

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 796 558**

51 Int. Cl.:

C07C 45/78 (2006.01)

C07C 47/58 (2006.01)

A23L 27/10 (2006.01)

A23L 27/24 (2006.01)

C12P 7/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.02.2018 PCT/EP2018/053207**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.08.2018 WO18146210**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.02.2018 E 18702741 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.02.2022 EP 3580195**

54 Título: **Procedimiento de purificación de la vainillina natural**

30 Prioridad:

08.02.2017 FR 1751021

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

10.05.2022

73 Titular/es:

RHODIA OPERATIONS (100.0%)

52, rue de la Haie Coq

93300 Aubervilliers, FR

72 Inventor/es:

**VIBERT, MARTINE y
ETCHEBARNE, ALAIN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 796 558 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de purificación de la vainillina natural

5 CAMPO TÉCNICO

La presente invención se refiere a un procedimiento de purificación de la vainillina natural. La invención se refiere también a la vainillina natural susceptible de ser obtenida mediante el procedimiento según la invención, así como a un dispositivo para producir la vainillina natural.

10

TÉCNICA ANTERIOR

La vainillina se puede obtener mediante diferentes métodos conocidos por el experto en la técnica, y en particular por las dos vías siguientes:

15

- una vía denominada natural, basada en un procedimiento biotécnico que comprende en particular el cultivo de un microorganismo apto para permitir la biotransformación de un sustrato de fermentación en vainillina. Se conoce también de la solicitud EP0885968, tal procedimiento, en el que el sustrato de fermentación es el ácido ferúlico. La patente US 5017388 describe un procedimiento en el que el sustrato de fermentación es el eugenol y/o el isoeugenol. Estos procedimientos llevan a la preparación de una vainillina denominada vainillina natural.
- una vía denominada sintética, que comprende reacciones químicas clásicas a partir del guaiacol que no hace intervenir microorganismos. Este procedimiento lleva a la preparación de una vainillina denominada vainillina sintética.

20

25

Finalmente, la vainillina se puede preparar también según una vía calificada de natural, en la que la vainillina proviene de lignina, se pueden citar en particular los documentos US 2745796, DE1132113 y el artículo titulado «Preparation of lignin from wood dust as vanillin source and comparison of different extraction method» por Azadbakht et al en International Journal of Biology and Biotechnology, 2004, vol 1, No 4, pp 535-537.

30

Actualmente, la vainillina natural se puede purificar según el procedimiento descrito en la solicitud EP 2791098 que comprende una etapa de extracción líquido/líquido de impurezas que tienen un pKa más elevado que aquel de la vainillina. El rendimiento de este procedimiento es bueno, en general mayor que 80%, no obstante, con el fin de obtener calidades mejoradas en cuanto al color de la vainillina, se necesitan varias etapas de purificación adicionales que hacen caer el rendimiento global de este procedimiento.

35

La solicitud internacional WO 2014/114590 describe también un procedimiento de purificación de vainillina natural. Este procedimiento consiste en evaporar la vainilla natural, pudiendo ser llevada a cabo esta purificación por destilación o por evaporación a vacío de vainillina fundida. Este procedimiento es susceptible de producir vainillina natural muy pura, con un buen rendimiento, con un dispositivo simple a usar y que funciona de manera continua para ser compatible con los procedimientos industriales. Sin embargo, tal procedimiento podría ser difícil de llevar a la práctica, debido al número y a la dimensión de los equipamientos necesarios.

40

Es por ello que sería ventajoso disponer de un procedimiento más simple con respecto a aquellos propuestos en la técnica anterior.

45

Uno de los objetivos de la presente invención es proporcionar un procedimiento que tiene un rendimiento global mejorado, obteniendo al mismo tiempo una vainillina que presenta una coloración claramente mejorada, en particular una coloración en disolución etanólica al 10% menor o igual a 100 Hazen, preferiblemente menor o igual a 50 Hazen, y más preferiblemente menor o igual a 20 Hazen, y aún más preferiblemente menor o igual a 10 Hazen.

50

RESUMEN DE LA INVENCION

El objetivo de la presente invención se refiere a un procedimiento de purificación de la vainillina natural, que proviene de un procedimiento de purificación que comprende al menos una etapa (b) de separación de un flujo de líquido F2 que comprende vainillina natural con un gas de arrastre G1, y/o de un líquido vaporizado L1 en el que la concentración másica de la vainillina natural en el flujo líquido F2 es mayor o igual a 10%, y caracterizado por que la etapa (b) se realiza bajo atmósfera inerte.

60

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

En el ámbito de la presente invención, y salvo que se indique lo contrario, la expresión «comprendido entre ... y » incluye los límites.

65

- 5 El objetivo de la presente invención se refiere a un procedimiento de purificación de la vainillina natural, que proviene de un procedimiento de purificación que comprende al menos una etapa (b) de separación de un flujo de líquido F2 que comprende vainillina natural con un gas de arrastre G1, y/o de un líquido vaporizado L1 en el que la concentración másica de la vainillina natural en el flujo líquido F2 es mayor o igual a 10%, y caracterizado por que la etapa (b) se realiza bajo atmósfera inerte.
- El procedimiento según la invención permite obtener, ventajosamente, vainillina natural con un título elevado, a partir de un flujo líquido F2 que comprende vainillina natural.
- 10 En la presente invención, la expresión «vainillina natural» puede designar en particular una sustancia aromatizante natural según el artículo 9.2.c) del reglamento CE1334/2008, es decir una sustancia aromatizante obtenida mediante procedimientos físicos, enzimáticos o microbiológicos a partir de materias de origen vegetal, animal o microbiológico tal cual, o después de su transformación para el consumo humano mediante uno o varios procedimientos tradicionales de preparación de los productos alimentarios. Una sustancia aromatizante natural corresponde a una sustancia que
15 está naturalmente presente y que se ha identificado en la naturaleza. Las definiciones dadas por las reglamentaciones en vigor en otros países o zonas del mundo pueden también aplicarse. Por otro lado, «vainillina natural» puede también designar vainillina extraída de vaina de vainillina.
- Ventajosamente, el flujo líquido F2 puede provenir de un procedimiento de producción de vainillina natural. En este flujo F2, la vainillina natural se presenta en forma de vainillina no salificada. Preferiblemente, en el flujo líquido F2 de vainillina natural, la concentración másica de la vainillina es mayor o igual a 10%, preferiblemente mayor o igual a 30%, más preferiblemente mayor o igual a 50%, y aún más preferiblemente mayor o igual a 70% con respecto a la masa total de dicho flujo líquido.
- 20 Preferiblemente, un procedimiento de producción de vainillina natural designa aquí un procedimiento biotecnológico que comprende el cultivo de un microorganismo apto para permitir la biotransformación de un sustrato de fermentación en vainillina. Se trata aquí de un procedimiento de fermentación de ácido ferúlico, tal como aquel que se describe en la solicitud de patente EP 0885968.
- 30 Además de la vainillina, el flujo F2 puede contener impurezas, en particular impurezas formadas durante la producción por conversión enzimática o por fermentación, típicamente el alcohol vainílico, el ácido vainílico, dímeros y trímeros de la vainillina (es decir compuestos que presentan un esqueleto que tiene respectivamente dos o tres grupos fenilos, estando los dímeros seleccionados ventajosamente de los difenilmetanos). Cuando se trata de una fermentación de ácido ferúlico, las impurezas típicas se pueden seleccionar además del ácido ferúlico, el guaiacol, y derivados de
35 guaiacol. Finalmente, el flujo F2 puede contener trazas de estabilizante.
- Además, el flujo F2 puede comprender un disolvente o una mezcla de varios disolventes, tales como un disolvente alimentario (por ejemplo, los disolventes identificados por el programa FEMA GRAS™), o agua. Sin embargo, la concentración másica de disolvente en el flujo líquido F2 es preferiblemente menor o igual a 90%, más preferiblemente menor o igual a 70%, más preferiblemente menor o igual a 50%, y aún más preferiblemente menor o igual a 30%, con respecto a la masa total de dicho flujo líquido.
- 40 El procedimiento según la invención se puede llevar a cabo según un funcionamiento en modo continuo o según un funcionamiento en modo discontinuo.
- 45 La separación es una etapa de arrastre vía un gas de arrastre o un líquido vaporizado. En efecto, unas impurezas están arrastradas por el gas o el líquido vaporizado de manera a mejorar la calidad de la vainillina.
- En particular, en el ámbito de la presente invención, la etapa de separación permite ventajosamente eliminar algunas impurezas contenidas en el flujo de vainillina natural.
- 50 Tal etapa de separación se puede realizar en condiciones suaves, en particular por inyección de un fluido gaseoso o de un líquido y/o la puesta al vacío del recinto en el que se lleva a cabo el procedimiento según la invención.
- 55 En el ámbito de la presente invención, el gas de arrastre G1 o el líquido vaporizado L1 se selecciona del grupo constituido por el agua, el vapor de agua, los acetatos de alquilo, los alcoholes, los gases inertes seleccionados de entre N₂, CO₂, He, Ar, aire empobrecido, y sus mezclas. Preferiblemente, el gas de arrastre G1 o el líquido vaporizado L1 es agua o vapor de agua. Se puede considerar el uso de una mezcla de varios gases de arrastre G1 y/o de varios líquidos vaporizados L1.
- 60 La etapa (b) se puede llevar a cabo a una temperatura mayor o igual a 20°C, preferiblemente mayor o igual a 30°C, de manera más preferida mayor o igual a 40°C, y aún más preferiblemente mayor o igual a 50°C. La etapa (b) se puede llevar a cabo a una temperatura menor o igual a 140°C, preferiblemente menor o igual a 120°C, de manera más preferida menor o igual a 100°C, y aún más preferiblemente a 95°C. Según una realización de la presente invención,
65 la etapa (b) se realiza a vacío decreciente que oscila de 400 mbares a 25 mbares.

- 5 Según una primera realización, la etapa de separación se lleva a cabo con un gas de arrastre G1, preferiblemente con vapor de agua. Esta realización se puede llevar a cabo en continuo en una columna de separación: típicamente, el flujo líquido F2 se introduce en la columna de separación por arriba, mientras que se introduce un gas de arrastre G1 por abajo. Durante su contacto, el gas de arrastre se carga en impurezas contenidas en el flujo líquido, y se extrae por la parte superior de la columna, mientras que el flujo líquido purificado se recupera en pie de columna.
- 10 Según una segunda realización, la etapa de separación se lleva a cabo con un líquido vaporizado L1, preferiblemente con agua. Esta realización se puede llevar a cabo en continuo o en discontinuo en un reactor: típicamente, el flujo líquido F2 y el líquido L1 se mezclan en el reactor. Después, por disminución de la presión y/o aumento de la temperatura, el líquido L1 se vaporiza. El líquido vaporizado L1 se extrae entonces del reactor, arrastrando con las impurezas contenidas en el flujo líquido. Dicho líquido así purificado se puede recuperar entonces en el reactor.
- 15 Preferiblemente, la etapa (b) de separación se lleva a cabo bajo N₂.
- 20 Según una realización preferida, la purificación de la vainillina natural según la invención puede comprender además una etapa preliminar (a) de preparación de dicho flujo líquido F2 de vainillina natural evaporando, eventualmente en presencia de agua, el disolvente S1 de un flujo F1 que proviene de la producción de vainillina natural.
- 25 En efecto, durante la producción de vainillina natural, es típico recuperar un flujo líquido que comprende vainillina natural, impurezas y una gran cantidad de disolvente, típicamente un disolvente alimentario tal como, por ejemplo, el acetato de etilo. Este flujo se denomina típicamente «disolución de vainillina cruda». El procedimiento según la invención puede comprender una etapa de puesta a disposición de un flujo líquido F1 que proviene de un procedimiento de producción de vainillina natural que comprende la vainillina natural en un disolvente S1. Entre los disolventes S1, se pueden citar, por ejemplo, los disolventes orgánicos autorizados por la reglamentación tales como MEK (metil-etilcetona), los alcoholes (etanol, butanol, etc.), los acetatos de alquilo (acetato de etilo, acetato de propilo, acetato de isopropilo, etc.), MIBK (metil-isobutilcetona), y el ciclohexano. El disolvente S1 puede también ser agua. El disolvente S1 puede también ser una mezcla de disolventes orgánicos, en particular una mezcla de los disolventes orgánicos citados anteriormente, o una mezcla de agua y de un disolvente orgánico.
- 30 Según una realización, el flujo líquido F1 puede comprender además un estabilizante del medio de fermentación. Los agentes bacterioestáticos (o biocidas) que pueden ser usados como estabilizantes son bien conocidos por el experto en la materia, por ejemplo, el ácido sórbico, el ácido benzoico, el ácido acético, y sus sales. El estabilizante de la vainillina natural en el flujo líquido F1 está generalmente presente en una cantidad menor o igual a 20% en peso, preferiblemente menor o igual a 10% en peso. El flujo líquido F2 puede por lo tanto contener trazas de dichos estabilizantes. Sin embargo, el flujo F1 puede también estar desprovisto de estabilizante, en particular cuando la estabilización del medio de fermentación se ha efectuado de otra manera. Por ejemplo, el flujo líquido F1 puede haber sido estabilizado por tratamiento térmico. Este tratamiento térmico permite detener la acción de los microorganismos. La temperatura del tratamiento térmico es generalmente mayor o igual a 35°C, y generalmente menor o igual a 110°C, preferiblemente se sitúa entre 50°C y 110°C.
- 35 Según una realización particular de la presente invención, el procedimiento comprende además una etapa preliminar, antes de la etapa (a) o antes de la etapa (b), de lavado del flujo que proviene del procedimiento de producción de vainillina natural. Este lavado se puede realizar usando una disolución acuosa a fin de eliminar las impurezas ácidas. En general, este lavado se puede llevar a cabo con una disolución básica, preferiblemente una disolución de sosa.
- 40 Preferiblemente, en el flujo F1, la concentración másica de la vainillina está comprendida de 0,5% a 60%, más preferiblemente de 5% a 40%, y aún más preferiblemente de 10% a 35% con respecto a la masa total de dicho flujo.
- 45 La etapa opcional (a) según la presente invención consiste a eliminar el disolvente S1 para obtener un flujo F2 de vainillina en la que la concentración másica de la vainillina es mayor o igual a 10%, preferiblemente mayor o igual a 30%, más preferiblemente mayor o igual a 50%, y aún más preferiblemente mayor o igual a 70% con respecto a la masa total de dicho flujo. El contenido residual en disolvente S1 es preferiblemente menor o igual a 90%, más preferiblemente menor o igual a 70%, más preferiblemente menor o igual a 50%, y aún más preferiblemente menor o igual a 30%, con respecto a la masa total de dicho flujo líquido.
- 50 Conforme al procedimiento según la invención, la etapa de evaporación (a) se puede llevar a cabo eventualmente en presencia de agua, la cual se añade al flujo F1 antes y/o durante la realización de dicha etapa de evaporación.
- 55 Según una realización preferida, en el ámbito de la etapa (a), el disolvente S1 de la vainillina cruda se elimina por evaporación, por ejemplo, por destilación o mediante un evaporador, en presencia de agua. El agua y el disolvente S1 pueden formar una mezcla azeotrópica. En el caso de una evaporación por destilación, el disolvente S1 se puede destilar a presión atmosférica o a vacío, o también a presión atmosférica y después a vacío. El agua se puede añadir de una o varias veces al flujo F1. Es preferible usar agua alimentaria (por ejemplo, agua de grifo). Se puede usar también agua alimentaria reciclada, que proviene del procedimiento según la presente invención.
- 60
- 65

Preferiblemente, dicha etapa de evaporación a) se efectúa a una temperatura comprendida entre 60 y 140°C, y muy preferiblemente entre 80 y 100°C.

5 Después de la etapa (b), el procedimiento de purificación de la vainillina natural según la invención puede comprender además una etapa (c) de eliminación de los compuestos menos volátiles que la vainillina. Esta etapa se puede llevar a cabo ventajosamente en un evaporador de película a vacío, o en un evaporador de película rascada.

10 La temperatura del fluido caloportador a la cual se lleva a cabo la etapa (c) es generalmente mayor o igual a 130°C, preferiblemente mayor o igual a 145°C, y menor o igual a 230°C, preferiblemente menor o igual a 180°C. La presión a la cual se realiza la etapa (c) es generalmente mayor o igual a 0,4 mbares, preferiblemente mayor o igual a 1 mbar, y generalmente menor o igual a 75 mbares, preferiblemente menor a 8 mbares, y más preferiblemente menor o igual a 4 mbares.

15 Esta etapa (c) de evaporación puede ser facilitada por el uso de adyuvantes técnicos, por ejemplo, mediante la adición de un fluidificante. Así, según una realización particular de la presente invención, un fluidificante autorizado por las reglamentaciones sobre los productos alimentarios, por ejemplo, polietilenglicol, puede ser añadido a la vainillina natural entre la etapa (b) y la etapa (c), o durante la etapa (c).

20 Al final de dicha etapa (c), se obtiene ventajosamente un condensado de vainillina natural que no está coloreado. Dicho condensado de vainillina natural es preferiblemente de color menor o igual a 400 Hazen, preferiblemente menor o igual a 200 Hazen, más preferiblemente menor o igual a 100 Hazen, más preferiblemente menor o igual a 50 Hazen, y aún más preferiblemente menor o igual a 20 Hazen (en disolución etanólica al 10% en peso).

25 El procedimiento según la presente invención puede comprender además una etapa (d) de conformación de la vainillina natural, preferiblemente por cristalización, de manera más preferida por cristalización en un disolvente identificado por el programa FEMA GRAS™. En una realización preferida, la vainillina natural está cristalizada o recristalizada en agua o en una mezcla de alcohol/agua. La vainillina así obtenida está en forma de cristales blancos. Según una realización preferida de la invención, el disolvente usado es compatible con las reglamentaciones que permiten la fabricación de productos que se pueden usar en la industria alimentaria.

30 La vainillina natural susceptible de ser obtenida según el procedimiento de la invención se caracteriza por que se presenta en forma de un sólido cuyo color, en disolución etanólica al 10% en peso, es menor o igual a 200 Hazen, preferiblemente menor o igual a 100 Hazen, preferiblemente menor o igual a 50 Hazen, más preferiblemente menor o igual a 20 Hazen (en disolución etanólica al 10% en peso).

35 Su título en vainillina es ventajosamente mayor o igual a 95%, preferiblemente mayor o igual a 99%, más preferiblemente mayor o igual a 99,5%.

40 La vainillina natural susceptible de ser obtenida según el procedimiento de la invención se caracteriza por que presenta un perfil organoléptico conforme.

45 La vainillina natural susceptible de ser obtenida según el procedimiento de la invención presenta impurezas específicas. Las impurezas contenidas en la vainillina natural obtenida según el procedimiento de la invención están relacionadas con el procedimiento de preparación de dicha vainillina natural. De esta manera, las impurezas presentes en un mosto de fermentación de vainillina natural, que proviene de ácido ferúlico, son diferentes de aquellas obtenidas en un mosto de fermentación de eugenol o de isoeugenol. Por otro lado, los métodos de purificaciones permiten eliminar ciertas impurezas, y en cantidades variables, así como al final de la etapa de purificación, la vainillina natural presentará impurezas que son propias a su procedimiento de preparación y propias a su procedimiento de purificación.

50 Los inventores han descubierto que, de manera muy sorprendente, la vainillina natural que proviene de un procedimiento de fermentación y purificada conforme a la invención presenta un perfil organoléptico conforme, en particular en término de aspecto visual, de textura, de sabor, de olor.

55 En comparación con los procedimientos de la técnica anterior, el procedimiento de purificación según la presente invención permite purificar la vainillina natural con un rendimiento mayor o igual a 70%, preferiblemente mayor o igual a 80%, más preferiblemente mayor o igual a 90%. La vainillina natural obtenida presenta ventajosamente un título muy elevado en vainillina, es de color blanco y presenta un perfil organoléptico conforme, sin falsas notas, tal como se muestra en ejemplo. La evaluación de la conformidad se puede llevar a cabo mediante un panel entrenado en prueba triangular con respecto al a referencia. La Norma ISO 4120:2004(f) define el número mínimo de respuestas correctas para establecer una diferencia significativa.

60 Una realización particular, pero no limitativa, del procedimiento según la invención se representa en la FIGURA 1.

65 Según esta realización, una disolución de vainillina cruda (F0) se obtiene mediante un procedimiento de producción de vainillina natural. Esta disolución comprende vainillina natural en un disolvente S1 e impurezas típicas del procedimiento de producción. Esta disolución F0 se lava con la ayuda de una disolución de sosa en un dispositivo de

lavado (1). El flujo (F1) obtenido comprende vainillina natural en el disolvente S1 y un contenido reducido en impurezas ácidas.

5 El flujo (F1) se introduce en un dispositivo de destilación (2) de manera a evaporar el disolvente S1. Se introduce eventualmente agua en (3). Mientras que el disolvente S1 y el agua se evacuan en (4), se recupera un flujo (F2) que comprende ventajosamente más del 70% de vainillina natural.

10 El flujo (F2) se introduce en un dispositivo de separación (5). Las impurezas se eliminan mediante un gas de arrastre G1 y/o un líquido vaporizado L1 introducido en (6) y evacuado en (7).

El flujo de vainillina natural purificado (F3) se trata entonces en un evaporador de película a vacío o de película rascada (8). Los compuestos pesados se separan en (9) y se obtiene un condensado de vainillina natural (C) de alta pureza y no coloreado.

15 Dicho condensado (C) puede ser cristalizado en (10), para obtener la vainillina natural (VA) en forma de cristales blancos.

La presente invención se ilustrará ahora mediante ejemplos que no presentan ningún carácter limitativo para la invención.

20 **EJEMPLOS (de referencia)**

Ejemplo 1:

25 El procedimiento ilustrado en a FIGURA 1 se ha llevado a cabo a partir de un flujo que proviene de un procedimiento de producción de vainillina natural en disolución. Este flujo presentaba la composición siguiente:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	17,3%
Alcohol vainílico	2,3%
Ácido benzoico	1,5%
Guaiacol	0,1%

30 Este flujo se sometió a una primera etapa de lavado con una disolución acuosa de sosa. El flujo obtenido al final de esta etapa comprende los compuestos siguientes:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	16,9%
Alcohol vainílico	1,9%
Ácido benzoico	0,3%
Guaiacol	0,1%

35 Se llevo a cabo una etapa (a) de destilación en presencia de agua a una temperatura de 80°C bajo una presión de 100 mbars. El flujo a la salida comprendía los compuestos siguientes:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	78,1%
Alcohol vainílico	10,0%
Ácido benzoico	1,5%

40 Se ha llevado a cabo una etapa (b) de separación sobre el flujo obtenido al final de la etapa (a), a una temperatura de 90°C, usando como líquido de arrastre agua que se vaporiza en las condiciones de realización: se ha añadido agua líquida a presión atmosférica, después se bajó la presión hasta 25 mbars. El flujo a la salida comprendía los compuestos siguientes:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	74,5%
Alcohol vainílico	8,5%
Ácido benzoico	1,2%

Se realizó después una etapa (c) en un evaporador de película rascada. El flujo a la salida comprendía los compuestos siguientes:

5

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	92,4%
Alcohol vainílico	6,6%

Finalmente, se ha realizado una etapa (d) de cristalización, sobre el producto obtenido a la salida de la etapa (c). La vainillina obtenida al final de este procedimiento de purificación presenta un título del 99,6%, y se obtiene con un rendimiento del 87%.

10

La vainillina así purificada presenta una colorimetría de 18 Hazen.

Se ha llevado a cabo un análisis sensorial según una prueba triangular en conformidad con la norma ISO 4120/2004 que se refiere a las pruebas triangulares. El análisis sensorial se llevó a cabo en un panel compuesto de 7 a 11 personas. Tras la realización de este análisis sensorial, se ha concluido que las cantidades organolépticas de la vainillina obtenida son conformes a la referencia, siendo la referencia aquí la vainillina comercial Rhovanil® Natural CW.

15

20 **Ejemplo 2:**

Se procede como en el Ejemplo 1, salvo que el flujo inicial presentaba la composición siguiente:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	20,3%
Alcohol vainílico	2,3%
Ácido benzoico	0%
Guaiacol	0,3%
Otras impurezas	0,7%

25

No se lleva a cabo la etapa de lavado. Después de la destilación, el flujo a la salida comprendía los compuestos siguientes:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	85,6%
Alcohol vainílico	9,7%
Guaiacol	1,3%
Otras impurezas	3,4%

30

La separación se llevó a cabo con vapor de agua. Para ello, se colocaron 600 g del flujo a tratar en un reactor de 1L provisto de un condensador. Se ha inyectado por inmersión vapor de agua a baja presión a 104-108°C durante 3 h. El flujo a la salida comprendía los compuestos siguientes:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	96,6%
Alcohol vainílico	9,5%

ES 2 796 558 T3

Compuesto	Porcentaje másico
Otras impurezas	3,9%

Después del paso en un evaporador de película rascada, el flujo a la salida comprendía los compuestos siguientes:

Compuesto	Porcentaje másico
Vainillina	90,2%
Alcohol vainílico	9,2%

5

Después de la cristalización, la vainillina presenta un título de 99,5%.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de purificación de la vainillina natural, que proviene de un procedimiento de purificación que comprende al menos una etapa (b) de separación de un flujo de líquido F2 que comprende vainillina natural con un gas de arrastre G1, y/o de un líquido vaporizado L1 en el que la concentración másica de la vainillina natural en el flujo líquido F2 es mayor o igual a 10%, y caracterizado por que la etapa (b) se realiza bajo atmósfera inerte.
- 10 2. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según la reivindicación 1, en el que la concentración másica de la vainillina natural en el flujo líquido F2 es mayor o igual a 30%.
3. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según la reivindicación 1, en el que la concentración másica de la vainillina natural en el flujo líquido F2 es mayor o igual a 50%.
- 15 4. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según la reivindicación 1, en el que la concentración másica de la vainillina natural en el flujo líquido F2 es mayor o igual a 70%.
- 20 5. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende además una etapa preliminar (a) de preparación de dicho flujo líquido F2 de vainillina natural evaporando, eventualmente en presencia de agua, el disolvente S1 de un flujo F1 que proviene de la producción de vainillina natural.
- 25 6. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, que comprende, además, después de la etapa (b), una etapa (c) de eliminación de los compuestos menos volátiles que la vainillina, preferiblemente en un evaporador de película a vacío o en un evaporador de película rascada.
- 30 7. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que el gas de arrastre G1 o el líquido vaporizado L1 se selecciona del grupo constituido por agua, vapor de agua, acetatos de alquilo, alcoholes, gases inertes seleccionados de entre N₂, CO₂, He, Ar, aire empobrecido, y sus mezclas.
- 35 8. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el gas de arrastre G1 o el líquido vaporizado L1 es agua o vapor de agua.
9. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la etapa (b) se lleva a cabo a una temperatura mayor o igual a 20°C, preferiblemente mayor o igual a 30°C, de manera más preferida mayor o igual a 40°C, y aún más preferiblemente mayor o igual a 50°C, y a una temperatura menor o igual a 140°C, preferiblemente menor o igual a 120°C, de manera más preferida menor o igual a 100°C, y aún más preferiblemente a 95°C.
- 40 10. Procedimiento de purificación de la vainillina natural según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que la vainillina natural obtenida en la etapa (b) o (c) es de color menor o igual a 400 Hazen, preferiblemente menor o igual a 200 Hazen, más preferiblemente menor o igual a 100 Hazen, más preferiblemente menor o igual a 50 Hazen, y aún más preferiblemente menor o igual a 20 Hazen (en disolución etanólica al 10% en peso).
- 45 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende además una etapa (d) de conformación de la vainillina natural, preferiblemente por cristalización.

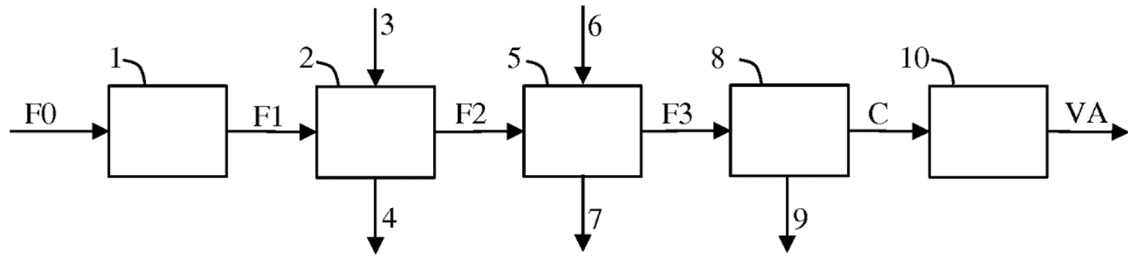


Figura 1