



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00280**

(22) Data de depozit: **31.03.2009**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.09.2013** BOPI nr. **9/2013**

(41) Data publicării cererii:
29.01.2010 BOPI nr. **1/2010**

(73) Titular:
• **PĂTRAȘCU MARIANA**,
STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,
AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA**
AMUNDALA-SYLVIU-RENAUD,
ȘOS. NICOLAE TITULESCU NR.94,
BL.14-14 A, SC.4, ET.9, AP.171,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• **PĂTRAȘCU MARIANA**,
STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,
AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA**
AMUNDALA-SYLVIU-RENAUD,
ȘOS. NICOLAE TITULESCU NR.94,
BL.14-14 A, SC.4, ET.9, AP.171, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
CN 101292944; EP 0398798 B1;
EP 1955749 A1

(54) **PROCEDEU DE EXTRAȚIE A ULEIULUI DIN PETALE DE TRANDAFIR**



1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a uleiurilor esențiale din petale de
trandafir prin extracție în câmp de microunde, utilizate în industria cosmetică și farmaceutică.

3 Sunt cunoscute în literatură mai multe metode de fabricare a uleiurilor esențiale din
material biologic, printr-o varietate de mecanisme și configurații de echipamente. Astfel,
5 cererile de brevet **WO 1990/001271 A1**, **EP 0485668 A1** și brevetele **US 20040187340**, **US**
5002784 și **US 5338557** descriu procedee de extracție în câmp de microunde a ingredientelor
7 activi biologic din diferite tipuri de materiale vegetale.

 Cererea de brevet **CN 101292944** descrie un procedeu de obținere a ingredientelor
9 de parfumare din trandafir, care constă în uscarea într-un cuptor cu microunde a florilor proas-
pete presate, extractul rezultat atingând 35...45% din greutatea florii, cu 5...10% mai mult decât
11 în cazul metodei de extracție prin distilare. De asemenea, brevetul **EP 0398798 B1** se referă
la un procedeu de extracție a produselor solubile din țesuturi vegetale, care constă din
13 mărunțirea materialului biologic, aducerea în contact a acestuia cu un solvent de extracție
transparent sau parțial transparent la microunde, supunerea materialului extracției cu
15 microunde la o frecvență care permite extracția componentelor dorite, urmată de separarea
materialului rezidual și recuperarea produsului extras. Raportul solvent de extracție-material
17 biologic este 1/1...20/1, timpul de expunere este 10...100 s, la o putere de 200...1000 W și
o frecvență de 2000...30000 Hz. Cererea de brevet **EP 1955749 A1** descrie un procedeu de
19 izolare a produșilor naturali din materiale biologice, care cuprinde supunerea materialului
biologic iradierii cu microunde și colectarea materialului izolat prin picurare; materialul biologic
21 este constituit din plante, condimente și semințe. Temperatura de izolare este de 40...200°C.

 Aceste procedee au o serie de dezavantaje, cum sunt:

23 - timp de extracție foarte lung;
- timpi de operare adiționali până la atingerea parametrilor de lucru;
25 - utilizarea unor surse poluante de inițiere a căldurii necesare atingerii parametrilor
operaționali;
27 - etape suplimentare de separare și purificare;
- obținerea unui produs cu calități inferioare din punct de vedere al compoziției de
29 substanțe biologic active;
- impunerea unor condiții de operare restrictive din punct de vedere al temperaturii
31 și presiunii;
- spațiu de producție mare;
33 - număr mare de personal calificat pentru supravegherea procesului;
- necesitatea introducerii unor operații finale de stabilizare și pregătirea acestora
35 pentru stocare.

 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea condițiilor și
37 parametrilor procedeuului de extracție în câmp de microunde, pentru furnizarea unui ulei din
petale de trandafiri de puritate ridicată.

39 Procedeu de extracție a uleiului din petale de trandafir în câmp de microunde,
conform invenției, constă în aceea că materialul biologic, constând din petale de trandafir
41 proaspete, este supus extracției într-un solvent polar, selectat dintre: etanol, metanol,
izopropanol, n-butanol, acid acetic, n-propanol, apă, sau nepolar, selectat dintre hexan,
43 diclormetan, dioxid de carbon lichid, cloroform, tetraclorură de carbon, clorbenzen, benzen,
toluen, xilen, dimetilsulfoxid, tetrahidrofuran, acetonă, la o temperatură de 40...115°C, timp
45 de 30 s...30 min, la o putere maximă a microundelor de 500 W...1,4 kW și o frecvență de
2450 MHz, după care sistemul se răcește controlat până la 15...20°C, operațiile fiind
47 repetate de trei ori, cu încălziri și răciri succesive, după care extractul este separat și purificat
prin filtrare, distilare și centrifugare.

Procedeul conform invenției prezintă numeroase avantaje, fiind un procedeu de extracție rapid și nepoluant, care decurge cu viteză mare, este ușor de controlat, cu o distribuție uniformă a căldurii, fără pierderi de căldură. Produsul rezultat este bogat în material biologic activ de puritate ridicată și cu proprietăți fizico - chimice controlabile și reproductibile ale produsului.

Procedeul de obținere a uleiurilor esențiale din petale de trandafir prin extracție în câmp de microunde este un procedeu discontinuu de extracție în solvent polar sau nepolar. Acesta cuprinde expunerea în câmp de microunde a materialului celular cu sistem granular ce conține componente oleaginoase și volatile, și extracția acestuia în solvenți organici polari sau nepolari. Utilajul în care are loc această extracție este constituit dintr-un aplicator de microunde, un vas de extracție prevăzut cu agitator mecanic, condensator de reflux, sondă de temperatură, manometru de măsurare a presiunii, colector solvent și colector material biologic extras.

Uleiurile esențiale din petale de trandafir sunt bogate în peste 300 de componente biologic active, cum ar fi: α - citronelol, fenil etanol, geraniol, nerol, farnesol și steapoten, linalool, nonanol, fenil acetaldehidă, citral, carvona, acetat de citronelil, 2-fenil mentil acetat, metil eugenol, prin metode neconvenționale de extracție în câmp de microunde, se arată în **US 20050203305** și **US 20060041154**.

Vasul de extracție constă dintr-un reactor chimic cu microunde, echipat cu sistem de agitare tip ancoră, condensator de reflux, sistem de alimentare a gazului inert, serpentină de răcire, termocuplu, sondă pentru măsurarea presiunii, conector de vid, sursă de inițiere cu radiații ionizante (fascicul de electroni, raze γ , faze X, particule α) și/sau radiații electromagnetice (ultrasunete, microunde), sistem de răcire - recirculare a apei din serpentina de răcire și din condensatorul de reflux, sistem de alimentare a solventului și materialului biologic.

Exemplele de solvenți organici polari: etanol, metanol, izopropanol, n -butanol, acid acetic, n-propanol și solvenți organici nepolari "transparentți la microunde": hexan, diclormetan, CO_2 lichid, cloroform, CCl_4 , clorbenzen, benzen, toluen, xilen, dimetilsulfoxid, tetrahidrofuran și acetonă.

În tabel sunt prezentate constantele fizice ale câtorva solvenți polari și solvenți nepolari "transparentți la microunde", așa cum au fost denumiți anterior, care sunt acei compuși chimici cu constante dielectrice mici comparativ cu cea a apei (= 80,4), utilizați cel mai des în extracția din compuși biologic activi.

Tabel

Solvent	Formula chimică	Punct de fierbere	Constanta dielectrică (e)	Densitate (g/cm ³)
	Solvenți nepolari			
Hexan	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$	69°C	20	655
Benzen	C_6H_6	80°C	23	879
Toluen	$\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_3$	111°C	24	867
Dietil eter	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_3$	35°C	43	713

RO 125166 B1

Tabel (continuare)

Solvent	Formula chimică	Punct de fierbere	Constanta dielectrică (ε)	Densitate (g/cm ³)
Solvenți nepolari				
Cloroform	CHCl ₃	61°C	48	1498
Etil acetat	CH ₃ -C(=O)-O-CH ₂ -CH ₃	77°C	60	894
Diclorometan	CH ₂ Cl ₂	40°C	91	1326
Solvenți polari aprotici				
1,4-Dioxan	(-CH ₂ CH ₂ -O-CH ₂ CH ₂ -O-)	101°C	23	1033
Tetrahidrofuran (THF)	(-CH ₂ CH ₂ -O-CH ₂ CH ₂)	66°C	75	886
Diclorometan (DCM)	CH ₂ Cl ₂	40°C	91	1326
Acetona	CH ₃ -C(=O)-CH ₃	56°C	21	786
Acetonitril (MeCN)	CH ₃ -C≡N	82°C	37	786
Dimetilformamida (DMF)	H-C(=O)N(CH ₃) ₂	153°C	38	944
Dimetilsulfoxid (DMSO)	CH ₃ -S(=O)-CH ₃	189°C	47	192
Solvenți polari protici				
acid acetic	CH ₃ -C(=O)OH	118°C	62	1049
n-Butanol	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -OH	118°C	18	810
Isopropanol (IPA)	CH ₃ -CH(OH)-CH ₃	82°C	18	785
n-Propanol	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -OH	97°C	20	803
Etanol	CH ₃ -CH ₂ -OH	79°C	30	789
Metanol	CH ₃ -OH	65°C	33	791
Acid formic	H-C(=O)OH	100°C	58	121
Apă	H-O-H	100°C	80	1000

În reactorul chimic cu microunde, se introduc materialul biologic și solventul, care se încălzesc timp de câteva minute la reflux, se răcesc la temperatura camerei, după care se reîncălzesc în condițiile descrise mai sus. Această etapă se repetă de trei ori, pentru a definitiva extracția. După ce a fost încheiată etapa de extracție, se filtrează materialul biologic de solvent, se separă componenta uleioasă de solvent prin distilare, solventul se recuperează, iar materialul oleaginos se purifică prin centrifugare.

Se prezintă, în continuare, câteva exemple nelimitative de aplicare a prezentei invenții.

Exemplul 1. Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 175 ml n-hexan și materialul biologic - 30 g petale de trandafir proaspete. După alimentarea reactorului, se pornesc treptat sursele de microunde și se ridică temperatura mediului de extracție până la valoarea de 68...69°C, timp de 30 s, la o putere maximă de microunde de 500 W și o frecvență de 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție, până la temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de trei ori, cu încălziri și răciri succesive, până când este extrasă complet componenta oleaginoasă din materialul biologic. Se filtrează solventul de materialul biologic prin pompa de vid, se separă solventul de componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.	1 3 5 7 9 11
Conținutul în ulei al petalelor de trandafir proaspete este de 0,02...0,05%. Prin acest procedeu, se recuperează un procent de 0,03...0,04% ulei.	13
Exemplul 2. Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 190 ml cloroform și materialul biologic - 30 g petale de trandafir proaspete. După alimentarea reactorului, se pornesc treptat sursele de microunde și se ridică temperatura mediului de extracție până la valoarea de 58...60°C, timp de 35 s, la o putere maximă de microunde de 500 W și o frecvență de 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție, până la temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de trei ori, cu încălziri și răciri succesive, până când este extrasă complet componenta oleaginoasă din materialul biologic. Se filtrează solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separă solventul de componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.	15 17 19 21 23
Prin procedeul conform invenției, se recuperează un procent de 0,02...0,03% ulei.	25
Exemplul 3. Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 250 ml apă distilată și materialul biologic - 30 g petale de trandafir proaspete. După alimentarea reactorului, se pornesc treptat sursele de microunde și se ridică temperatura mediului de extracție până la valoarea de 96...98°C, timp de 60 s, la o putere maximă de microunde de 800 W și o frecvență de 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până la temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de trei ori, cu încălziri și răciri succesive, până când este extrasă complet componenta oleaginoasă din materialul biologic. Se filtrează solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separă solventul de componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.	27 29 31 33 35
Prin procedeul conform invenției, se recuperează un procent de 0,03...0,04% ulei.	37
Exemplul 4. Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 250 ml amestec apă distilată : etanol în raport de 1:1 și materialul biologic - 30 g petale de trandafir proaspete. După alimentarea reactorului, se pornesc treptat sursele de microunde și se ridică temperatura mediului de extracție până la valoarea de 76...78°C, timp de 60 s, la o putere maximă de microunde de 800 W și o frecvență de 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție, până la temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de trei ori, cu încălziri și răciri succesive, până când este extrasă complet componenta oleaginoasă din materialul biologic. Se filtrează solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separă solventul de componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.	39 41 43 45 47 49
Prin procedeul conform invenției, se recuperează un procent de 0,03...0,05% ulei.	

1

Revendicare

3

5

7

9

11

Procedeu de extracție a uleiului din petale de trandafir în câmp de microunde, **caracterizat prin aceea că** materialul biologic, constând din petale de trandafir proaspete, este supus extracției într-un solvent polar, selectat dintre: etanol, metanol, izopropanol, n- butanol, acid acetic, n-propanol, apă, sau nepolar, selectat dintre hexan, diclormetan, dioxid de carbon lichid, cloroform, tetraclorură de carbon, clorbenzen, benzen, toluen, xilen, dimetil-sulfoxid, tetrahidrofuran, acetonă, la o temperatură de 40... 115°C, timp de 30 s... 30 min, la o putere maximă a microundelor de 500 W... 1,4 kW și o frecvență de 2450 MHz, după care sistemul se răcește controlat până la 15... 20°C, operațiile fiind repetate de trei ori, cu încălziri și răcirii succesive, după care extractul este separat și purificat prin filtrare, distilare și centrifugare.



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 850/2013