



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 343 605**

51 Int. Cl.:

C11B 9/02 (2006.01)

C11B 9/00 (2006.01)

A61Q 13/00 (2006.01)

A23L 1/221 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **99913605 .4**

96 Fecha de presentación : **09.04.1999**

97 Número de publicación de la solicitud: **0989181**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.03.2000**

54 Título: **Proceso para producir aceites esenciales a través del tratamiento con agua supercrítica y aceites esenciales obtenidos mediante el tratamiento con agua supercrítica.**

30 Prioridad: **09.04.1998 JP 10-97821**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
04.08.2010

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
04.08.2010

73 Titular/es: **SUNTORY HOLDINGS LIMITED**
1-40, Dojimahama 2-chome
Kita-ku, Osaka-shi, Osaka 530-8203, JP

72 Inventor/es: **Miki, Wataru;**
Nakahara, Koichi;
Fujii, Takahisa;
Nagami, Kenzo y
Arai, Kunio

74 Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 343 605 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

Proceso para producir aceites esenciales a través del tratamiento con agua supercrítica y aceites esenciales obtenidos mediante el tratamiento con agua supercrítica.

Campo técnico de la invención

La presente invención se refiere a un proceso para producir un aceite esencial a partir de un material vegetal. Más particularmente, la invención se refiere a un proceso para producir un aceite esencial, que está libre de ésteres y que consiste esencialmente en terpeno, en un periodo corto de tiempo mediante un procedimiento simple que involucra la extracción de un aceite esencial con agua en un estado supercrítico o en un estado subcrítico.

Técnica anterior

Los aceites esenciales son aceites volátiles obtenidos a partir de flores, capullos, hojas, ramas, troncos, raíces, etc. de diversas plantas y que tienen aromas característicos. Estos aceites se componen normalmente de diversos tipos de terpenos y compuestos aromáticos y tienen osmóforos tales como alcohol, fenol y éster. Los aceites esenciales se utilizan como materia prima para perfumes y se han obtenido mediante métodos tales como la destilación en vapor, la extracción y la expresión.

La destilación en vapor es un método de destilación que, en presencia de vapor, destila líquidos con un elevado punto de ebullición a temperaturas considerablemente más bajas que la del punto de ebullición. La extracción es un método para la disolución de ciertos componentes en un disolvente y la separación y recuperación de los componentes. La expresión combina la compresión con destilación de vapor o la extracción con un disolvente orgánico para tener componentes en forma destilada mientras se comprime el material.

En los aceites esenciales recogidos por estos métodos convencionales están presentes componentes que contienen ésteres. Los ésteres son principalmente ésteres de ácido acético, que presentan el problema de desarrollar cambios en sus propiedades debido a la desesterificación que tiene lugar durante el almacenamiento de los aceites esenciales. Existe también el inconveniente de que los aceites esenciales tienden a desarrollar un deterioro oxidativo y una descomposición ácida debido al ácido acético *per se* que resulta de la reacción de desesterificación. Adicionalmente, esos métodos convencionales producen todos unos bajos rendimientos, necesitando por ello del uso de múltiples etapas para el tratamiento. En consecuencia, todos presentan el defecto de que la recogida de los aceites esenciales por destilación no puede completarse en periodos de tiempo cortos. Más aún, todos los métodos convencionales poseen el punto débil desde un punto de vista medioambiental, de que los residuos de la compresión de los materiales vegetales aparecen como un residuo.

Están en desarrollo estudios de aplicaciones con relación a la extracción, purificación, síntesis y descomposición usando fluidos supercríticos. Con el agua supercrítica se están realizando estudios de su capacidad para detoxificar PCB y dioxina (Patente Japonesa de Exposición Pública (Kokai) N° 327678/97) y también está siendo investigada su reacción de degradación de la biomasa. La Patente Japonesa de Exposición Pública (Kokai) N° 31000/93 informa de un método que hidroliza o piroliza de modo selectivo compuestos de alto peso molecular naturales o sintéticos con el uso de agua supercrítica como disolvente para descomponer los polímeros en sus unidades constituyentes o en combinaciones aproximadamente oligoméricas de las unidades constituyentes. Los ejemplos de este método incluyen la formación de glucosa a partir de la celulosa contenida en grandes cantidades en recursos poliméricos, tales como papel, madera y paja y la conversión de especímenes derivados de la lignina en compuestos de bajo peso molecular. La Patente Japonesa de Exposición Pública (Kokai) N° 268166/97 describe un método para la producción de varios aminoácidos mediante la hidrólisis de proteínas con agua presente en un estado supercrítico.

(Engineering Materials 1996, Vol. 44, N° 9, págs. 102 a 104) describe en forma general los datos críticos de diversos compuestos, el agua entre otros. Se describen aplicaciones del CO₂ supercrítico en diversos campos técnicos tales como la extracción de fragancias. Se menciona que la polaridad del agua supercrítica es más pequeña que la polaridad del agua a presión/temperatura ambiente y que el agua es, por lo tanto, capaz de disolver materia orgánica.

(Wood Industry, 1997, Vol. 52, N° 9, págs. 428 a 432) describe varias aplicaciones de técnicas de extracción con líquidos supercríticos tales como la extracción de fragancias naturales (Tabla 2), la extracción de componentes de aceites esenciales a partir de virutas de cedro y la extracción de sesquiterpenos que contienen oxígeno a partir de maderas.

Sin embargo, no se ha conocido que sea posible obtener aceites esenciales mediante el tratamiento de materiales vegetales con agua presente en un estado supercrítico.

Sumario de la invención

Es un objeto de la presente invención proporcionar un proceso novedoso para producir un aceite esencial que está libre de ésteres a partir de un material vegetal.

Es otro objeto de la presente invención proporcionar un proceso para la producción de un aceite esencial a partir de material vegetal, estando libre el aceite esencial de ésteres y consistiendo esencialmente en terpenos. De acuerdo con el proceso de esta invención, se puede proporcionar un aceite esencial que tenga una composición que no se puede obtener mediante métodos convencionales, tal como la destilación en vapor.

Es un objeto adicional de la invención proporcionar un proceso para la producción de un aceite esencial, proceso en el que se completa un procedimiento de extracción en un periodo de tiempo muy corto (en varios minutos) comparado con los métodos convencionales, tales como la destilación en vapor, usada generalmente para obtener aceites esenciales.

Es aún un objeto adicional de la invención proporcionar un proceso para la producción de un aceite esencial, proceso en el que no se descarguen desechos generados por residuos de la compresión resultante de los métodos convencionales tales como la destilación en vapor.

Descripción detallada de la invención

La presente invención es un proceso para la producción de un aceite esencial en un periodo de tiempo corto y mediante un procedimiento simple, comprendiendo el proceso el tratamiento del material vegetal con agua supercrítica o agua subcrítica para liberar los componentes del aceite esencial, que están contenidos en el material vegetal, como un aceite esencial libre de ésteres; y la separación y purificación del aceite esencial.

Materiales vegetales usados

Ejemplos de plantas usadas para producir un aceite esencial de acuerdo con la presente invención incluyen, pero sin limitarse a, bambú, cedro japonés, hinoki, *Quercus crispula*, cerezo, falso castaño del Japón, pino, hiba arborvitae, castaño japonés, hierba de bambú, roble, paulownia, albaricoque japonés, melocotonero, arce, zelkova, glicinia, abeto, olmo, biloba, camelia, sauce, morera, magnolia, caqui, albaricoque, membrillo chino, rosa mosqueta, rosas, níspero, membrillo japonés, fragancia de oliva, alcanforero, tejo japonés, acacia, arbusto espinoso de la *Araliaceae*, amyris, madera de rosa y loo. Dependiendo de la planta seleccionada, se obtiene un aceite esencial que tenga varias fragancias. Se pueden mezclar y usar en la invención dos o más de estas plantas enumeradas.

Puede usarse cualquier parte de estas plantas, tales como el tronco, corteza, tallo, ramas, raíces, hojas, flores, capullos y semillas. Típicamente se usa una parte de madera o una parte floral. Por ejemplo, se prefiere usar contenedores del tipo de madera que se usaron para la producción y/o almacenamiento de productos fermentados y comidas y bebidas, como materiales vegetales, para una utilización efectiva de materiales de desecho.

Un material vegetal a partir de estas plantas puede ser tratado, en cualquier tamaño, con agua supercrítica. Preferiblemente, el material vegetal se trocea finamente hasta un tamaño de aproximadamente 1 cm², o, si es una parte floral, se corta en tiras delgadas, para el tratamiento y se somete a continuación al tratamiento con agua supercrítica. Más preferiblemente, el material vegetal se pulveriza y se somete entonces al tratamiento con agua supercrítica.

Condiciones para el tratamiento con agua supercrítica

El proceso de la presente invención se caracteriza por el tratamiento del material vegetal con agua supercrítica.

Se sabe bien que las sustancias pueden existir en tres estados: como un sólido, líquido o gas. Si la temperatura y la presión se aumentan gradualmente, comenzando en un estado en el que gas y líquido se confunden, cuando se excede una cierta presión y una cierta temperatura (es decir el punto crítico), existe un intervalo en el que la superficie límite entre el gas y el líquido desaparece y el gas y el líquido se integran como una entidad inseparable para formar un estado fluido. A tal fluido se le denomina fluido supercrítico, que es un fluido de alta densidad que tiene propiedades intermedias entre el gas y el líquido. Esto es, este fluido, como un líquido, disuelve varias sustancias y tiene una alta fluidez como un gas.

El punto crítico para el agua se encuentra a una temperatura de 374°C y una presión de 22.400 kPa (221 atmósferas). El agua supercrítica se refiere al agua en un estado a una temperatura y una presión dentro de intervalos específicos que exceden este punto crítico. El agua supercrítica varía continuamente en sus valores de parámetros tales como la densidad, la viscosidad, la constante dieléctrica, la producción de iones y el coeficiente de difusión, dependiendo de la temperatura y la presión. La solubilidad, un importante parámetro en relación con un disolvente, se sabe que aumenta cuando aumenta la densidad. Otro factor relacionado con la solubilidad es la constante dieléctrica, que aumenta cuando se aumenta la densidad y disminuye cuando se eleva la temperatura. A una temperatura suficientemente alta, la constante dieléctrica se hace tan pequeña que el agua es casi incapaz de apantallar la fuerza electrostática que se activa entre los iones. Bajo estas condiciones, la mayoría de las especies de iones disueltas están presentes como pares de iones. Por ello, el agua supercrítica se comporta como una sustancia no polar, más que como una sustancia polar. Casualmente, el pH del agua en un estado supercrítico es de 4, produciendo una concentración de ión hidrógeno de 1/10.000, mientras que la concentración de ión hidroxilo es también de 1/10.000. Por ello, será fácilmente evidente que las propiedades de esta agua son completamente diferentes a las del agua como líquido.

La presente invención produce un aceite esencial mediante la utilización de las características precedentes del agua supercrítica. La invención se caracteriza por la capacidad para producir un aceite esencial fácilmente y en un periodo corto, en comparación con las tecnologías convencionales tales como la destilación en vapor. A la luz de esta característica de la presente invención, se puede predecir fácilmente que el tratamiento de un material vegetal con agua subcrítica próxima a agua supercrítica sería capaz de modo similar de obtener aceite esencial. De ahí, las referencias que se realizarán en el presente documento a continuación al agua supercrítica también incluyen agua subcrítica, como será claro a partir del contexto.

Durante el tratamiento con agua supercrítica, el material vegetal y el agua se mezclan, por ejemplo, en una relación material vegetal a agua de 1: aproximadamente 1 a 1000, preferiblemente, 1: aproximadamente 5 a 200. El reactor puede ser cualquier contenedor adecuado para el tratamiento con agua supercrítica y se puede seleccionar, según se desee, de acuerdo con la escala de producción. Por ejemplo, se usa un contenedor cerrado (preferiblemente realizado con un metal tal como aleación de acero inoxidable) con una capacidad de aproximadamente 1 ml a 10 litros, preferiblemente aproximadamente 10 ml a 1 litro. Este contenedor se carga con aproximadamente 30 a 40% (V/V), preferiblemente 32 a 35% (V/V) de agua y se añade el material vegetal en la relación anteriormente mencionada. Para producir un aceite esencial, el tratamiento se realiza preferiblemente en estado anaeróbico. Con este propósito, es aconsejable desairear el interior del contenedor o purgar completamente el interior del contenedor y el agua con un gas inerte tal como nitrógeno o argón, seguido del cierre del contenedor. El tratamiento se realiza en condiciones bajo las que el agua está en un estado supercrítico a una temperatura de aproximadamente 374°C (la presión en este momento es aproximadamente de 22.400 kPa (221 atmósferas o más)) a aproximadamente 500°C (aproximadamente 30.400 kPa (300 atmósferas o más)), o bajo condiciones en las que el agua está en un estado subcrítico a una temperatura que excede aproximadamente los 300°C (excediendo aproximadamente 15.200 a 30.400 kPa (150 a 200 atmósferas)). El tiempo de tratamiento está dentro de aproximadamente 30 minutos, preferiblemente dentro de aproximadamente 2 minutos.

Separación y purificación del aceite esencial

El material vegetal tratado con agua en un estado supercrítico se refrigera por un medio tal como una refrigeración rápida del reactor que contiene el material con agua helada o similar. Después de asegurarse de que la temperatura ha bajado suficientemente, se abre el reactor. Normalmente, las sustancias solubles en agua se recuperan como una solución acuosa, mientras que las sustancias liposolubles se adhieren a la superficie de la pared en una forma alquitranada. De ese modo, la superficie del agua se lava con agua primero, y entonces se rocía con una sal absorbente del agua, tal como sulfato de sodio anhidro o cloruro cálcico, para deshidratación. Entonces, se recupera un aceite esencial con el uso de una mezcla de hexano - dietil éter (la relación de mezclas es básicamente 1:1, pero puede seleccionarse de modo adecuado dependiendo del material vegetal) como disolvente. Otros ejemplos de disolventes utilizables son una mezcla de éter de petróleo - dietil éter y una mezcla de bencina de petróleo - dietil éter. El aceite esencial recuperado se purifica, según se requiera, con carbón activado o un portador adsorbente y se usa de acuerdo con el propósito de su uso. Los métodos de purificación se basan en, pero sin limitarse a, varias técnicas de cromatografía, el uso de varias membranas de separación y el uso de varias resinas.

El aceite esencial así obtenido se puede usar, sin cambios, como un perfume, o como una materia prima para alimentación o cosmética. Puede esperarse también su aplicación en productos farmacéuticos.

La sustancia alquitranada tras la extracción del aceite esencial es probable que contenga otros componentes útiles. Por ejemplo, se pueden recuperar componentes aromáticos, incluyendo fenilpropanoides, derivados del pirogallol y derivados del pirocatecol mediante una extracción adicional con disolventes orgánicos, tales como alcohol, acetona y acetonitrilo.

La solución acuosa recuperada del interior del reactor puede contener componentes de bajo peso molecular tales como glucosa o lignina. Estos componentes pueden aislarse separadamente, si se desea.

La presente invención se describirá ahora más concretamente por medio de los siguientes ejemplos, que de ningún modo limitan la invención.

Ejemplo 1

Se cortó finamente un material de magnolia con una sierra y se pulverizó. Se cargó un reactor (capacidad interna de 10 ml) de una aleación de acero inoxidable con 3,25 ml de agua destilada y se añadieron 500 mg del material pulverizado de magnolia. A continuación, se purgó el interior del reactor completamente con nitrógeno y se cerró rápidamente el reactor. Se colocó el reactor en un baño de resina preparado de modo separado (mantenido en una manta calefactora) mantenido a 380°C y se realizó la reacción durante 45 segundos a 22.400 kPa (221 atmósferas) o más. A continuación, se sumergió el reactor en agua helada para refrigeración. Cuando la temperatura del contenido alcanzó 40°C, se abrió el reactor. Se retiró una solución acuosa, en donde posteriormente se rocía la pared con 3 g de sulfato de sodio anhidro y se permitió que se mantuviera durante 5 minutos. A continuación, se extrajeron inmediatamente los componentes del aceite esencial con aproximadamente 10 ml de una mezcla de hexano - dietil éter (1:1). Los componentes del aceite esencial se trataron con carbón activado que tenía una concentración final de 2.000 ppm. Su composición se examinó mediante cromatografía líquida de alto rendimiento (portador: gel de sílice Nakarai Tesk en fase normal, fase móvil; 50 minutos de aclarado de gradiente con hexano a dietil éter, caudal de 1

ES 2 343 605 T3

ml/min, longitud de onda de detección de 280 nm), y cromatografía de gases (portador: Cellite: Carbowax 1500 = 10:2, temperatura de 170°C, portador gaseoso: gas nitrógeno, caudal 0,6 kg/cm²).

Los resultados se muestran en la Tabla 1. Como indican los resultados, los compuestos de éster y el acetato de bornilo que se obtienen como componentes principales mediante destilación en vapor no se detectaron, pero se obtuvo borneol como componente principal en su lugar. La producción de aceite basado en el material de magnolia fue aproximadamente 5 veces el obtenido con destilación en vapor (destilación en vapor; 0,6%, proceso de la invención; 3,1%).

TABLA 1

Componentes esenciales del material de magnolia (comparados con los resultados con destilación en vapor como control)

		(%)
	Proceso de la invención	Destilación en vapor
Pinenos	1,4	1,2
Canfeno	2,0	2,0
Mirceno	0,8	0,7
Limoneno	0,6	0,5
p-Cimeno	1,2	1,2
Borneol	9,0	3,5
Alcanfor	1,1	1,1
Acetato de bornilo	-	5,0
Metil cetonas	15,5	15,2
Cadinoles	3,0	3,2
Otros	65,4	66,4

Ejemplo 2

Se serró finamente un material de hinoki con una sierra y se pulverizó. Se cargó un reactor (capacidad interna de 10 ml) de una aleación de acero inoxidable con 3,25 ml de agua destilada y se añadieron 500 mg del material de hinoki pulverizado. A continuación, se purgó el interior del reactor completamente con nitrógeno y se cerró rápidamente el reactor. Se colocó el reactor en un baño de resina preparado de modo separado (mantenido en una manta calefactora) mantenido a 380°C y se realizó la reacción durante 45 segundos a 22.400 kPa (221 atmósferas) o más. A continuación, se sumergió el reactor en agua helada para refrigeración. Cuando la temperatura del contenido alcanzó 40°C, se abrió el reactor. Se retiró una solución acuosa, en donde posteriormente se roció la pared con 3 g de sulfato de sodio anhidro y se permitió que se mantuviera durante 5 minutos. A continuación, se extrajeron inmediatamente los componentes del aceite esencial con una mezcla de hexano - dietil éter (1:1). La extracción se trató carbón activado que tenía una concentración final de 2.000 ppm y a continuación se destilaron los disolventes por medio de un evaporador para obtener un aceite esencial. El aceite esencial resultante tenía un olor característico.

Ejemplo 3

Se cortaron con tijeras pétalos de rosa hasta un tamaño de 2 a 3 mm. Se cargó un reactor (capacidad interna de 10 ml) de una aleación de acero inoxidable con 3,25 ml de agua destilada y se añadieron 500 mg de trozos de pétalos. A continuación, se purgó el interior del reactor completamente con nitrógeno y se cerró rápidamente el reactor. Se colocó el reactor en un baño de resina preparado de modo separado (mantenido en una manta calefactora) mantenido a 380°C y se realizó la reacción durante 45 segundos a 22.400 kPa (221 atmósferas) o más. A continuación, se sumergió el reactor en agua helada para refrigeración. Cuando la temperatura del contenido alcanzó 40°C, se abrió el reactor. Se retiró una solución acuosa, en donde posteriormente se roció la pared con 3 g de sulfato de sodio anhidro y se permitió que se mantuviera durante 5 minutos. A continuación, se extrajeron inmediatamente los componentes del aceite esencial con una mezcla de hexano - dietil éter (1:1). La extracción se trató carbón activado que tenía una concentración final de 2.000 ppm y a continuación se destilaron los disolventes por medio de un evaporador para obtener un aceite esencial. El aceite esencial resultante tenía un olor característico.

Efectos de la invención

El proceso de la presente invención puede obtener un aceite esencial de modo eficiente y muy fácilmente en un corto periodo de tiempo, cuando se compara con la destilación en vapor.

Adicionalmente, el proceso de la invención corta los enlaces del éster, haciendo de ese modo posible extraer un aceite esencial libre de ésteres y que consiste esencialmente en terpenos. Los ésteres en los aceites esenciales son principalmente ésteres de ácido acético. Sin embargo, el aceite esencial extraído mediante el proceso de la presente invención se caracteriza por la dificultad en desarrollar un deterioro oxidativo y descomposición ácida debido al ácido acético *per se* que ha sido el resultado de la reacción de desesterificación que sucede durante su almacenamiento. Están presentes en los materiales vegetales considerables cantidades de ésteres de ácido acético. El tratamiento con agua en un estado supercrítico convierte al ácido acético en soluble en agua y el acetato de bornilo, por ejemplo, se recupera en el aceite esencial como borneol no saponificable. El aceite esencial producido mediante el proceso de la presente invención, que tiene tales características, está libre de ésteres y de ese modo es resistente a la oxidación. Más aún, se evita el deterioro ácido del aceite esencial por el ácido acético liberado durante el almacenamiento. De ese modo, comparado con los aceites esenciales obtenidos por métodos convencionales, el aceite esencial obtenido mediante la presente invención es altamente conservable. Adicionalmente, este aceite esencial está libre del olor similar al éster, de forma que su olor en conjunto es característicamente diferente de los olores de los aceites esenciales obtenidos mediante destilación en vapor. Además de esto, el aceite esencial es estable en polaridad y excelente por su facilidad de manejo. Por ello, es adecuado para su uso como materia prima para cosmética y alimentación.

Cuando se produce un aceite esencial mediante el proceso de la presente invención, no aparecen los desechos como residuos de la compresión descargados en los métodos convencionales. Así, la invención proporciona una tecnología amigable con el medio ambiente.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir un aceite esencial que está libre de ésteres, que comprende el tratamiento de un material vegetal con agua supercrítica o agua subcrítica.

2. El proceso de la reivindicación 1 en el que el aceite esencial consiste esencialmente en terpeno.

3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1 ó 2, en el que el aceite esencial es un aceite esencial derivado de una planta, comprendiendo dicho proceso el calentamiento de un material vegetal, junto con agua, en un contenedor presurizado a una presión de 15.200 a 30.400 kPa (150 a 300 atmósferas) y a una temperatura de 300 a 500°C; la refrigeración a continuación del interior del contenedor hasta aproximadamente 100°C o menor; la extracción de una sustancia alquitranada, que se ha formado, con un disolvente orgánico seleccionado de entre el grupo que consiste en una mezcla de hexano - dietil éter, una mezcla de éter de petróleo - dietil éter y una mezcla de bencina de petróleo - dietil éter; y el aislamiento de un aceite esencial que está libre de ésteres a partir del extracto.

4. El proceso de la reivindicación 3, en el que el calentamiento a una presión de 15.200 a 30.400 kPa (150 a 300 atmósferas) y a una temperatura de 300 a 500°C se realiza durante 30 minutos o menos, preferiblemente 2 minutos o menos, en un estado anaeróbico seleccionado de entre un estado bajo presión reducida y un estado en un gas inerte.

5. El proceso de la reivindicación 4, en el que el material vegetal es una parte de madera o una parte floral que se ha troceado finamente, cortado en tiras delgadas o pulverizado.

6. El proceso de la reivindicación 5, en el que una parte en volumen de material vegetal se calienta junto con 1 a 1.000, preferiblemente 2 a 200, partes en volumen de agua en el contenedor presurizado.

7. Un proceso para producir un perfume que contiene un aceite esencial, en el que el aceite esencial está libre de ésteres, que comprende el tratamiento del material vegetal con agua supercrítica o agua subcrítica.

8. Un proceso para producir un cosmético que contiene un aceite esencial, en el que el aceite esencial está libre de ésteres, que comprende el tratamiento del material vegetal con agua supercrítica o agua subcrítica.

9. Un proceso para producir un alimento que contiene un aceite esencial, en el que el aceite esencial está libre de ésteres, que comprende el tratamiento del material vegetal con agua supercrítica o agua subcrítica.