利要求1或2所述的方法,其中,所述第一溶剂体系a)包含:

-至少一种酮溶剂,特别是选自a1)和a2),

a1) 具有式(I):

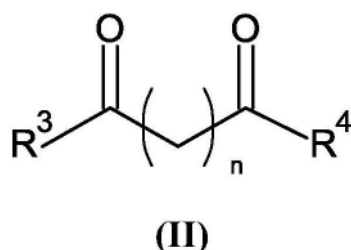


在式 (I) 中:

- R^1 或 R^2 是相同或不同的, 表示可选地被一个或两个羟基取代的直链或支链的 C_1 - C_5 烷基, 优选 (C_1 - C_4) 烷基, 如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、2-丁基或仲丁基、异丁基、叔丁基、正戊基; 或者另外

- R^1 和 R^2 与 $>\text{C}=\text{O}$ 基团中携带氧原子的碳原子形成包含 5 至 6 个成员, 优选 5 个成员的环烷基, 其是饱和的或不饱和的, 优选饱和的, 可选地被一个或多个相同或不同的选自羟基或 (C_1 - C_4) 烷基如甲基, 优选 (C_1 - C_2) 烷基如甲基的基团取代,

a2) 具有式 (II):



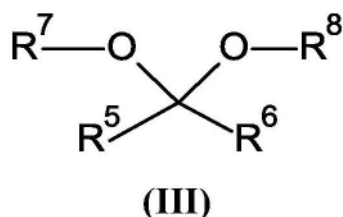
在式 (II) 中:

- R^3 和 R^4 是相同或不同的, 表示可选地被一个或两个羟基取代, 优选未被取代的直链或支链的 C_1 - C_3 烷基; 并且

- n 表示等于 0 或 1 的整数。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的方法, 其中, 所述第一溶剂体系 a) 包含:

- 至少一种二氧戊环型溶剂 a3), 二 (C_1 - C_7) 烷基二氧戊环, 以及还有其光学异构体、更特别是具有式 (III):



在式 (III) 中:

- R^5 和 R^6 是相同或不同的, 表示可选地被羟基取代, 优选未被取代的直链或支链的 C_1 - C_3 烷基;

- 或者另外 R^5 和 R^6 与携带它们的碳原子形成包含 5 个碳原子的环烷基, 其是饱和的或不饱和的, 优选饱和的, 可选地被取代, 尤其是被一个或多个 (C_1 - C_4) 烷基, 优选 (C_1 - C_2) 烷基, 如甲基取代;

- R^7 和 R^8 是相同或不同的, 表示 C_1 - C_3 烷基; 或者另外

所述两个基团 R^7 和 R^8 与携带它们的氧原子一起形成包含 4 至 8 个成员, 优选 5 至 6 个成员的杂环, 其是饱和的, 更优选 5 个成员, 所述杂环可以可选地被取代, 尤其是被 (C_1 - C_4) 烷基,

特别是C₁-C₂烷基如甲基取代,并且优选地所述杂环未被取代。

5. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述第一溶剂体系a)包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环溶剂,选自:2) 甲基乙基酮(CAS RN 78-98-3),3) 甲基丙基酮(CAS RN 107-87-9),4) 甲基丁基酮(CAS RN 591-78-6),5) 甲基异丙基酮(CAS RN 563-80-4),6) 甲基异丁基酮(CAS RN 108-10-1),7) 3-甲基-2-戊酮(CAS RN 565-61-7),8) 叔丁基甲基酮(CAS RN 75-97-8),9) 3-戊酮(CAS RN 96-22-0),10) 3-己酮(CAS RN 589-38-8),11) 乙基异丙基酮(CAS RN 565-69-5),12) 2,4-二甲基-3-戊酮(CAS RN 580-80-0),13) 2-甲基-3-己酮(CAS RN 7379-12-6),14) 2-甲基-3-戊酮(CAS RN 565-69-5),15) 2,2-二甲基环戊酮(CAS RN 4541-32-6),16) 2-甲基环戊酮(CAS RN 1120-72-5),17) 3-甲基环戊酮(CAS RN 1757-42-2),18) 2-甲基-2-乙基-1,3-二氧戊环(CAS RN 126-39-6),19) 1-羟基-2-丁酮(CAS RN 5077-67-8),20) 3-羟基-2-丁酮或乙偶姻(CAS RN 51555-24-9或CAS RN 513-86-0),21) 3-羟基-3-甲基-2-丁酮(CAS RN 115-22-0),22) 2,3-己二酮(CAS RN 3848-24-6),23) 3,4-己二酮(CAS RN 4437-51-8),24) 2,3-戊二酮(CAS RN 600-14-6),25) 2,3-丁二酮(CAS RN 431-03-8),26) 2,4-戊二酮(CAS RN 123-54-6),特别地,根据本发明的所述第一溶剂体系包含至少一种溶剂,其选自2)、3)、4)、5)、6)、7)、8)、9)、10)、11)、12)、13)、14)、16)、18)、19)、20)、21)、22)、23)、24)、25)和26),更特别是选自2)、3)、6)、9)、10)、16)、18)、25)和26),甚至更特别是选自2)、6)、9)、16)和18),并且甚至更优选选自6)、9)和18)。

6. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述溶剂体系包含相对于所述第一溶剂体系的总体积按体积计至少50%的如前述权利要求中任一项所定义的酮和/或二氧戊环型溶剂;更优选相对于所述第一溶剂体系的总体积按体积计至少60%,甚至更优选相对于所述第一溶剂体系的总体积按体积计至少80%,还更好地按体积计至少90%,甚至还更好地相对于所述第一溶剂体系的总体积100%。

7. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述天然材料i)至x)已经被研磨,特别是使用研杵和研钵、药研、行星式磨机、分析用磨机、尤其是分析用刀磨机、刀磨机或使用工业研磨机/微粉磨机或工业破碎机,优选分析用磨机、尤其是分析用刀磨机,在与根据权利要求1至6中任一项所述的第一溶剂体系a)接触之前已经进行所述研磨操作,更特别地,在环境温度(25°C)下或在低于0°C、特别是低于-10°C、更特别是低于-30°C的温度下、甚至更特别是在低于-70°C的温度下进行所述研磨操作;并且对于分析用磨机、尤其是分析用刀磨机,所述研磨的时间特别是1秒至5分钟、优选10秒至1分钟、更优选20秒至40秒;研磨操作后获得的粉末的尺寸优选是500nm至900μm、更特别是100nm至500μm;更优选地,研磨操作后获得的粉末的尺寸优选是500nm至100μm、甚至更特别是100nm至50μm。

8. 根据前述权利要求中任一项所述的方法,其中,所述天然固体原料b)是干燥的并且特别地选自i)和v),更特别是选自i)茉莉(素馨属并且更特别是素馨和双瓣茉莉)花、法国薰衣草、杂薰衣草、真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草并且更特别是阿布里亚尔杂薰衣草、格罗索杂薰衣草、雷多芬杂薰衣草、苏美安杂薰衣草和超级杂薰衣草(薰衣草和醒目熏衣草)、以及含羞草花(银荆或线叶金合欢花),v)肉豆蔻种子、当归种子、芹菜种子和小豆蔻(Elettaria cardamomum)种子、零陵香豆种子或豆子、香草荚或香草种子,甚至更优选尤其是已经研磨的香草荚,甚至更特别是选自零陵香豆种子或豆子、香草荚或香草种子,优选零陵香豆种子或豆子、或香草荚或香草种子,更优选香草荚或香草种子,甚至更优选尤

其是已经研磨的香草荚。

9. 根据前述权利要求中任一项所述的方法, 其中, 所述使溶剂体系a) 与b) 天然固体材料接触的操作在环境温度下, 在搅拌或不搅拌下, 优选在搅拌下进行; 如权利要求1或8中所定义的自然材料i) 至x) 更特别地在20°C至40°C、如20°C的温度下, 或在比具有最低沸点的溶剂的沸点低1°C至5°C或与其相等的温度下, 在所述溶剂体系中, 在由玻璃或金属(不锈钢) 制成的圆底烧瓶、具有单壁或夹套的由玻璃或金属(不锈钢) 制成的工业或非工业容器、或适用于接收溶剂、天然材料和浸膏的任何其他反应器中浸渍或浸泡; 所述a) +b) 混合物的浸渍或浸泡的持续时间优选地是几秒至一周、更特别是30分钟至48小时、甚至更特别是1小时至36小时、还更好地是2小时至24小时、还更好地是2小时至6小时, 优选地, 在所述接触操作中, 所述溶剂/天然材料的质量比是1/1至20/1、优选5/1至10/1、如9/1。

10. 根据前述权利要求中任一项所述的方法, 其中, 所述接触操作是固体/液体提取步骤。

11. 根据前述权利要求中任一项所述的方法, 其中, 将所述a) +b) 混合物加热至高于20°C、特别是高于30°C的温度, 更特别是加热至高于35°C的温度, 甚至更特别是直至所述溶剂体系的所述溶剂回流; 特别地, 将所述混合物加热至40°C至100°C的温度; 优选地, 将所述a) +b) 混合物加热5分钟至48小时、特别是30分钟至24小时、更特别是1小时至12小时、甚至更优选是2小时至5小时的时间段。

12. 根据前述权利要求中任一项所述的方法, 其中, 所述a) +b) 混合物存在于其中的反应器包括用于冷却和冷凝所述溶剂体系a) 的所述溶剂的冷却系统或冷凝器; 优选地, 所述反应器是索格斯利特型的或所述反应器装备有机械搅拌器并配备有水冷式或螺旋式冷凝器; 有利地使所述溶剂体系达到所述溶剂体系的所述溶剂回流; 然后通过蒸发溶剂, 优选在真空下, 例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器, 进行天然提取物的脱溶剂化, 以便在分离、提取和蒸发所述溶剂后获得香料浸膏。

13. 一种用于制备根据权利要求1至10和12中任一项所述的香料浸膏的方法, 所述方法实施:

1) 使以下项接触的至少一个步骤:

a) 如权利要求1至6中任一项所定义的第一溶剂体系与

b) 一种或多种如权利要求1、7和8之一所定义的选自i) 至x) 的固体天然材料; 然后

2) 使所述a) +b) 混合物可选地经受超声处理步骤, 特别是通过将所述混合物置于超声浴中; 优选地, 所述超声处理时间是5秒至1小时、更优选10秒至30分钟、甚至更优选30秒至10分钟, 例如5分钟;

3) 将所述溶剂体系维持在比具有最低沸点的溶剂的沸点低至少1°C至5°C或与其相等的温度下, 尤其是在低于或等于35°C的温度下; 所述接触和固体/液体提取步骤随后是回收从所述天然材料, 优选植物天然材料得到的所述天然提取物, 优选植物天然提取物的步骤; 此回收可以通过过滤、蒸馏、或用索格斯利特提取器进行, 优选通过例如在纸上过滤; 优选地, 所述a) +b) 混合物在比具有最低沸点的溶剂的沸点低至少1°C至5°C或与其相等的温度下, 尤其是在低于或等于45°C下保持5分钟至48小时、特别是30分钟至24小时、更特别是1小时至12小时、甚至更优选2小时至5小时的时间;

4) 去除所述提取物的所述溶剂, 优选在真空下, 例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外

与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以产生所述浸膏;或者另外

将尚未溶解的所述天然材料与其上清液分离,所述分离优选通过过滤或通过色谱法进行;随后可以分离和回收所述上清液并且通过如上所定义的溶剂蒸发来去除所述上清液的所述溶剂,以产生所述浸膏。

14. 根据权利要求12或13所述的方法,其中,使所述浸膏与至少一种第二极性溶剂、优选极性溶剂体系接触,所述第二溶剂体系包含至少一种极性溶剂,特别是(C₂-C₆)烷醇,其是“绿色”或天然来源的,如生物乙醇,优选其量占相对于所述第二溶剂体系的总体积按体积计至少10%,相对于所述第二溶剂体系的总体积更优选至少30%、还更优选至少60%、优选至少80%、还更好地按重量计至少90%、甚至还更好地按重量计100%;优选地,一旦添加了所述第二极性溶剂体系,所述浸膏和溶剂混合物就保持在低于0°C,更优选低于或等于-10°C的温度下,然后,将沉淀物与所述上清液分离,优选通过离心,然后将所述溶剂从所述上清液中蒸发,优选在真空下,例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以便在分离和蒸发所述溶剂后获得香料净油。

15. 一种浸膏,其是通过根据权利要求1至13中任一项所述的制备方法获得的。

16. 一种净油,其是通过根据权利要求14所述的制备方法获得的。

17. 一种组合物,其包含:

- 一种或多种通过根据权利要求1至13中任一项所述的制备方法获得的浸膏,和/或
- 一种或多种通过根据权利要求14所述的制备方法获得的净油。

18. 一种用于处理角蛋白材料、特别是人角蛋白材料如皮肤,或人角蛋白纤维如头发的方法,所述方法采用施用如权利要求15中所定义的浸膏和/或一种或多种如权利要求16中所定义的净油,通过施用所述浸膏和/或所述净油,应当理解的是,所述浸膏和/或所述净油可以包含在如权利要求17中所定义的组合物中。

19. 一种用于对以下项加香的方法:

- 角蛋白材料、特别是人角蛋白材料如皮肤,或人角蛋白纤维如头发,
- 纺织材料,如天然材料,例如棉花、亚麻、丝绸和羊毛,或合成材料,例如聚酰胺,如尼龙、聚酯、丙烯酸类树脂或弹性纤维,
- 木材,
- 纸张,
- 由皮革制成的制品,如鞋或手套,和/或
- 气氛ii) (室内芳香剂、衣橱芳香剂),

所述方法采用一种或多种如权利要求15中所定义的浸膏和/或一种或多种如权利要求16中所定义的净油,通过在纺织品上或向环境空气中施用或喷洒所述浸膏和/或所述净油,应当理解的是,所述浸膏和/或所述净油可以包含在如权利要求17中所定义的组合物中。

20. 如权利要求1至6中所定义的包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环溶剂的溶剂体系a) 用于从如权利要求1、7或8中任一项所定义的固体天然材料i) 至x) b) 中提取浸膏和/或净油而没有化学气味如酮或缩酮类型的溶剂气味的用途,所述溶剂具有的在大气压下的沸点是高于或等于25°C。

21. 一种或多种如权利要求15中所定义的浸膏和/或一种或多种如权利要求16中所定义的净油用于对以下项加香的用途:

- 角蛋白材料,特别是人角蛋白材料,如皮肤,或人角蛋白纤维,如头发,
- 纺织材料,如天然材料,例如棉花、亚麻、丝绸和羊毛,或合成材料,如聚酰胺,例如尼龙、聚酯、丙烯酸类树脂、弹性纤维,
- 木材,
- 纸张,
- 由皮革制成的制品,如鞋或手套,和/或
- 气氛ii) (室内芳香剂、衣橱芳香剂)。

从固体天然物质中通过酮或二氧戊环型溶剂提取获得的香料 浸膏和净油

[0001] 本发明涉及一种用于制备香料浸膏和/或净油的方法,该方法采用使特定的、新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料与包含至少一种优选“绿色”酮或二氧戊环型溶剂的第一溶剂体系接触。本发明的另一个主题是通过该制备方法获得的香料浸膏和香料净油,一种包含该浸膏和/或该净油的组合物,以及至少一种优选“绿色”酮或二氧戊环型溶剂用于提取该浸膏和/或该净油而没有溶剂气味类型的化学气味,气味浓烈且强烈的和/或非常接近所提取的天然材料(生物质)的用途。

[0002] 化妆品行业并且特别是香料行业包括许多用于提取有气味分子的工艺,如花香提取、水蒸馏、挤压、雾化、超临界CO₂提取等。在这些中,对于某些天然原料来说,通过非极性挥发性溶剂如正己烷进行提取代表用于提取有气味分子的良好技术,特别是由于良好的溶解能力、比水更低的沸点和易于真空蒸馏。这种技术有利于在香料中用作原料的净油的大规模生产,特别是在其中由于水的高沸点而无法应用水蒸馏的情况下,这可能不利地影响天然原料,尤其是植物材料。通过这种方法,天然材料,特别是植物材料,经受用第一挥发性有机溶剂1进行的若干次连续洗涤操作。通过沉降分离并且然后在真空下蒸发溶剂1使得能够获得“浸膏”。用第二溶剂2,特别是乙醇对“浸膏”进行可选处理使得能够去除存在的杂质(蜡等),并且从而在蒸发溶剂2后获得“净油”(参见Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology[柯克-奥思默化学技术百科全书],“Perfumes[香料]”,John Wiley& Sons Inc.[约翰威利父子公司],K.D.Perring,第1至46页(2016)DOI:10.1002/0471238961.1605180619030818.a01.pub3,和Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry[乌尔曼工业化学百科全书],“Perfumes[香料]”,M.V.Ende,W.Sturm和K.Peters,Wiley-VCH Verlag GmbH&Co.KGAA[威利-VCH出版社有限公司及两合公司],Weinheim[魏因海姆],(2017) https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/14356007.a19_171.pub2)。在这些不同的提取技术中,通过挥发性溶剂提取是用于获得某些天然材料(如香料原料)的“浸膏”以及然后是“净油”的有利方法。为此,特别选择石油来源的溶剂,尤其是脂肪族溶剂作为溶剂1(参见,例如,Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology[柯克-奥思默化学技术百科全书],“Perfumes[香料]”,John Wiley&Sons Inc.[约翰威利父子公司],K.D.Perring,第1至46页(2016)DOI:10.1002/0471238961.1605180619030818.a01.pub3,和Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry[乌尔曼工业化学百科全书],“Perfumes[香料]”,M.V.Ende,W.Sturm和K.Peters,Wiley-VCH Verlag GmbH&Co.KGAA[威利-VCH出版社有限公司及两合公司],Weinheim[魏因海姆],(2017) https://onlinelibrary.wiley.com/doi/epdf/10.1002/14356007.a19_171.pub2)。

[0003] 例如,正己烷因为低成本价格及其溶解各种各样的产品(包括植物油、调味品、芳香剂和色素)的能力而通常在工业规模上使用。另一方面,正己烷是对环境不是很友好的不可再生溶剂。此外,提取溶剂的性质可能产生化学气味,如石油醚气味,这与原始固体天然材料的气味不同。此外,气味不总是持久的。

[0004] 因此,非常令人关注的是找到一种用于制备浸膏和/或净油的替代方法,该方法在

其过程中使用优选“绿色”提取溶剂来代替石油来源的溶剂,如正己烷,并且此外该方法不会使净油的气味变性或不会在净油中留下“化学”气味,例如像石油醚。

[0005] 1991年,绿色化学的概念被提出。其目的是在新产品的设计中在源头减少或除去有害物质的使用。随后,提出了绿色化学的十二个原则,“Green Chemistry:Theory and Practice[绿色化学:理论与实践]”,Oxford Science[牛津科学],纽约,P.T.Anastas等人(1998)。绿色化学的指标,如E-因子或原子经济性,使得能够通过参考绿色化学的原则来测量化学方法的各个方面(参见,例如,Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology[柯克-奥思默化学技术百科全书],Green Chemistry[绿色化学],Michael A. Matthews,第12卷,第799至818页,19/04/2013,<https://doi.org/10.1002/0471238961.0718050513012020.a01>,和出处同上,Green Chemistry,Applications[绿色化学,应用],Albert S. Matlack,第1至33页,<https://doi.org/10.1002/0471238961.greemat1.a01>)。

[0006] 已经描述了用正庚烷进行天然材料提取以便获得使用石化来源的正庚烷溶剂并从威迪没药(*Commiphora wildii*)植物来源得到的浸膏和净油(WO 2019/149701)。然而,相对于起始原料,浸膏和净油的产率并不总是令人满意的。此外,气味可能不那么令人愉快或与天然材料的气味相差甚远,带有“化学”气味。另一方面,US2021/022381、JPH08168355和J. Food. Engin. [食品工程杂志],第93卷,1/08/2009描述了用酮溶剂:丙酮(即沸点56.05°C,1个大气压)提取香草醛。再次,与提取之前的生物质相比,气味可能不那么令人愉快,尤其是不那么浓烈或强烈和/或不那么接近。

[0007] 还希望能够从新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料,尤其是植物材料中,使用优选“绿色”溶剂提取浸膏和/或净油,而没有浸膏和/或净油的气味的变化或使得能够提取所述浸膏和净油的溶剂的嗅觉痕迹,特别是“非天然”产品如石油醚的气味。此外,非常令人关注的是获得与常规的提取溶剂相比非常显著提高的提取产率。

[0008] 本发明的方法已经解决了这些技术问题。

[0009] 因此,本发明的一个主题是一种用于制备香料浸膏和/或香料净油的方法,该方法采用使以下项接触的至少一个步骤:a)包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环溶剂的第一溶剂体系,所述溶剂具有的在大气压下的沸点是57°C至160°C、更特别是57°C至150°C;更优选60°C至130°C、更特别是70°C至120°C;尤其地,酮和/或二氧戊环溶剂选自如下所定义的a1)至a3),

[0010] 与:

[0011] b)一种或多种新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料,其选自:

[0012] i) 蔷薇(缟丝花、沙蔷薇、单叶蔷薇和奥斯汀月季并且更特别是百叶蔷薇和突厥蔷薇)花、茉莉(素馨属并且更特别是素馨和双瓣茉莉)花、薰衣草花、醒目薰衣草(法国薰衣草、杂薰衣草、真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草并且更特别是阿布里亚尔杂薰衣草、格罗索杂薰衣草、雷多芬杂薰衣草、苏美安杂薰衣草和超级杂薰衣草)花、橙(*Citrus sinensis*或酸橙*Citrus aurantium* L)花、晚香玉(*Agave Polianthes*或*Polianthes tuberosa*)花、依兰(依兰香)花、紫罗兰(香堇菜)花和含羞草(银荆、线叶金合欢)花;

[0013] ii) 天竺葵(天竺葵属与特别是*Cicconium*、*Magnipetala*、*Parvulipetala*、*Paucisignata*,并且更特别是香叶天竺葵)茎和叶、广藿香(*Pogostemon cablin*和印度广藿

香) 茎和叶以及苦橙叶 (*Citrus aurantium*, 更特别是 *Citrus aurantium* ssp. *amara*、或 *Citrus* var. *bigaradia*、或 *Citrus aurantium* ssp. *aurantium*) 茎和叶;

[0014] iii) 选自茴香 (茴芹)、香菜 (芫荽)、葛缕子 (页蒿)、小茴香 (孜然芹) 和杜松 (刺柏属, 更特别是欧洲刺柏、酸刺柏、西班牙圆柏、腓尼基刺柏) 的果实;

[0015] iv) 柑橘类水果, 如佛手柑 (*Citrus bergamia*)、柠檬品种 (香茅属, *Citrus limonum*)、橙品种 (*Citrus sinensis* L.)、柑橘品种 (*Citrus reticulata*)、葡萄柚品种 (*Citrus paradisi*); 优选柠檬品种、佛手柑品种、柑橘品种、或葡萄柚品种; 优选 *Citrus bergamia* (佛手柑), 或 *Citrus paradisi* (葡萄柚);

[0016] v) 肉豆蔻 (*Myristica fragrans*) 种子、当归 (圆叶当归) 种子、芹菜 (旱芹) 种子和小豆蔻 (*Elettaria cardamomum*) 种子、零陵香豆 (香二翅豆) 种子或豆子、香草 (香荚兰) 荚和/或种子, 优选小豆蔻 (*Elettaria cardamomum*) 种子; vi) 当归 (圆叶当归) 根、香根草 (香根草属, 并且更特别是普通香根草、泰国香根草和野香根草) 根和鸢尾, 特别是德国鸢尾和香根鸢尾根; vii) 檀香木 (檀香属并且更特别是檀香、椭圆叶檀香、澳大利亚檀香)、玫瑰木 (*Aniba rosaeodora*)、雪松 (雪松属, 更特别是北非雪松和 *Juniperus cedrus*) 和愈创木 (玉檀木、*Guaiacum officinale* 和神圣愈疮木);

[0017] viii) 选自龙蒿 (狭叶青蒿)、柠檬草 (香茅属并且更特别是柠檬香茅草)、鼠尾草 (鼠尾草属并且更特别是药用鼠尾草和快乐鼠尾草)、薄荷 (薄荷属并且更特别是水薄荷、加拿大薄荷、绿薄荷) 和百里香 (百里香属, 更特别是银叶百里香和西班牙百里香) 的药草和草;

[0018] ix) 云杉针叶和细枝、冷杉 (冷杉属并且更特别是欧洲冷杉) 针叶和细枝、迷迭香 (*Salvia rosmarinus*, 以前的 *Rosmarinus officinalis*) 针叶和细枝、以及松树 (松属并且更特别是樟子松) 针叶和细枝;

[0019] 以及

[0020] x) 来自白松香 (古蓬阿魏或绿黄汁阿魏)、榄香树 (橄榄属并且更特别是爪哇橄榄、吕宋橄榄和印度橄榄)、安息香 (苏合香并且更特别是越南安息香和印度安息香)、没药 (正没药 (*Commiphora myrrha*) 或 *Commiphora molmol* 和爱伦堡没药 (*Commiphora opobalsamum*)) 和乳香 (乳香属, 更特别是神圣乳香) 的树脂和香脂;

[0021] 应当理解的是:

[0022] - 种子或豆子 v) 可以带或不带壳, 优选不带壳; 并且

[0023] - 当第一溶剂体系包含为丙酮的至少一种酮溶剂时, 则丙酮不与己烷混合。

[0024] 本发明的另一个主题是由如上所定义的制备方法获得的浸膏和/或净油。

[0025] 另一个主题是一种组合物, 特别是化妆品组合物, 其包含至少一种浸膏和/或至少一种净油, 应当理解的是, 所述浸膏和/或所述净油是通过如上所定义的制备方法获得的。

[0026] 本发明的另一个主题是一种用于处理角蛋白材料特别是人角蛋白材料如皮肤或人角蛋白纤维如头发的方法, 该方法采用将由如上所定义的制备方法获得的浸膏和/或净油施用于角蛋白材料, 应当理解的是, 浸膏和/或净油可以包含在化妆品组合物中。

[0027] 本发明的另一个主题是一种用于对以下项加香的方法: 载体 i), 如:

[0028] - 角蛋白材料、特别是人角蛋白材料如皮肤, 或人角蛋白纤维如头发,

[0029] - 纺织材料, 如天然材料, 例如棉花、亚麻、丝绸和羊毛, 或合成材料, 例如聚酰胺,

如尼龙、聚酯、丙烯酸类树脂或弹性纤维,例如Spandex®和Lycra®,

[0030] -木材,

[0031] -纸张,

[0032] -由皮革制成的制品,如鞋或手套,和/或

[0033] -气氛ii) (室内芳香剂、衣橱芳香剂),

[0034] 该方法采用一种或多种如下所定义的浸膏和/或一种或多种如下所定义的净油,通过在载体i)上或向环境空气ii)中施用或喷洒浸膏和/或净油,应当理解的是,浸膏和/或净油可以包含在如下所定义的组合物中。

[0035] 本发明的另一个主题是包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环溶剂的溶剂体系a)的用途,所述溶剂具有的在大气压下的沸点是57°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、更特别是70°C至120°C;甚至更优选酮和/或二氧戊环型溶剂选自如下所定义的a1)至a3),以便从如上所定义的新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料i)至x) b)中提取香料浸膏和/或香料净油,而没有化学气味,如酮或缩酮类型的溶剂气味。

[0036] 本发明的另一个主题是根据如上所定义的制备方法获得的一种或多种浸膏和/或一种或多种净油用于对以下项加香的用途:载体i),如:

[0037] -角蛋白材料、特别是人角蛋白材料如皮肤,或人角蛋白纤维如头发,

[0038] -纺织材料,如天然材料,例如棉花、亚麻、丝绸和羊毛,或合成材料,例如聚酰胺,如尼龙、聚酯、丙烯酸类树脂或弹性纤维,例如Spandex®和Lycra®,

[0039] -木材,

[0040] -纸张,

[0041] -由皮革制成的制品,如鞋或手套,和/或

[0042] -气氛ii) (室内芳香剂、衣橱芳香剂),

[0043] 出乎意料地,似乎根据本发明的浸膏和/或净油的气味,特别是那些花香气味或由种子或荚得到的气味,随时间的推移和/或在施用于角蛋白材料特别是皮肤或角蛋白纤维如头发后仅轻微变差并保持持久。特别地,根据本发明的浸膏和/或净油的芳香气味随时间的推移是强烈的和/或保持强烈的。此外,根据本发明的方法获得的浸膏和/或净油相对于外部侵蚀(如光、温度和/或汗水)是相对稳定的。

[0044] 此外,根据本发明的浸膏和/或净油制备方法特别使得能够获得具有非常令人满意的产率(至少与用石油来源的溶剂,特别是脂肪族溶剂如正庚烷获得的那些产率可比较)并且具有非常接近起始固体天然原料的气味的浸膏和/或净油,而没有与酮和/或二氧戊环型溶剂有关的“非天然”嗅觉痕迹,如酮或缩醛的嗅觉痕迹。例如,在嗅觉水平上,通过根据本发明的方法获得的香草净油具有香草荚的特征气味,而没有任何酮或缩醛气味,比通过使用脂肪族溶剂如正己烷或正庚烷的溶剂提取获得的气味更接近天然气味。本发明的浸膏和/或净油中所含的有气味提取物具有与起始植物原料基本类似的气味。本发明的浸膏和/或净油可用于香料、化妆品中以及还有用于对如上所述的载体i)或气氛加香。

[0045] 出于本发明的目的并且除非另外指出,否则:

[0046] 术语“研磨”,也称为“粉碎”、“磨碎”或“破碎”,应理解为意指包括将固体天然材料分解为粉末状,优选细粉末状的操作,优选粉末颗粒尺寸小于900μm;有利地,颗粒尺寸是10μm至500μm。

[0047] 术语“粉末”意指呈粉状形式的组合物,其优选地基本上不含粉尘。换言之,颗粒的粒度分布使得尺寸小于或等于50微米(粉尘含量)、优选小于或等于10微米(粉尘含量)的颗粒的重量含量有利地小于或等于5%、优选小于2%并且更特别是小于1%(使用Retsch AS 200Digit粒度分析仪评估的粒度;振荡高度:1.25mm/筛分时间:5分钟)。有利地,颗粒尺寸是10 μm 至500 μm 。固体天然材料的“粉末”可以进行筛分以便获得上限尺寸对应于特别是35至80目(US)的筛的孔口或筛网尺寸的颗粒。根据本发明的特定实施例,固体天然材料的粉末的颗粒尺寸是细的。根据本发明,这更具体地意指小于或等于900 μm 的粒度。优选地,粉末由尺寸为7至700 μm 并且还更好地100nm至500 μm 的细颗粒构成。

[0048] “干燥的”材料应理解为意指从中抽取出水的植物原料;优选地,相对于可选地呈粉末形式的所述固体材料的总重量,水分含量(即水含量)是按重量计0%至10%、优选小于5%、甚至更优选小于2%、还更好地小于1%,如小于0.5%。

[0049] “新鲜的”材料应理解为意指尚未从中抽取出水的水合材料;优选其在与溶剂接触前几小时至几天(最多15天)收获并保持在相容的温度和相对湿度下,使得能够用 $\pm 2\%$ 的水保持所述材料中的水含量;优选地,相对于可选地呈粉末形式的所述固体材料的总重量,新鲜的材料具有按重量计大于10%的水的水含量。更优选地,本发明的新鲜的材料选自花,如茉莉花、含羞草花、蔷薇花、晚香玉花、橙花和依兰花,并且优选这些花在采摘后的第二天或在采摘后的2至5天用本发明的方法处理,注意将花保持在1 $^{\circ}\text{C}$ 至5 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下。

[0050] “枯萎的”材料应理解为意指植物原料,其是特定的新鲜的材料,其开花终止,和/或干燥的材料在通过根据本发明的方法处理之前被储存一天至几天(最多15天),并且此外,从中抽取出的水的量为按重量计小于80%、优选按重量计小于50%、如按重量计1%至40%、特别是按重量计1%至20%。“天然”材料应理解为意指植物来源的原料。

[0051] “香料原料”应理解为意指从自然界中提取的包含香料或香料的制备中使用的嗅觉有效成分的呈粗品状态的材料。

[0052] “香料”应理解为意指特定的嗅觉组合物,高度浓缩,提供包装并且嗅觉浓度高。“香料”还应理解为意指淡香水、香水或科隆香水。

[0053] 一般来说,香料是由香料成分的混合物构成的,这些成分也可以分为前调、主调和后调。这三种调性对应于构成它们的成分的挥发性较大或较小:高度挥发性前调、中度挥发性主调和低挥发性后调。

[0054] (i) 前调,也称为“顶”调,是香料一接触角蛋白材料或任何其他基质就首先通过嗅觉感知。然而,它是消退最快的调:它不会“持久”。难以表述这个调的持续时间,因为它的变化很大:几分钟到约十分钟。它本质上是清新的和清淡的。所有柑橘气味特别属于这一类。在香料中,它们被归类到通用术语柑橘香气味,包括橙子、柠檬、葡萄柚、佛手柑、橙花、橙花油等。还将提及药草气味,如薰衣草、月桂、百里香或迷迭香,以及茴香、薄荷醇、醛等气味。还将提及桉树气味。

[0055] (ii) 主调,有时也称为“中调”,具有持续几十分钟到几个小时的持久性,但其主要特征是其直到在几分钟后才被感知。因此,其就在前调消失之前“开始”。当前调逐渐消失时,其开始表达自己。其主要上以花香、果香或辛辣气味为代表:铃兰、金银花、紫罗兰、木兰、肉桂、天竺葵、茉莉、蔷薇、鸢尾、覆盆子、桃子等。

[0056] (iii) 后调,有时也称为“底调”,赋予香料“耐久性”、持久性或持久力。取决于香料

的浓度,在施用于衣服或辨香纸或香味条上后几小时,实际上甚至几天,或甚至几周都可感知到。将提及例如木材、根、苔藓、树脂和动物或矿物物质,如红没药、麝香、琥珀、檀香、安息香、地衣、丁香、鼠尾草等。还将提及香草、广藿香、香豆素等气味。

[0057] 术语“植物”应理解为意指光合生物组,其细胞具有由纤维素构成的壁。

[0058] 术语“固体”应理解为意指原料具有稠度,在环境温度(25°C)和大气压(760mmHg)下不是液体,也就是说具有高稠度的成分,在储存期间保持其形状。与“流体”或“液体”成分相比,其不会在其自身重量下流动,同时能够是相对软的。

[0059] “溶剂”应理解为意指在环境温度(25°C)和大气压下为液体的物质,其具有溶解、稀释或提取其他物质的特性,而不对其进行化学改性并且其自身不进行化学改性。

[0060] “有机溶剂”应理解为意指优选在环境温度和大气压下为液体的有机物质,其能够溶解或分散另一种物质,而不对其进行化学改性。

[0061] 出于本发明的目的,术语“无水”应理解为意指液相,其具有的水含量为相对于所述液相的重量按重量计小于5%、优选按重量计小于2%并且甚至更优选按重量计小于1%、或实际上甚至小于0.5%并且尤其是不含水,在液相的制备过程中没有添加水,而是对应于由混合的成分供应的残留水。

[0062] “溶剂体系”应理解为意指仅一种优选“绿色”溶剂或几种溶剂的混合物,优选两种或三种溶剂,如果溶剂体系是溶剂的混合物;优选地,溶剂体系的溶剂中的至少一种是“绿色”的并且更优选地所有溶剂是“绿色”的。

[0063] 当提及包含溶剂混合物的溶剂体系的沸点温度时,应当理解的是,所述混合物中的每种溶剂在大气压下的沸点必须符合所讨论的温度,即在大气压下的沸点是57°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C。

[0064] “绿色”溶剂应理解为意指符合绿色化学的12个原则中的至少一个的溶剂。

[0065] “酮”溶剂应理解为意指包含一个或多个 $>C=O$ 羰基的有机溶剂,其是饱和的或不饱和的,优选饱和的,无环的,直链或支链的,或环状的,特别是包含总共3至10个碳原子如3至7个碳原子,更特别是4至6个碳原子,优选4至5个碳原子,可选地被一个或多个羟基并且尤其是1个羟基取代,如果溶剂是环状的,则它还可以被一个或多个直链或支链的,优选直链的(C_1-C_4)烷基如甲基取代,所述酮溶剂具有的沸点高于或等于25°C、并且特别是低于或等于180°C、更特别是50°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C。

[0066] “二氧戊环型”溶剂应理解为意指包含一个或多个1,3-二氧戊环基团,优选一个1,3-二氧戊环基团的有机溶剂,其是饱和的或不饱和的,优选饱和的,无环的,直链或支链的,或环状的,尤其是无环的,特别是包含总共3至10个碳原子,更特别是4至6个碳原子,优选6个碳原子,如果溶剂是环状的,则它可以被一个或多个直链或支链的,优选直链的(C_1-C_4)烷基如甲基取代。

[0067] 优选地,本发明的1,3-二氧戊环溶剂衍生自酮溶剂,其所述氧代基团已经以环状缩醛的形式被保护;更特别地,1,3-二氧戊环溶剂从如上所定义的酮溶剂的缩酮化反应获得,优选地,缩酮化反应是从酮溶剂和乙二醇开始进行的。

[0068] 术语“固体/液体提取”或“浸出”应理解为意指在适当的溶剂中完全或部分提取一种或多种天然材料化合物的过程。固体/液体提取(也用“液体-固体”表示)涵盖了本领域技

术人员已知的各种提取过程(参见Extraction Liquid-Solid[提取液体-固体],Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology[柯克-奥思默化学技术百科全书],Richard J. Wakeman(2000);<https://doi.org/10.1002/0471238961.1209172123011105.a01>,和Extraction Liquid-Solid[提取液体-固体],Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry[乌尔曼工业化学百科全书],T.Voeste等人,(2012)DOI:10.1002/14356007.b03_07.pub2。

[0069] 出于本发明的目的,术语“生理学上可接受的介质”旨在表示适合于组合物的局部施用的介质。生理学上可接受的介质没有令人不愉快的气味和/或令人不愉快的外观,并且与局部施用途径完全相容。

[0070] “角蛋白材料”应理解为意指皮肤、头皮、嘴唇和/或皮肤附属物,如指甲和角蛋白纤维,例如像体毛、睫毛、眉毛和头发。

[0071] 出于本发明的目的,“化妆品组合物”意指施用于角蛋白材料以产生非治疗性卫生、护理、加香、调理或化妆效果的任何组合物,有助于改善所述组合物施用于其上的角蛋白材料的健康和/或增强其美感和/或改变其外观。

[0072] 出于本发明的目的,“皮肤病学组合物”意指施用于角蛋白材料以预防和/或治疗所述角蛋白材料的病症或功能障碍的任何组合物。

[0073] 出于本发明的目的,“美容处理”意指任何非治疗性加香、卫生、护理、调理或化妆效果,有助于改善所述组合物施用于其上的角蛋白材料的健康和/或增强其美感和/或改变其外观或气味。

[0074] 术语“高频”超声波应理解为意指声音,其频率大于100kHz,并且对于非常高的频率,大于1MHz;

[0075] 术语“低频”超声波应理解为意指声音,其频率为16至100kHz。

[0076] 用于制备“浸膏”和/或“净油”的方法:

[0077] 根据本发明的特定实施例,用于制备浸膏和/或净油的方法的第一步骤之前可以是干燥如上所定义的固体天然材料i)至x)和/或可选地研磨如上所定义天然材料i)至x)。

[0078] 干燥固体天然材料的步骤

[0079] 根据本发明的特定实施例,该方法中使用的天然材料i)至x)事先用水洗涤和/或冲洗和/或在露天或使用常规热手段在优选10°C至35°C的温度下干燥,或另外在热或微波烘箱中脱水,或在环境温度下使用例如干燥器,可选地在真空下,特别是含有二氧化硅或P₂O₅,或使用脱水剂进行干燥。

[0080] 研磨步骤

[0081] 根据本发明的特定实施例,在与如上所定义的第一溶剂体系a)接触以产生混合物a)+b)-之前,对如上所定义的新鲜的或干燥的天然材料i)至x)进行一次或多次研磨。更特别地,研磨在环境温度(25°C)或低温下进行;特别是在低于0°C、低于-10°C、更特别是低于-30°C的温度下,甚至更特别是在低于-70°C的温度下,特别是使用干冰、液氮或包含干冰和/或液氮的混合物,如甲醇和液氮的组合。

[0082] 天然材料i)至x)的研磨可以是机械的,如使用以下项研磨:研杵和研钵、球磨机、低温研磨机、药研(yagen)、行星式磨机、分析用磨机、尤其是分析用刀磨机、刀磨机(共混

机)或使用工业研磨机/微粉磨机或工业破碎机,优选分析用磨机、尤其是分析用刀磨机。

[0083] 研磨时间取决于在研磨材料的细度方面所希望的结果;通常,对于分析用磨机、尤其是分析用刀磨机,研磨时间是1秒至5分钟、优选10秒至1分钟、更优选20秒至40秒。

[0084] 根据本发明的另一个特定实施例,天然材料的研磨在用液氮处理后进行。

[0085] 优选地,研磨是机械的。更特别地,研磨在环境温度(25°C)下进行。更优选地,研磨在天然材料、特别是植物天然材料的种子上进行,这些种子带或不带壳,带或不带荚。

[0086] 如果研磨后粉末的质量不够细,也就是说颗粒具有大于500 μm 的尺寸,则可以用相同的装置或另一个研磨装置,特别是研磨机/微粉磨机来重复研磨步骤。

[0087] 理想地,研磨后获得的粉末的尺寸是500nm至900 μm 、更特别是100nm至500 μm 。研磨后获得的粉末的尺寸优选是500nm至100 μm 、更特别是100nm至50 μm 。

[0088] 根据干燥粉末的光散射分析来评估粉末的粒度。

[0089] 根据本发明的优选实施例,天然材料的研磨在种子上进行,这些种子带或不带壳,带或不带荚,优选不带壳。

[0090] 天然材料b):

[0091] 优选地,新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料选自以下家族:

[0092] i) 来自以下的花:四个亚属缬丝花(*Rosa Platyrhodon*)、沙蔷薇(*Rosa Hesperrhodos*)、单叶蔷薇(*Rosa Hulthemia*)和奥斯汀月季(*Rosa Eurosa*)并且更特别是百叶蔷薇和突厥蔷薇(蔷薇)、素馨属并且更特别是素馨和双瓣茉莉(茉莉)、法国薰衣草、杂薰衣草、真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草并且更特别是阿布里亚尔杂薰衣草、格罗索杂薰衣草、雷多芬杂薰衣草、苏美安杂薰衣草和超级杂薰衣草(薰衣草和醒目熏衣草)、来自橙*Citrus sinensis*或来自酸橙*Citrus aurantium* L的花(橙花)、*Agave polianthes*或*Polianthes tuberosa*(晚香玉花)、依兰香(依兰花)和含羞草花(银荆或线叶金合欢花);

[0093] ii) 天竺葵或天竺葵属,与特别是*Cicconium*、*Magnipetala*、*Parvulipetala*、*Paucisignata*并且更特别是香叶天竺葵(天竺葵)茎和叶、*Pogostemon cablin*和印度广藿香(广藿香)茎和叶以及*Citrus aurantium*,更特别是*Citrus aurantium* ssp.*amara*、或*Citrus* var.*bigaradia*、或*Citrus aurantium* ssp.*aurantium*(苦橙叶)茎和叶;

[0094] iii) 选自茴芹(茴香)、芫荽(香菜)、芫蒿(葛缕子)、孜然芹(小茴香)和刺柏属,更特别是欧洲刺柏、酸刺柏、西班牙圆柏、腓尼基刺柏(杜松)的果实;

[0095] iv) 选自柠檬品种、柑橘(*Citrus reticulata*)品种、克莱门氏小柑橘(克莱门柚)品种、葡萄柚品种,特别是佛手柑(*Citrus bergamia*)、柠檬(香茅属,*Citrus limonum*)、柑橘,如网纹柑桔,或葡萄柚(*Citrus paradisi*)的柑橘类水果;优选佛手柑或葡萄柚;

[0096] 优选*Citrus bergamia*(佛手柑),或*Citrus paradisi*(葡萄柚);

[0097] v) *Myristica fragrans*(肉豆蔻)种子、圆叶当归(当归)种子、旱芹(芹菜)种子和*Elettaria cardamumum*(小豆蔻)种子、香二翅豆(零陵香豆)种子或豆子、香荚兰(香草,和/或香草荚,和/或香草种子),优选*Elettaria cardamumum*(小豆蔻)种子、香二翅豆(零陵香豆)种子或豆子和香荚兰(香草和/或香草荚)并且甚至更优选小豆蔻;

[0098] vi) 圆叶当归(当归)根、香根草属并且更特别是普通香根草、泰国香根草和野香根草(香根草)根和鸢尾,更特别是德国鸢尾和香根鸢尾(鸢尾)根;

[0099] vii) 檀香属并且更特别是檀香、椭圆叶檀香、澳大利亚檀香(檀香木)的木材,

Aniba rosaeodora (玫瑰木) 的木材, 雪松属, 更特别是北非雪松和 *Juniperus cedrus* (雪松) 的木材和 *Bulnesia sarmientoi*, *Guaiacum officinale* 和神圣愈疮木 (愈创木) 的木材;

[0100] viii) 选自狭叶青蒿 (龙蒿)、香茅属并且更特别是柠檬香茅草 (柠檬草)、鼠尾草属并且更特别是药用鼠尾草和快乐鼠尾草 (鼠尾草)、薄荷属并且更特别是水薄荷、加拿大薄荷、绿薄荷 (薄荷) 和百里香属, 更特别是银叶百里香和西班牙百里香 (百里香) 的药草和草; ix) 云杉针叶和细枝、冷杉属并且更特别是欧洲冷杉 (冷杉) 针叶和细枝、*Salvia rosmarinus*, 以前的 *Rosmarinus officinalis* (迷迭香) 针叶和细枝、以及松属并且更特别是樟子松 (松树) 针叶和细枝; 以及

[0101] x) 来自古蓬阿魏或绿黄汁阿魏 (白松香)、橄榄属并且更特别是爪哇橄榄、吕宋橄榄和印度橄榄 (榄香树)、苏合香并且更特别是越南安息香和印度安息香 (安息香)、正品没药 (*Commiphora myrrha*) 或 *Commiphora molmol* 和爱伦堡没药 (*Commiphora opobalsamum*) (没药) 和乳香属, 更特别是神圣乳香 (乳香) 的树脂和香脂。

[0102] 特别地, 本发明的 iv) 柑橘类水果是如 *Citrus bergamia* (佛手柑) 品种、香茅、*Citrus limonum* (柠檬) 品种、*Citrus reticulata* (柑橘) 品种、*Citrus paradisi* (葡萄柚) 品种; 优选 *Citrus bergamia* (佛手柑) 或 *Citrus paradisi* (葡萄柚)。

[0103] 根据特定实施例, 本发明的柑橘类水果 iv) 选自柠檬 (香茅, *Citrus limonum*) 品种, 如加拉蒙地亚桔、佛手柑、金橘、香橼、手指香檬、黄柠檬、青柠、马蜂橙 (makrut lime) 和柚子, 柑橘 (*Citrus reticulata*) 和克莱门氏小柑橘 (克莱门柚) 品种, 如 Nova、Encorce、Fortune、Ortanique、Nour 或 MA3、Cassar、Hernandina、Marisol、Nules、Caffin, 葡萄柚 (*Citrus maxima*, *Citrus grandis* 或 *Citrus paradisi*) 品种, 如白柚或血柚、白葡萄柚、粉葡萄柚、血葡萄柚; 特别是佛手柑 (*Citrus bergamia*)、柠檬 (香茅, *Citrus limonum*)、柑橘 (*Citrus reticulata*) 或葡萄柚 (*Citrus paradisi*); 优选佛手柑 (*Citrus bergamia*) 或葡萄柚 (*Citrus paradisi*)。

[0104] 根据特定实施例, iv) 不同于柑橘类水果皮。

[0105] 根据另一个实施例, 新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料选自如上所定义的家庭 i) 至 iii) 和 v) 至 x), 优选选自家庭 v) 并且更优选选自茛如香草荚。

[0106] 在本发明的方法的使 a) 与 b) 接触的步骤期间, 优选使用一种或多种新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料, 其选自 i) 花, 如薰衣草、醒目薰衣草、茉莉、蔷薇和橙花, 以及 ii) 种子, 带壳或不带壳, 如小豆蔻。

[0107] 根据本发明的特定变体, 新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料选自如上所述的材料 i)。

[0108] 根据一个实施例, 新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料选自醒目薰衣草。

[0109] 根据另一个实施例, 新鲜的或干燥的固体天然材料是茉莉花。

[0110] 根据另一个实施例, 新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料是蔷薇花。

[0111] 根据另一个实施例, 新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料是晚香玉花。

[0112] 根据另一个实施例, 新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料是含羞草花。

[0113] 根据另一个实施例, 新鲜的或干燥的固体天然材料是橙花。

[0114] 根据另一个实施例, 新鲜的或干燥的固体天然材料是依兰花。

[0115] 根据第二有利的变体,新鲜的或干燥的固体天然材料选自v) 肉豆蔻种子、当归种子、芹菜种子和小豆蔻 (*Elettaria cardamomum*) 种子、零陵香豆种子或豆子、香草荚或香草种子,优选香草荚或香草种子,更优选香草荚,尤其是已经研磨的。

[0116] 优选地,选自b) 的新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然原料选自以下家族,该家族选自i) 和v)。

[0117] 根据特定实施例,固体天然原料b) 是干燥的并且优选选自家族i) 和v), 优选选自家族v)。

[0118] 根据本发明的特定实施例,如上所定义的新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料b) 选自由以下产生的植物学家族:花、茎和叶、果实如荚、柑橘类水果的皮、种子、根、木材、药草和草、树木的针叶和细枝,这些树木选自 *Citrus bergamia* (佛手柑), *Aniba rosaeodora* (玫瑰木或巴西玫瑰木), 刺柏属、柏木属和雪松属 (雪松) 的家族,香茅 (柠檬), *Eugenia caryophyllata* (丁香), 绿黄汁阿魏 (白松香), 香叶天竺葵 (天竺葵), *Jasminum officinale* var. *grandiflorum* (茉莉), 杂薰衣草、真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草 (醒目熏衣草, 薰衣草), 橡苔 (橡树苔), 香根鸢尾和德国鸢尾 (鸢尾), *Citrus aurantium* subspecies *amara* (橙花), *Pogostemon cablin* (广藿香), *C. aurantium* (苦橙叶), 蔷薇, 特别是突厥蔷薇和百叶蔷薇 (蔷薇), 檀香 (檀香木), 普通香根草 (香根草), 香堇菜 (紫罗兰), 依兰香 (依兰)、香荚兰 (香草) 和 *Elettaria cardamomum* (小豆蔻)。

[0119] 更优选地,本发明的新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然材料选自以下植物学家族: *Elettaria cardamomum* (小豆蔻), *Jasminum officinale* var. *grandiflorum* (茉莉), 蔷薇, 特别是突厥蔷薇和百叶蔷薇 (蔷薇), *Citrus aurantium* subspecies *amara* (橙花), 和真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草 (醒目熏衣草, 薰衣草), 香荚兰 (香草) 以及银荆、线叶金合欢 (含羞草) 花。

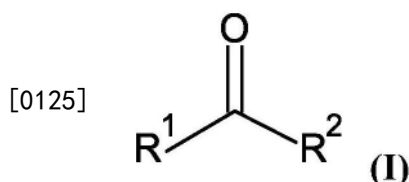
[0120] 优选地,新鲜的、枯萎的或干燥的固体天然原料选自选自i) 和v) 的家族。更优选天然原料选自i) 茉莉 (素馨属并且更特别是素馨和双瓣茉莉) 花、法国薰衣草、杂薰衣草、真正薰衣草、以前的药用薰衣草和宽叶薰衣草并且更特别是阿布里亚尔杂薰衣草、格罗索杂薰衣草、雷多芬杂薰衣草、苏美安杂薰衣草和超级杂薰衣草 (薰衣草和醒目熏衣草)、以及含羞草花 (银荆或线叶金合欢花), v) 肉豆蔻种子、当归种子、芹菜种子和小豆蔻 (*Elettaria cardamomum*) 种子、零陵香豆种子或豆子、香草荚或香草种子,甚至更优选尤其是已经研磨的香草荚,甚至更特别是选自零陵香豆种子或豆子、香草荚或香草种子,优选零陵香豆种子或豆子、或香草荚或香草种子,更优选香草荚或香草种子,甚至更优选尤其是已经研磨的香草荚。更优选选自v) 尤其是香草荚和/或种子,优选香草荚,尤其是已经研磨的。

[0121] 第一溶剂体系a)

[0122] 根据本发明的优选实施例,第一溶剂体系包含至少一种酮溶剂,其具有的在大气压下的沸点是57°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、更特别是70°C至120°C。

[0123] 根据本发明的一个实施例,溶剂体系a) 包含至少一种酮溶剂,其选自以下a1) 和a2), 优选a1), 特别是无环的并且尤其是具有式(I)。

[0124] 根据一个特定实施例,溶剂体系a) 包含至少一种酮溶剂a1), 更特别是具有式(I):



[0126] 在式(I)中:

[0127] • R¹或R²是相同或不同的,表示可选地被一个或两个羟基取代的直链或支链的C₁-C₅烷基,优选(C₁-C₄)烷基,如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、2-丁基或仲丁基、异丁基、叔丁基、正戊基;或者另外

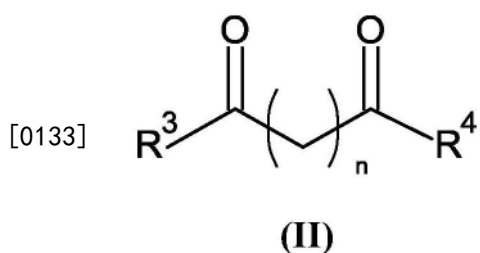
[0128] • R¹和R²与>C=O基团中携带氧原子的碳原子形成包含5至6个成员,优选5个成员的环境基,其是饱和的或不饱和的,优选饱和的,可选地被一个或多个相同或不同的选自羟基或(C₁-C₄)烷基如甲基,优选(C₁-C₂)烷基如甲基的基团取代。

[0129] 特别地,式(I)的溶剂选自直链或支链的二(C₁-C₅)烷基酮溶剂,以及还有其光学异构体,即例如R¹或R²是相同或不同的,表示可选地被一个或两个羟基,尤其是一个羟基取代的直链或支链的C₁-C₅烷基,优选(C₁-C₄)烷基,如甲基、乙基、正丙基、异丙基、正丁基、2-丁基、异丁基、叔丁基。

[0130] 根据另一个变体,式(I)的溶剂选自环状溶剂,即R¹和R²与>C=O基团中携带氧原子的碳原子形成包含3至8个成员,尤其是5至6个成员,优选5个成员的环境基,其是饱和的或不饱和的,优选饱和的,可选地被一个或多个羟基,或(C₁-C₄)烷基如甲基,优选被一个或多个(C₁-C₂)烷基如甲基,更优选被一个(C₁-C₂)烷基如甲基取代。

[0131] 优选地,溶剂a1)至a3)不包含羟基。

[0132] 根据另一个特定实施例,溶剂体系a)包含至少一种二羰基溶剂a2),特别是二(C₁-C₅)烷基-α,β-二酮或二(C₁-C₅)烷基-α,γ-二酮溶剂以及还有其光学异构体,更特别是具有式(II):

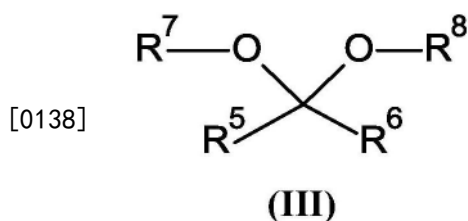


[0134] 在式(II)中:

[0135] • R³和R⁴是相同或不同的,表示可选地被一个或两个羟基取代,优选未被取代的直链或支链的C₁-C₃烷基;并且

[0136] • n表示等于0或1的整数。

[0137] 根据另一个特定实施例,溶剂体系a)包含至少一种二氧戊环型溶剂a3),特别是至少一种二(C₁-C₅)烷基二氧戊环型溶剂以及还有其光学异构体,更特别是具有式(III):



[0139] 在式(III)中:

[0140] • R^5 和 R^6 是相同或不同的,表示可选地被羟基取代,优选未被取代的直链或支链的 C_1 - C_3 烷基;

[0141] 或者另外 R^5 和 R^6 与携带它们的碳原子形成包含5个碳原子的环烷基,其是饱和的或不饱和的,优选饱和的,可选地被取代,尤其是被一个或多个(C_1 - C_4)烷基,优选(C_1 - C_2)烷基,如甲基取代;

[0142] • R^7 和 R^8 是相同或不同的,表示 C_1 - C_3 烷基;或者另外

[0143] 所述两个基团 R^7 和 R^8 与携带它们的氧原子一起形成包含4至8个成员,优选5至6个成员的杂环,其是饱和的,更优选5个成员,所述杂环可以可选地被取代,尤其是被(C_1 - C_4)烷基,特别是 C_1 - C_2 烷基如甲基取代,并且优选地所述杂环未被取代。

[0144] 作为本发明的羰基或二氧戊环型溶剂的实例,可以提及选自以下的溶剂:

[0145] 2) 甲基乙基酮(CAS RN 78-98-3), 3) 甲基丙基酮(CAS RN 107-87-9), 4) 甲基丁基酮(CAS RN 591-78-6), 5) 甲基异丙基酮(CAS RN 563-80-4), 6) 甲基异丁基酮(CAS RN 108-10-1), 7) 3-甲基-2-戊酮(CAS RN 565-61-7), 8) 叔丁基甲基酮(CAS RN 75-97-8), 9) 3-戊酮(CAS RN 96-22-0), 10) 3-己酮(CAS RN 589-38-8), 11) 乙基异丙基酮(CAS RN 565-69-5), 12) 2,4-二甲基-3-戊酮(CAS RN 580-80-0), 13) 2-甲基-3-己酮(CAS RN 7379-12-6), 14) 2-甲基-3-戊酮(CAS RN 565-69-5), 15) 2,2-二甲基环戊酮(CAS RN 4541-32-6), 16) 2-甲基环戊酮(CAS RN 1120-72-5), 17) 3-甲基环戊酮(CAS RN 1757-42-2), 18) 2-甲基-2-乙基-1,3-二氧戊环(CAS RN 126-39-6), 19) 1-羟基-2-丁酮(CAS RN 5077-67-8), 20) 3-羟基-2-丁酮或乙偶姻(CAS RN 51555-24-9或CAS RN 513-86-0), 21) 3-羟基-3-甲基-2-丁酮(CAS RN 115-22-0), 22) 2,3-己二酮(CAS RN 3848-24-6), 23) 3,4-己二酮(CAS RN 4437-51-8), 24) 2,3-戊二酮(CAS RN 600-14-6), 25) 2,3-丁二酮(CAS RN 431-03-8), 26) 2,4-戊二酮(CAS RN 123-54-6)。

[0146] 特别地,根据本发明的第一溶剂体系包含至少一种溶剂,其选自2)、3)、4)、5)、6)、7)、8)、9)、10)、11)、12)、13)、14)、16)、18)、19)、20)、21)、22)、23)、24)、25)和26),更特别是选自2)、3)、6)、9)、10)、16)、18)、25)和26),甚至更特别是选自2)、6)、9)、16)、18),并且甚至更优选6)、9)和18)。

[0147] 根据另一个变体,根据本发明的第一溶剂体系包含至少一种溶剂,其选自:2)、3)、4)、5)、6)、7)、8)、9)、10)、11)、12)、13)、14)、20)、24)和25),更特别是2)、6)和9)。

[0148] 根据本发明的一个实施例,第一溶剂体系不包含任何正己烷溶剂,特别是不包含任何烷烃饱和和烃。根据本发明的一个实施例,第一溶剂体系不包含任何不饱和和烃。

[0149] 根据特定实施例,本发明的方法不采用任何正己烷溶剂,特别是不采用任何饱和和烃。根据本发明的一个实施例,本发明的方法不采用任何不饱和和烃。

[0150] 优选地,在本发明的方法中使用的所有溶剂优选地是“绿色”溶剂。

[0151] 如果本发明的溶剂包含至少一个不对称碳,则它们可以是对映异构体纯的(R)或(S),或呈外消旋形式,或这些不同形式的混合物,或不同(R)和(S)含量的混合物。

[0152] 优选地,第一溶剂体系包含按体积计至少50%的酮和/或二氧戊环型溶剂,其具有的在大气压下的沸点是57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C;特别地,酮和/或二氧戊环溶剂选自相对于第一溶剂体系的总体积如上所定义的a1)至a3)。更优选地,按体积计相对于第一溶剂体系的总体积,按体积计至少60%的如上所定义的酮和/或二氧戊环型溶剂。甚至更优选地,相对于第一溶剂体系的总体积,按体积计至少80%的如上所定义的酮和/或二氧戊环型溶剂,还更好地,相对于第一溶剂体系的总体积,按体积计至少90%的如上所定义的酮和/或二氧戊环型溶剂,甚至还更好地,相对于第一溶剂体系的总体积,按体积计100%的如上所定义的酮和/或二氧戊环型溶剂。

[0153] 更特别地,当溶剂体系a)包含一种或多种不同于酮和/或二氧戊环溶剂的额外溶剂时,该酮和/或二氧戊环溶剂具有的在大气压下的沸点是50°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C,至少一种额外溶剂是“绿色”的并且优选所有额外溶剂是“绿色”的。

[0154] 根据特定实施例,额外溶剂选自:

[0155] (A) 极性质子溶剂或给质子溶剂,即具有一个或多个能够形成氢键的氢原子的溶剂。可以提及水和具有直链或支链烷基基团的(C₁-C₈) 烷醇,特别是醇,如生物乙醇、1-丙醇,异戊醇、2-戊醇或异丙醇;

[0156] (B) 极性非质子溶剂,即具有非零偶极矩并且不含能够形成氢键的氢原子的溶剂。可以提及例如有机酸的酯如乙酸乙酯、乙酸异丙酯、乙酸丙酯、乙酸叔丁酯、乙酸异丁酯、丙酸甲酯、丁酸甲酯、异丁酸甲酯、异戊酸甲酯或2-甲基丁酸甲酯,以及碳酸C₁-C₄烷基酯如碳酸二甲酯;以及

[0157] (C) 非极性非质子溶剂,即具有零永久偶极矩。例如,烃:直链或支链烷烃、环烷烃、除正己烷之外的烯烃。

[0158] 优选地,额外溶剂选自(A)、(B)及其混合物。

[0159] 更特别地,不同于本发明的沸点高于或等于25°C的杂环溶剂的“绿色”额外溶剂选自以下家族:

[0160] • 有机酸的酯,如乙酸乙酯、乙酸异丙酯、乙酸丙酯或乙酸叔丁酯,优选乙酸异丙酯;

[0161] • 醇,如生物乙醇或异丙醇;

[0162] • 碳酸C₁-C₄烷基酯,如碳酸二甲酯;

[0163] • 及其混合物。

[0164] 根据本发明的一个实施例,该方法的溶剂体系a)不含碳酸二甲酯。更特别地,本发明的方法不采用碳酸二甲酯。

[0165] 根据特定实施例,第一溶剂体系具有小于2、并且特别是小于或等于1.5、优选0.7至1.5的密度。

[0166] 溶剂体系中使用的每种溶剂具有至少95%、尤其是至少97%、特别是至少99%的纯度。

[0167] 使溶剂体系a)与b)固体天然材料接触

[0168] 根据本发明的一个特定实施例,使如上所定义的呈优选干燥粉末形式的研磨或未研磨的固体天然材料i)至x)与如上所定义的a)第一溶剂体系接触,以形成不均匀的a)+b)混合物。

[0169] 根据本发明的另一个特定实施例,使用新鲜的固体天然材料i)至x),特别是如上所定义的材料i),与如上所定义的a)第一溶剂体系接触,以形成不均匀的a)+b)混合物。

[0170] 更特别地,接触操作在环境温度下进行,在搅拌或不搅拌下,优选在搅拌下。使如上所定义的天材料i)至x)更特别地在20°C至40°C(如20°C)的温度下,在如上所定义的溶剂体系中浸渍或浸泡。根据本发明的另一种形式,接触操作在比具有最低沸点的溶剂的沸点低至少1°C至5°C或与其相等的温度(例如45°C)下加进行。无论使a)与b)接触的温度如何,这种接触操作在由玻璃或金属制成的圆底烧瓶、具有单壁或夹套的由玻璃或金属(不锈钢)制成的工业或非工业容器、或适用于接收溶剂和天然材料的任何其他反应器中进行。所述a)+b)混合物的浸渍或浸泡的持续时间优选地是几秒至一周、更特别是30分钟至48小时、甚至更特别是1小时至36小时、还更好地2小时至24小时、甚至还更好地2小时至6小时。浸渍或浸泡可以在搅拌下进行,即a)+b)混合物可以保持机械搅拌,优选以10rpm至1200rpm、特别是100rpm至900rpm、甚至更特别是200rpm至850rpm、例如200rpm的旋转速度。根据本发明的特定实施例,在接触操作中,溶剂/天然材料(尤其是生物质)的质量比是1/1至20/1、优选5/1至10/1、如9/1。

[0171] 根据一个实施例,在混合a)+b)之后,对所述混合物进行超声处理步骤,特别是通过将所述混合物置于高频或低频超声浴中,优选频率为5至40kHz。优选地,超声处理时间是5秒至1小时、更优选10秒至30分钟、还更优选30秒至10分钟,如5分钟。在此超声处理步骤期间的温度是0°C至90°C、优选5°C至45°C。

[0172] 根据一个实施例,在混合a)+b)之后,可选地如上所定义进行所述混合物的超声处理;随后是在高于20°C,特别是高于30°C的温度下,更特别是在高于35°C的温度下,甚至更特别是直至溶剂体系的所述溶剂回流下加热所述混合物的步骤;优选地,将所述混合物加热至40°C至100°C的温度。优选地,将a)+b)混合物加热5分钟至48小时、特别是30分钟至24小时、更特别是1小时至12小时、甚至更优选是2小时至5小时的时间段。

[0173] a)+b)混合物可以保持机械搅拌,优选以特别是10rpm至1200rpm、特别是100rpm至900rpm、还更特别是200rpm至850rpm、例如200rpm的旋转速度。

[0174] 根据特定实施例,在混合物的加热过程中,a)+b)混合物存在于其中的反应器包括用于冷却和冷凝溶剂体系a)的溶剂的冷却系统或冷凝器。更优选地,反应器是索格斯利特(Soxhlet)型的提取器或装备有机械搅拌器并配备有水冷式或螺旋式冷凝器的反应器,优选装备有机械搅拌器并配备有水冷式或螺旋式冷凝器的反应器。在后一种情况下,有利地使溶剂体系达到溶剂体系的所述溶剂回流,包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环型溶剂,在高于或等于25°C的温度下并且特别是在低于或等于180°C、更特别是50°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C的在大气压下的沸点下,值得注意地,酮和/或二氧戊环溶剂选自如上所定义的a1)至a3)。优选地,将a)+b)混合物加热5分钟至48小时、特别是30分钟至24小时、更特别是1小时至12小时、甚至更优选是2小时至5小时的时间段。

[0175] 根据本发明的特定实施例,在加热a)+b)混合物的步骤之后,使混合物返回到环境

温度或冷却到环境温度并放置,可选地在如上所定义的机械搅拌下,特别是30分钟至48小时、还更特别是1小时至36小时、还更好地2小时至24小时。

[0176] 更特别地,接触步骤是“固体/液体提取”步骤。

[0177] 根据特定实施例,固体/液体提取步骤通过索格斯利特提取器进行。在后一种情况下,有利地使溶剂体系达到溶剂体系的所述溶剂回流,特别是在高于或等于25°C的温度下;并且特别是在低于或等于180°C、更特别是50°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C的在大气压下的沸点下。

[0178] 根据特定实施例,固体/液体提取步骤通过装备有机械搅拌器并配备有水冷式或螺旋式冷凝器的反应器进行。在后一种情况下,有利地使溶剂体系达到溶剂体系的所述溶剂回流,特别是在高于或等于25°C的温度下;并且特别是在低于或等于180°C、更特别是50°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C的大气压下的沸点下。

[0179] 根据另一个变体,当例如植物天然材料是花,尤其是茉莉花、含羞草花、或香草种子和/或莢时,不使溶剂体系回流,而是维持在比具有最低沸点的溶剂的沸点低至少1°C至5°C或与其相等的温度下,尤其是低于或等于35°C。接触和固体/液体提取步骤之后是回收从天然材料,优选植物天然材料得到的天然提取物,优选植物天然提取物的步骤。此回收可以通过过滤、蒸馏或用索格斯利特型的提取器进行。根据一个实施例,回收通过例如在纸上过滤进行。

[0180] 提取物的溶剂可以通过脱溶剂化去除。作为脱溶剂化过程,可以提及例如蒸发溶剂,优选在真空下,例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以便在分离、提取和蒸发溶剂后获得香料浸膏。

[0181] 根据本发明的方法的另一个变体,回收提取物的步骤通过从其包含所述溶剂的上清液中分离尚未溶解的天然材料(也称为沉淀物)进行。沉淀物与溶剂的分离通过本领域技术人员已知的常规方法进行。可以提及例如过滤方法或色谱法。溶剂可以通过如上所定义的脱溶剂化从上清液中去除;如果需要,所述脱溶剂化的上清液可以通过本领域技术人员已知的一种或多种常规纯化方法再次纯化。可以提及例如色谱法、蒸馏(可选地在减压下)、和/或重结晶,以便获得浸膏。浸膏是相对粘性的并且可以以稠的蜡状残余物的形式。

[0182] 根据特定实施例,本发明的制备方法是用于制备香料浸膏的方法,该方法采用:

[0183] 1) 使以下项接触的至少一个步骤:

[0184] a) 包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环溶剂的第一溶剂体系,所述溶剂具有的在大气压下的沸点是57°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C。值得注意地,酮和/或二氧戊环型溶剂选自如上所定义的a1)至a3),与

[0185] b) 一种或多种如上所定义的选自i)至x)的固体天然材料;然后

[0186] 2) 使a)+b)混合物可选地经受超声处理步骤,特别是通过将所述混合物置于超声浴中;优选地,超声处理时间是5秒至1小时、更优选10秒至30分钟、甚至更优选30秒至10分钟,例如5分钟;

[0187] 3) 随后是在高于25°C的温度下并且特别是在低于或等于180°C、更特别是50°C至160°C、优选57°C至150°C、更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C的在大气压下的沸点下加热a)+b)混合物的步骤。优选地,a)+b)混合物存在于其中的反应器包括冷却系统

或冷凝器;更优选地,反应器是索格斯利特型的提取器或蒸馏装置;优选地,将a)+b)混合物加热5分钟至48小时、特别是30分钟至24小时、更特别是1小时至12小时、甚至更优选是2小时至5小时的时间段;

[0188] 然后

[0189] 4) 去除提取物的溶剂,优选在真空下,例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以产生浸膏;或者另外

[0190] 将尚未溶解的所述天然材料与其上清液分离,所述分离优选通过过滤或通过色谱法进行;随后可以分离和回收上清液并且通过如上所定义的溶剂蒸发来去除所述上清液的所述溶剂,以产生浸膏。

[0191] 根据优选实施例,本发明的制备方法是用于制备香料浸膏的方法,该方法采用:

[0192] 1) 使以下项接触的至少一个步骤:

[0193] a) 包含至少一种酮溶剂和/或至少一种二氧戊环溶剂的第一溶剂体系,所述溶剂具有的在大气压下的沸点是57°C至160°C、优选57°C至150°C;更优选60°C至130°C、甚至更特别是70°C至120°C。值得注意地,酮和/或二氧戊环型溶剂选自如上所定义的a1)至a3),与

[0194] b) 一种或多种如上所定义的选自i)至x)的固体天然材料,优选v);然后

[0195] 2) 使a)+b)混合物可选地经受超声处理步骤,特别是通过将所述混合物置于超声浴中;优选地,超声处理时间是5秒至1小时、更优选10秒至30分钟、甚至更优选30秒至10分钟,例如5分钟;

[0196] 3) 将溶剂体系维持在比具有最低沸点的溶剂的沸点低至少1°C至5°C或与其相等的温度下,尤其是在低于或等于35°C的温度下;接触和固体/液体提取步骤之后是回收从天然材料,优选植物天然材料得到的天然提取物,优选植物天然提取物的步骤;此回收可以通过过滤、蒸馏、或用索格斯利特提取器进行,优选通过例如在纸上过滤;优选地,a)+b)混合物在比具有最低沸点的溶剂的沸点低至少1°C至5°C或与其相等的温度下,尤其是在低于或等于45°C的温度下保持5分钟至48小时、特别是30分钟至24小时、更特别是1小时至12小时、甚至更特别是2小时至5小时的时间;

[0197] 然后

[0198] 4) 去除提取物的溶剂,优选在真空下,例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以产生浸膏;或者另外

[0199] 将尚未溶解的所述天然材料与其上清液分离,所述分离优选通过过滤或通过色谱法进行;随后可以分离和回收上清液并且通过如上所定义的溶剂蒸发来去除所述上清液的所述溶剂,以产生浸膏。

[0200] 通过本发明的方法获得的浸膏也可以用于或包装在蜡或天然脂肪物质中。

[0201] 第二溶剂体系

[0202] 根据本发明的方法中的有利变体,使浸膏与至少一种第二极性溶剂、优选极性质子溶剂体系接触,该第二溶剂体系包含至少一种极性质子溶剂,特别是(C₂-C₆) 烷醇,其优选是“绿色”或天然来源的,如生物乙醇。

[0203] 根据本发明的一个实施例,第二溶剂体系包含至少一种极性质子溶剂,特别是选自(C₂-C₆) 烷醇,其优选是“绿色”或天然来源的,如生物乙醇,其量占相对于第二溶剂体系的总体积按体积计至少10%,相对于第二溶剂体系的总体积更优选至少30%、甚至更优选至

少60%、优选至少80%、还更好地按重量计至少90%、甚至还更好地按重量计100%。当第二溶剂体系包含溶剂混合物时,优选溶剂体系包含两种溶剂并且优选的额外溶剂与第一溶剂具有相同的极性并且与第一溶剂可混溶;更特别地,第二溶剂体系的第二溶剂是水。优选地,在第二溶剂体系中只存在单一溶剂,其为乙醇,更特别是生物乙醇。

[0204] 根据本发明的有利变体,一旦将第二极性质子溶剂体系添加到浸膏中,浸膏+溶剂混合物就保持在低于0°C,更优选低于或等于-10°C的温度下。随后,将沉淀物与上清液分离,优选通过离心,然后将溶剂从上清液中蒸发,优选在真空下,例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以便在分离和蒸发溶剂后获得香料净油。

[0205] 根据另一个变体,使浸膏与第二溶剂体系接触的步骤可以在搅拌或不搅拌下,优选在搅拌下进行。使浸膏与第二溶剂体系接触的操作可以在10°C至37°C(如25°C)的温度下,在如上所定义的溶剂体系中,或在比具有最低沸点的溶剂的沸点低1°C至5°C或与其相等的温度下,在由玻璃或金属(不锈钢)制成的圆底烧瓶、由玻璃或金属(不锈钢)制造的工业或非工业容器、或适用于接收溶剂、天然材料和浸膏的任何其他反应器中进行。

[0206] 使浸膏与第二溶剂体系接触的操作的持续时间优选是几秒至2天、更特别是5分钟至24小时、甚至更特别是10分钟至12小时、还更好地15分钟至2小时。

[0207] 根据本发明的方法的特定实施例,使浸膏与第二溶剂体系接触的操作随后是超声处理步骤,特别是将所述混合物置于超声浴中。优选地,超声处理时间是5秒至1小时、更优选10秒至30分钟、甚至更优选30秒至10分钟,如5分钟。

[0208] 根据优选实施例,浸膏和第二溶剂体系的混合物在低于0°C、更优选低于或等于-10°C的温度下保持5分钟至48小时、特别是5分钟至24小时、更特别是5分钟至2小时、甚至更优选是5分钟至1小时的时间段。随后,将沉淀物与上清液分离,优选通过离心,然后将溶剂从上清液中蒸发,优选在真空下,例如使用与真空泵、工业蒸发器或另外与蒸馏装置组合的旋转蒸发器,以便在分离和蒸发溶剂后获得香料净油。

[0209] 根据本发明的方法的变体,回收净油的步骤通过分离尚未溶解在第二溶剂体系中的浸膏沉淀物及其包含第二溶剂体系的所述溶剂的上清液来进行。

[0210] 浸膏沉淀物和上清液的分离通过本领域技术人员已知的常规方法进行。可以提及例如过滤方法或色谱法。

[0211] 第二溶剂体系的溶剂可以通过如上所定义的脱溶剂化,优选通过在减压下蒸发,从上清液中去除;如果需要,所述脱溶剂化的上清液可以通过进行至少一种本领域技术人员已知的常规纯化方法再次纯化。可以提及例如色谱法、蒸馏(可选地在减压下)、和/或重结晶,以便获得净油。

[0212] 净油通常是粘性和油性的、可选地有色的材料。

[0213] 根据本发明的特定实施例,浸膏和净油,二者都是通过对植物固体天然材料的完全提取获得的并且除通过脱溶剂化去除溶剂以外不经受任何形式的蒸馏,是在宽重量范围内含有多种化学类型的复杂混合物。即使挥发性材料只占总量的非常小部分,通过本发明的方法获得的浸膏和净油也具有强烈的气味并有助于使用它们的香料。此外,气味是持久的。

[0214] 组合物:

[0215] 本发明的另一个主题是一种组合物,特别是化妆品组合物,优选加香组合物,其包

含至少一种浸膏和/或至少一种净油,应当理解的是,所述浸膏和/或所述净油是通过如上所定义的制备方法获得的。

[0216] 根据一个实施例,本发明的组合物含有一种或多种通过如上所定义的制备方法获得的浸膏。

[0217] 根据优选实施例,本发明的组合物含有一种或多种通过如上所定义的制备方法获得的净油。

[0218] 根据本发明的化妆品组合物是化妆品上可接受的,即它们仅包含作为化妆品成分的成分,即这些成分不会不利地影响角蛋白材料并且适用于化妆品用途。

[0219] 根据本发明的一个特定实施例,组合物是无水的。当组合物是无水的时,其通常包含一种或多种脂肪物质(其在25°C和大气压下为液体)、糊状物质、或呈蜡形式的物质。液体脂肪物质、糊状物质和蜡更特别地如下所定义。

[0220] 根据本发明的另一个实施例,组合物是水性的。通常,本发明的组合物包含载体,该载体通常含有水或水与一种或多种有机溶剂的混合物或有机溶剂的混合物;优选地,组合物的有机溶剂是“绿色”的。

[0221] 有机溶剂:

[0222] 可以提及的有机溶剂的实例包括C₂-C₄低级烷醇,如乙醇和异丙醇;多元醇和多元醇醚如2-丁氧基乙醇、丙二醇、丙二醇单甲醚、二乙二醇单乙醚、二乙二醇单甲醚、己二醇、以及还有芳香族醇如苯甲醇或苯氧乙醇。

[0223] 根据特定实施例,加香组合物是水性的。更特别地,其是包含(C₂-C₄)烷醇的水性-醇性组合物,这些烷醇更特别是“绿色”的,优选更优选是“绿色”的乙醇,如生物乙醇。优选是“绿色”的有机溶剂,并且特别是(C₂-C₄)烷醇的量是相对于加香组合物的总重量优选按重量计1%至按重量计80%、更特别是按重量计5%至50%、优选按重量计10%至30%。

[0224] 根据特定实施例,优选是“绿色”的有机溶剂,并且特别是(C₂-C₄)烷醇以相对于组合物的总重量大约按重量计1%至40%、并且甚至更优选大约按重量计5%至30%的比例存在。

[0225] 辅助剂:

[0226] 本发明的组合物还可含有化妆品组合物中常规使用的各种辅助剂,如阴离子、阳离子、非离子、两性或两性离子乳化剂或表面活性剂或其混合物,阴离子、阳离子、非离子、两性或两性离子聚合物或其混合物,无机或有机增稠剂并且特别是阴离子、阳离子、非离子和两性聚合物缔合增稠剂,抗氧化剂,渗透剂,螯合剂,除本发明的浸膏或净油那些以外的芳香剂,止汗剂,缓冲剂,分散剂,调理剂,成膜剂,神经酰胺,防腐剂,遮光剂和脂肪物质尤其是油。

[0227] 以上辅助剂通常以以下量存在:对于它们中每一种,相对于组合物的重量,按重量计0.01%至40%,并且相对于组合物的重量,优选按重量计0.1%至20%。

[0228] 当然,本领域技术人员将小心选择这种或这些可选的额外化合物,其方式为使得与根据本发明的用于对角蛋白材料加香或处理的方法中使用的组合物固有相关的有利特性不受或基本上不受所设想的添加物的不利影响。

[0229] 根据本发明的组合物可以以瓶子的形式包装。它们也可以通过加压装置以细颗粒的形式施用。根据本发明的装置是本领域技术人员众所周知的,并且包括非气溶胶泵或“雾

化器”，包含推进剂的气溶胶容器以及还有使用压缩空气作为推进剂的气溶胶泵。后者描述在专利US 4 077 441和US 4 850 517(构成说明书内容的组成部分)中。

[0230] 根据本发明以气溶胶形式包装的组合物通常含有常规推进剂，例如像氢氟化的化合物、二氯二氟甲烷、二氟乙烷、二甲醚、异丁烷、正丁烷、丙烷或三氯氟甲烷，优选异丁烷、正丁烷或丙烷。

[0231] 根据本发明的组合物可以以常规用于局部施用的任何呈现形式并且尤其是以水性或水性-醇性溶液、水包油(O/W)、油包水(W/O)或多重(三重:W/O/W或O/W/O)乳液、水性凝胶、脱水的无水产品(如游离或致密的加香粉末)、或使用离子型(脂质体)和/或非离子型脂质囊泡的油相在水相中的分散体形式。根据通用方法制备这些组合物。

[0232] 此外，根据本发明的组合物可以大体上是流体并且可以具有液体、乳膏、软膏、乳剂、乳液、精华液、糊剂或泡沫的外观。它们也可以呈固体形式，例如呈棒状形式。

[0233] 当根据本发明的组合物包含油相时，其优选含有至少一种油，特别是生理学上可接受的油。它可以含有除油以外的脂肪物质，特别是植物油，更优选天然油。

[0234] 用于处理角蛋白材料的方法：

[0235] 优选地，本发明的用于处理角蛋白材料的方法是用于处理人角蛋白材料如皮肤或人角蛋白纤维如头发的方法，该方法采用施用由如上所定义的制备方法获得的一种或多种浸膏和/或一种或多种净油，应当理解的是，所述浸膏和/或净油可以包含在如上所定义的组合物中。

[0236] 更优选地，本发明的用于处理角蛋白材料的方法是用于处理人角蛋白材料如皮肤或人角蛋白纤维如头发的方法，该方法采用施用一种或多种净油，其由如上所定义的制备方法获得，应当理解的是，净油可以包含在如上所定义的组合物中。

[0237] 现在将参照以下实例描述本发明，所述实例作为非限制性说明给出。在这些实例中，除非另有指明，否则量以重量百分比表示。制备了以下有香味的组合物；量以重量百分比示出。

[0238] 实例

[0239] 溶剂

[0240] 乙醇表示96%乙醇。

[0241] 香草，或香荚兰，属于兰科。

[0242] 这些花，以8至10朵为一组，与许多兰花的花相似。它们有香味并且颜色为白色或绿黄色。取决于种植区，香草在九月至一月的秋冬季节开花。它长出紫色有香味的花的长茎。

[0243] 成熟的果实完全没有气味；其独特且有价值的气味是在发酵过程后获得的。这种有价值的果实拥有其特有的气味是因为称为香草醛的有气味成分。果实或荚单独用于提取。用IKA A11磨机型研磨机精细研磨(尺寸为几毫米)的干燥生物质是即用型的并且然后使其与各种溶剂以1:9比率(1g生物质/9ml溶剂)接触。

[0244] 实验方案1：

[0245] 将20g干燥的香草荚预先研磨，并置于500-ml圆底烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将圆底烧瓶定位在旋转蒸发仪系统上，将圆底烧瓶浸入恒温维持在20℃的浴中。然后将所述圆底烧瓶置于搅拌(200rpm)下持续2小时。然后将混合物经折叠过滤

器过滤,然后蒸发溶剂直到获得对应于浸膏的有色残余物。然后将后者在低温(0°C)下吸收在乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,取出上清液,然后在真空下蒸发以产生净油。

[0246] 实验方案2:

[0247] 将20g干燥的香草荚预先研磨,并置于500-ml圆底烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将圆底烧瓶定位在旋转蒸发仪系统上,将圆底烧瓶浸入恒温维持在40°C的浴中。然后将圆底烧瓶置于搅拌(200rpm)下持续2小时。然后将混合物经折叠过滤器过滤,然后蒸发溶剂直到获得有色残余物,以便产生浸膏。然后将后者在低温下吸收在乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,取出上清液,然后在高真空下蒸发以产生净油。

[0248] 香草,或香荚兰,属于兰科。实例1至9的测试是根据实验方案prot.1和prot.2使用酮和二氧戊环溶剂对香草(香荚兰)提取物进行的,实例1至5是根据本发明的,6至9是分别使用对比正庚烷和丙酮溶剂的对比实例。

[0249] 固体天然材料的制备:

[0250] [表1]:

实例	溶剂 (Solv.)	化学名称	Prot.	浸膏的 重量	净油的 重量	稀释的原料量 (30%乙醇)	
[0251]	1	6)	甲基异丁基酮	1	1.7 g	1.51 g	5.03 g
	2	6)	甲基异丁基酮	1	1.6 g	1.61 g	5.36 g
	3	18)	2-乙基-2-甲基 -1,3-二氧戊环	2	6.3 g	5.2 g	4.13 g
	4	9)	3-戊酮	1	1.95 g	1.5 g	5 g
	5	9)	3-戊酮	2	2.06 g	1.65 g	5.5 g
	6	对比1	正庚烷	1	0.6 g	0.75 g	2.5 g
[0252]	7	对比2	正庚烷	2	1.04 g	0.85 g	2.38 g
	8	对比3	丙酮	1	2.81 g	2.04 g	6.8 g
	9	对比4	丙酮	2	2.69 g	2.19 g	7.3 g

[0253] 溶剂对比1、2、3和4是本发明之外的对比溶剂。

[0254] 通过根据本发明的方法获得的浸膏和净油具有比用溶剂对比1和2获得的那些更高的产率。此外,用本发明的溶剂获得的香草净油在嗅觉方面更令人愉快,在嗅觉水平上与起始香草原料的芳香相同。举例而言,甲基异丁基酮溶剂6)使得能够获得非常强烈、果香味很浓、不太油腻、非常有层次、非常甜、不太像稻草味的净油气味,而使用3-戊酮溶剂9)净油非常浓烈且强烈,非常像荚,带有朗姆酒气味。

[0255] 实例10:

[0256] 将20g干燥香草荚用IKA A 11型研磨机的研磨机预先研磨(尺寸为几毫米),然后使其与甲基乙基酮以1:9的比率(对于9mL的溶剂,1g干燥生物质)接触,放入500ml烧瓶中。

然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将烧瓶置于旋转蒸发仪型系统上,将烧瓶浸入恒温在40°C的浴中。然后将烧瓶搅拌(200转/分钟)2小时。然后将混合物在折叠过滤器上过滤,然后在高真空下蒸发溶剂直到获得有色残余物以产生浸膏。然后将后者吸收在冷乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,取出上清液并且然后在高真空下蒸发以产生净油。

[0257] 固体天然材料的制备:

[0258] [表2]

实例	Solv.	化学名称	浸膏的重量	净油的重量	稀释的原料量(30%乙醇)
[0259] 10	2)	甲基乙基酮(RN CAS 78-98-3)	1.58 g	0.9 g	0.57 g (净油)

[0260] 通过根据本发明的方法获得的净油比用对比丙酮获得的净油(以上实例9对比4)显著更浓郁,浓烈且强烈,果香味,焦糖味,令人上瘾,并且更和谐。它非常接近提取的生物物质,并且比用丙酮获得的净油(实例9)更接近。

[0261] 实例11:

[0262] 固体天然材料的制备:

[0263] 醒目薰衣草,或真正薰衣草,属于唇形科。

[0264] 这种植物长出芳香的紫色花的长茎。将这些收集并且然后用于提取。不使用茎以避免获得过多的草本香味。

[0265] 将20g干燥醒目薰衣草花置于500ml烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将烧瓶置于旋转蒸发仪型系统上,将烧瓶浸入恒温在40°C的浴中。然后将烧瓶搅拌(200转/分钟)2小时。然后将混合物在折叠过滤器上过滤并且然后蒸发溶剂直到获得有色残余物以产生浸膏。然后将后者吸收在冷(0°C)乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,取出上清液并且然后可以在高真空下蒸发以产生净油。

[0266] 进行了对醒目薰衣草生物质的以下测试:

[0267] [表3]:

实例	Solv.	化学名称	浸膏的重量	净油的重量	稀释的原料量(23%乙醇)
[0268] 11	16)	2-甲基环戊酮(RN CAS 1120-72-5),	1.64 g	1.06 g	0.57 g (净油)

[0269] 嗅觉评价:

[0270] 可以看出通过根据本发明的方法获得的净油是芳香的,不太有萜烯味,轻微樟脑味,在嗅觉水平上与提取的生物物质非常接近。

[0271] 实例12至14和使用丙酮的对比实例15:

[0272] 零陵香豆(Tonka bean/coumarou),是由香豆属和Taralea属豆科的几种热带树木物种产生的种子:主要是香二翅豆,但是还有特别是具翼二翅豆(Diptery alata)和

Taralea oppositifolia。

[0273] 实验方案1:

[0274] 将20g零陵香豆用IKA A 11型研磨机的研磨机预先研磨(尺寸为几毫米),置于500ml烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将烧瓶置于旋转蒸发仪型系统上,将烧瓶浸入恒温在20°C(室温)的浴中。然后将所述烧瓶搅拌(200转/分钟)2小时。然后可以过滤混合物并且可以在高真空下蒸发溶剂直到获得对应于浸膏的有色残余物。然后将后者吸收在冷(0°C)乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,可以取出上清液并且然后在真空下在40°C下蒸发以产生净油。

[0275] 实验方案2:

[0276] 将20g零陵香豆用IKA A 11研磨机型的研磨机预先研磨(尺寸为几毫米),置于500ml烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将烧瓶置于旋转蒸发仪型系统上,将烧瓶浸入恒温在40°C的浴中。然后将所述烧瓶搅拌(200转/分钟)2小时。然后可以过滤混合物并且然后可以在高真空下蒸发溶剂直到获得对应于浸膏的有色残余物。然后将后者吸收在冷(0°C)乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,可以取出上清液并且然后在真空下在40°C下蒸发以产生净油。

[0277] 进行了对零陵香豆的以下测试:

[0278] [表4]:

实例	溶剂 (Solv.)	化学名称	Prot.	浸膏的 重量	净油的 重量	稀释的原料量 (23%乙醇)
12	6)	甲基异丁基酮 (RN CAS 108-10-1)	2	3.91 g	1.75 g	0.5 g (净油)
[0279] 13	6)	甲基异丁基酮 (RN CAS 108-10-1)	1	3.52 g	1.41 g	0.5 g (净油)
14	2)	甲基乙基酮 (RN CAS 78-98-3)	2	4.91 g	1.81 g	0.46 g (净油)
15	对比5	丙酮 (CAS 67-64-1)	2	2.04 g	1.91 g	0.93 g (净油)

[0280] 嗅觉评价:

[0281] 用本发明的溶剂获得的零陵香豆浸膏具有比用对比溶剂丙酮获得的零陵香豆浸膏(实例15,对比5)好得多的产率。另一方面,根据本发明的净油的产率与用对比溶剂丙酮获得的净油的产率几乎相同。将实例12、13和14与实例15(对比3)进行比较。根据本发明获得的零陵香豆净油具有比用实例15的对比丙酮获得的零陵香豆净油更浓烈且强烈的持久香豆素、香草、细微的琥珀气味。此外,用丙酮获得的净油的香豆素气味淡得多。总之,根据本发明获得的净油比用实例15的对比溶剂丙酮获得的净油显著更接近提取的生物质。

[0282] 实例16:

[0283] 橙花,也被称为“橙花精油(Essence of Neroli)”,以Nérola镇命名,来自酸橙树(*Citrus sinensi*,*Citrus aurantium*)。这种属于芸香科的乡间树木可以活高达600年。这种小白花因其浓烈且强烈、甜且淡雅的芳香而特别受欢迎。

[0284] 实验方案:

[0285] 将20g橙花置于500ml烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将烧瓶置于旋转蒸发仪型系统上,将烧瓶浸入恒温在40°C的浴中。然后将所述烧瓶搅拌(200转/分钟)2小时。然后可以过滤混合物,然后可以在高真空下蒸发溶剂直到获得对应于浸膏的有色残余物。然后将后者吸收在冷(0°C)乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,可以取出上清液并且然后在真空下在40°C下蒸发以产生净油。

[0286] 进行了对橙花的以下测试:

[0287] [表5]:

[0288]	实例	Solv.	化学名称	浸膏的 重量	净油的 重量	稀释的原料量 (12,3%乙醇)
	16	6)	甲基异丁基酮 (RN CAS 108-10-1)	0.23 g	0.14 g	0.14 g (净油)

[0289] 嗅觉评价:

[0290] 先前获得的橙花净油提供了强烈的太阳白花气味。获得的净油就气味而言非常接近提取的生物质。

[0291] 实例17:

[0292] 银荆是乔木物种,通常被称为含羞草花、“冬季含羞草”或“花店含羞草”,属于含羞草亚科。

[0293] 实验方案:

[0294] 将20g含羞草花置于500ml烧瓶中。然后向生物质中添加提取溶剂(180g)。然后将烧瓶置于旋转蒸发仪型系统上,将烧瓶浸入恒温在40°C的浴中。然后将所述烧瓶搅拌(200转/分钟)2小时。然后将混合物在折叠过滤器上过滤,然后在高真空下蒸发溶剂直到获得对应于浸膏的微黄色残余物。然后将后者吸收在冷(0°C)乙醇(30ml)中以便沉淀出蜡。在离心机(3000rpm,在19°C下15min)中分离后者后,取出上清液并且然后在真空下在40°C下蒸发以产生净油。

[0295] 进行了对含羞草花的以下测试:

[0296] [表6]:

[0297]	实例	Solv.	化学名称	浸膏的 重量	净油的 重量	稀释的原料量 (30%乙醇)
	17	6)	甲基异丁基酮 (RN CAS 108-10-1)	2.55 g	1.5 g	0.5 g (净油)

[0298] 嗅觉评价:

[0299] 先前获得的含羞草花净油提供了花香、淡雅、蜂蜜味气味,接近提取的生物质的气

味。

[0300] 实例18和19:

[0301] 固体天然材料的制备:

[0302] 茉莉,或Jasminum officinale var.Grandiflorum,属于木犀科。

[0303] 这种植物长出长的有分枝的茎,开出许多芳香的白花。后者在清晨采摘并且然后经过快速处理以避免失去其嗅觉特性。

[0304] 然后使即用型茉莉花 (20g) 与溶剂 (180g) 以1:9比率 (对于10mL溶剂,1g生物质) 在500mL烧瓶中接触。然后将非均相反应介质在室温下搅拌 (340rpm) 并且然后使其达到40°C持续2小时。然后使反应介质返回到室温。

[0305] 在提取结束时,可以回收浸渍物并过滤以便去除生物质残余物,然后可以将其置于旋转蒸发器中以便在高真空下除去溶剂。获得黄棕色粘性液体。

[0306] 后者然后用无水乙醇吸收 (比率0.5/30 (对于30g乙醇,0.5g浸膏)); 在Eppendorf® 5810R离心机中在23°C下在4000rpm下离心15分钟之前,将醇性介质在约-10°C的冰浴中保持半小时以便沉淀出特别是蜡。然后可以将上清液置于烧瓶中并且进而置于旋转蒸发器中以便去除乙醇。随后,将获得的黄棕色粘性液体置于40°C下的真空干燥器中持续半小时以便除去任何痕量的残留溶剂。然后获得净油。

[0307] 进行了对茉莉花的以下测试:

[0308] [表6]

[0309]	实例	Solv.	化学名称	稀释的原料量 (30%乙醇)
	18	2)	甲基乙基酮 (RN CAS 78-98-3)	-
	19	9)	3-戊酮 (RN CAS 96-22-0)	0.45 g (净油)

[0310] 嗅觉评价:

[0311] 根据本发明获得的来自茉莉花的净油 (实例18和19) 是浓烈且强烈的,花香的,琥珀味的,并且非常接近提取的生物物质。