



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00408**

(22) Data de depozit: **08/06/2012**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28/02/2017** BOPI nr. **2/2017**

(41) Data publicării cererii:  
**30/12/2013** BOPI nr. **12/2013**

(73) Titular:  
• **SURAKI S.R.L., COMUNA RĂSUCENI,  
GR, RO**

(72) Inventatori:  
• **RĂDULESCU GEORGETA,  
BD. 1 DECEMBRIE 1918 NR. 13, BL. 10,  
AP. 36, SC. B, ET. II, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **ALBULESCU RADU NICOLAE AUREL,  
STR. ROȘIA MONTANĂ NR. 6, BL. 07,  
SC. C, ET. 2, AP. 125, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **LUPESCU IRINA, STR. PREVEDERII  
NR. 15 A, BL. C 1, SC. A, ET. 2, AP. 9,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **SAVOIU VALERIA GABRIELA,  
STR. MOISE NICOARĂ NR. 41, BL. D3,  
SC. C, ET. IV, AP. 113, SECTOR 3,  
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **HLEVCA CRISTINA, STR. LIZEANU  
NR. 19, ET. II, AP. 4, SECTOR 2,  
BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PĂTRUȚ ELENA, STR. LUGOJANA  
NR. 11, BL. 47, SC. 1, ET. III, AP. 17,  
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PAVALOIU RAMONA DANIELA,  
STR. BRAILITEI NR. 9, BL. D 9B, SC. 1,  
PARTER, AP. 11, SECTOR 3, BUCUREȘTI,  
B, RO;**  
• **NIȚĂ SULTANA, STR. BĂRBAT VOIEVOD  
NR. 21, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **PARASCHIV ILEANA CĂTĂLINA,  
CALEA VICTORIEI NR. 155, BL. D 1, SC. 3,  
ET. 10, AP. 101, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,  
RO;**  
• **VEZEANU ALIS MIHAELA,  
STR. ION LUCA CARAGIALE NR. 24,  
ROȘIORI DE VEDE, TR, RO;**  
• **SURAKI DENIS, ȘOS. PANDURI NR. 35,  
BL. P1, SC. B, AP. 27, SECTOR 5,  
BUCUREȘTI, B, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**US 6448423 B1; WO 2006/004454 A1**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A ULEIULUI PURIFICAT DE URS  
PENTRU UZ ALIMENTAR, COSMETIC ȘI FARMACEUTIC**



# RO 129096 B1

1 Invenția descrie un procedeu de obținere a uleiului purificat de urs, destinat utilizării  
în domeniul alimentar, cosmetic și farmaceutic.

3 Interesul pentru obținerea unor produse naturale cu conținut semnificativ de acizi  
grași omega 3, omega 6 și omega 9 a crescut semnificativ în ultima decadă datorită eviden-  
5 țierii de către comunitatea științifică medicală a efectelor benefice ale acestora asupra  
organismului uman.

7 Printre sursele naturale de grăsimi bogate în acizii grași omega 3, 6 și 9 cunoscute  
și utilizate în diverse domenii putem enumera uleiul de in, uleiul de pește (în special somon),  
9 uleiurile de emu, struț, urs etc.

11 Procedeele de obținere și purificare a grăsimilor cu conținut cât mai ridicat de acizi  
grași omega 3, 6 și 9, publicate în literatura de specialitate sau brevetate, sunt adaptate la  
natura materiei prime utilizate și, implicit, la natura și conținutul de impurități ale materialului  
13 brut.

15 Obținerea uleiurilor din grăsimile animale comportă realizarea unei etape de pregătire  
a materiei prime constând în separarea țesuturilor grase, spălarea și tocarea fină până la  
nivel de pastă. Această operație este prezentată în literatura de specialitate în mod constant,  
17 fără modificări semnificative.

19 Extracția uleiurilor din grăsimile de origine animală este realizată prin metode fizice  
sau chimice cum ar fi:

21 - extracția cu fluide supercritice, respectiv cu CO<sub>2</sub>, la o temperatură de 45...55°C și  
o presiune de 20...25 mPa (**Longhu Wang, Genchun Chen, Xuesong Liu, Yong Chen,**  
**Yinchi Jin, "Method for preparing ostrich oil", Patent CN 101649249 (A)/17.02.2010**);

23 - extracție cu solvenți de tipul eter etilic sau eter de petrol (**Jianxi Fu, Fangping Shi,**  
**Qingqi Ma, "Method for extracting ostrich oil and separating oil and grease",**  
25 **CN 101524098 (A)/09.09.2009**; **Genchun Chen, Yong Chen, Xuesong Liu, Feng Wang,**  
**Longhu Wang, "Method for extracting ostrich oil by petroleum ether solvent",**  
27 **CN 101824362 (A)/08.08.2010**) la temperatura de reflux, timp de 2...3 h;

29 - extracție cu abur (**Konishi Itsuro, "Method for separating, extracting and**  
**purifying ostrich oil from ostrich", JP 2005146236 (A)/09.06.2005**).

31 Procedeele de purificare aplicate și prezentate în literatura de specialitate sunt, în  
general, combinații de operații cunoscute și utilizate pentru îndepărtarea unor contaminanți  
de genul proteinelor, acizilor grași liberi, fosfolipidelor, a pigmentilor, eventual a metalelor  
33 extrase, și a compușilor de oxidare conținuți în extractele brute. În principiu, în toate cazurile  
se efectuează operația de deproteinizare, operația de desaponificare, operația de decolorare  
35 și de dezodorizare. Metodele aplicate pentru realizarea acestor deziderate constau în  
utilizarea unor materiale absorbante, cum ar fi: argila activată (**Konishi Itsuro, "Method for**  
37 **separating, extracting and purifying ostrich oil from ostrich", JP 2005146236**  
**(A)/09.06.2005**; **Nock Anthony, "Process for refining glyceride oil", WO 9425551**  
39 **(A1)/10.11.1994**), silicatul de sodiu (**Hernandez Ernesto, Rathbone Steve, "Refining of**  
**glyceride oils by treatment with silicate solutions and filtration", WO 0068347**  
41 **(A1)/16.11.2000**), pământuri decolorante sau tip Fuller (**Hernandez Ernesto, "Sequential**  
**crystallization and adsorptive refining of triglyceride oils", WO 2004018597**  
43 **(A1)/04.03.2004**).

45 Condițiile de operare, ordinea aplicării, precum și modalitățile de combinare a opera-  
țiilor din cadrul etapei de purificare au generat o serie de modele tehnologice proprii echi-  
pelor de cercetători implicați în rezolvarea cât mai eficientă, mai rapidă, și mai economică  
47 a acestei probleme.

# RO 129096 B1

O variantă inedită de realizare a purificării uleiului brut prevede aplicarea unei operații de winterizare, care constă în răcirea treptată a materialului lipidic, din care se separă cristale de gliceride cu conținut mai bogat în acizi grași saturați și care, în procesul de cristalizare lentă, înglobează și compușii nedoriți, prezenți în uleiul brut. Autorii brevetului care menționează acest tip de operație ca procedeu de purificare afirmă că îndepărtarea prin filtrare a acestui depozit cristalin realizează o purificare mai avansată a uleiului brut (**Hernandez Ernesto, "Sequential crystallization and adsorptive refining of triglyceride oils", WO 2004018597 (A1)/04.03.2004**). De asemenea, în literatura de specialitate se regăsesc metode de îndepărtare a acizilor grași liberi și a săpunurilor din ulei, în timpul rafinării acestuia pentru utilizarea în industria alimentară, cât și metode de îndepărtare a cerurilor din uleiul vegetal (**US 6448423 B1, WO 2006/004454 A1**).

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este eficientizarea operațiilor de purificare prin reducerea pierderilor de material util, și prevenirea degradărilor posibile pe parcursul etapei de purificare.

Procedeu de obținere a uleiului purificat de urs, pentru uz alimentar, cosmetic și farmaceutic prin extracția de ulei din materia primă, urmată de purificare, desaponificare, decolorare, dezodorizare și uscare, winterizare, conform invenției, constă în extragerea uleiului din grăsimea animală pregătită sub formă de pastă la temperatura de 72...90°C, cu abur la o presiune de 21 psi, timp de 30 min, după care se separă faza lipidică care se tratează de două ori, de fiecare dată cu o soluție de clorură de sodiu 10...25% încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, după care, peste extractul spălat, se adaugă o soluție de clorură de sodiu 10...25% încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic și o soluție de hidroxid de sodiu 10...15%, în raport de 1...3% față de volumul de material lipidic, în funcție de valoarea acidității libere determinate, după care se separă, prin sifonare, fracția lipidică de masa de săpun compactată prin centrifugare la 6000...9000 rot/min, timp de 30 de min, materialul lipidic desaponificat fiind în continuare tratat inițial cu 1...3% bentonită activată acid, apoi cu 1...2% cărbune activ, la o temperatură de 60...80°C, timp de 30 min, după care se menține sub agitare energetică la o presiune de 1...2 mbar, la o temperatură de 160...200°C, timp de 30...60 min, materialul lipidic rezultat fiind descărcat în vase opace, închise etanș, care se mențin la o temperatură de 20...25°C, timp de 24...48 h, apoi se răcesc la 15°C și se mențin timp de 2...4 h, după care se centrifughează la minimum 8000 rot/min timp de 15...20 min, din care se obțin două fracții lipidice, cu un randament de recuperare a materialului lipidic din țesuturile de urs de 87%.

Avantajele invenției prezentate constau în faptul că, prin utilizarea soluției de clorură de sodiu în etapele de purificare primară și de desaponificare, se scurtează timpul necesar separării fazelor prin dezemulsionarea uleiului supus spălării, respectiv prin compactarea fulgilor de săpun rezultați la tratarea cu hidroxid de sodiu, și se realizează o separare mai netă a fazelor, ceea ce permite o reducere a pierderilor de material lipidic util.

Un alt avantaj pe care îl prezintă procedeu prezentat constă în aceea că utilizarea combinației de cărbune activ cu bentonita activată acid permite purificarea și valorificarea superioară a materialelor lipidice, al căror indice de peroxid inițial (valori peste 10...15) ar conduce la declasificarea lor.

Un alt avantaj pe care îl prezintă procedeu prezentat constă în faptul că aplicarea operației de winterizare la finalul procesului conduce la obținerea unui produs care poate fi valorificat în industria cosmetică și chiar și cea farmaceutică, spre deosebire de exemplele prezentate în literatura de specialitate, unde această fracție este separată din produsul parțial purificat și este considerată un deșeu.

# RO 129096 B1

1 Prezenta invenție constă în realizarea unui procedeu de obținere a uleiului purificat  
de urs pentru uz alimentar, cosmetic și farmaceutic constând într-o succesiune de etape  
3 cuprinzând operații efectuate în condiții specifice, stabilite prin studii proprii.

Un alt scop al invenției dependent de scopul principal a constat în eficientizarea  
5 operațiilor de purificare prin reducerea pierderilor de material util, obiectiv atins prin  
efectuarea operațiilor de deproteinizare, precum și de desaponificare, în prezență de clorură  
7 de sodiu în concentrație de 10...25%.

Utilizarea clorurii de sodiu permite coagularea proteinelor degradate în timpul etapei  
9 de extracție a grăsimilor din untura de urs, facilitând decantarea și separarea acestora din  
materialul lipidic, mărește densitatea stratului apos, fapt care facilitează separarea mai  
11 rapidă a apei din stratul lipidic, și conduce la dezemulsificarea amestecului de apă și grăsimi.  
Scurtarea semnificativă a duratei procesului de decantare reduce riscul apariției produșilor  
13 de hidroliză a grăsimilor, precum și riscul apariției produșilor de oxidare a acestora.

Utilizarea clorurii de sodiu în cadrul etapei de desaponificare conduce la reducerea  
15 riscului de reținere a săpunurilor în fracția lipidică, datorită efectului de spargere a emulsiei  
formate și a efectului de compactare a săpunului, facilitând separarea eficientă a acestuia.

Îndepărtarea cât mai completă a impurităților de tipul pigmentilor și a materiilor  
17 degradate prin oxidare, precum și a eventualelor urme de săpun rămase după operația de  
desaponificare a fost realizată prin utilizarea unei combinații de materiale absorbante, cum  
19 ar fi cărbunele activ, în raport de 1...2% față de materialul lipidic de purificat, și bentonita  
activată acid (printr-o metodă proprie), în raport de 1...3% față de materialul lipidic, în funcție  
21 de gradul de încărcare și conținutul de materiale nedorite al materialului lipidic, respectiv de  
culoarea și de indicele lui de peroxid.

Materialele absorbante cunoscute ca eficiente în realizarea decolorării materialelor  
25 conținând pigmenți naturali nu au oferit rezultate scontate, conducând, în cele mai multe  
cazuri, la creșterea indicelui de peroxid al materialului tratat. Combinarea acestora, mai exact  
27 a bentonitei acide cu cărbune activ, a permis obținerea uleiului de urs incolor, reducerea  
indicelui de aciditate și, în special, a indicelui de peroxid cu 2 până la 7 unități.

Obiectivul realizării unui randament de valorificare cât mai ridicat, respectiv peste  
29 85%, al grăsimii de urs, care prezintă circa 30% gliceride cu conținut relativ ridicat de acizi  
grași saturați (susceptibili de a cristaliza în timp la temperaturi sub 25°C) a fost îndeplinit prin  
31 aplicarea operației de winterizare la finalul procesului, după efectuarea etapelor de purificare  
și uscare. S-a obținut, astfel, o fracție semisolidă, cu un conținut mai scăzut (sub 1%) de  
33 acizi grași omega 3, 6 și 9, dar utilizabili cu succes la realizarea de produse cosmetice.

În continuare, se dă un exemplu de realizare a procedurii de obținere a uleiului  
35 purificat de urs, conform invenției, în vederea utilizării pentru realizarea de produse de uz  
37 alimentar, cosmetic și farmaceutic, constând într-o succesiune de 7 etape tehnologice, după  
cum urmează:

39 Etapa 1: Pregătirea materiei prime - constă în spălarea grăsimii animale, cântărirea  
și tocarea foarte fină, până la obținerea unei paste.

41 Etapa 2: Extracția uleiului - constă în introducerea pastei în vasul de extracție,  
introducerea de abur sub presiune (21 psi), menținerea la temperatura de 75...90°C timp de  
43 30 min, după care materialul se descarcă într-un vas decantor cu fund conic, prevăzut cu  
robinet de evacuare.

45 Etapa 3: Purificarea primară - constă în evacuarea fazei inferioare apoase separate  
și a eventualelor resturi de țesut neextras, și tratarea fazei lipidice de 2 ori cu soluție de  
47 clorură de sodiu 10...25%, încălzită la 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material  
lipidic, urmată de agitare și descărcarea fazei apoase după circa 10...15 min, când se  
49 realizează separarea fazelor.

# RO 129096 B1

Etapa 4: Desaponificarea - se realizează în același vas decantor în care se adaugă soluția de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, și soluție de hidroxid de sodiu 10...15%, în raport de 1...3% față de volumul de material lipidic (în funcție de valoarea acidității libere determinate). Materialul este agitat pentru omogenizare, iar după circa 10...15 min, când se realizează separarea fazelor, se descarcă faza apoasă. Compactarea masei de săpun format este realizată prin centrifugare la 6000...9000 rot/min, timp de 30 de min, după care se poate separa fracția lipidică prin sifonare, în condiții de siguranță.	1 3 5 7
Etapa 5: Decolorarea - materialul lipidic desaponificat se introduce într-un vas prevăzut cu sistem de agitare și încălzire, se încălzește la 60...80°C și se tratează cu bentonita activată acid, în raport de 1...3% față de materialul lipidic, în funcție de gradul de încărcare și conținutul de materiale nedorite al materialului lipidic, respectiv de culoarea și de indicele lui de peroxid. Materialul se menține sub agitare la temperatura de 60...80°C, timp de 30 min, după care se adaugă cărbune activ, în raport de 1...2% față de materialul lipidic de purificat, și se menține încă 30 min în aceleași condiții, după care uleiul purificat se separă prin filtrare.	9 11 13 15
Etapa 6: Dezodorizarea și uscarea - se realizează concomitent, într-un sistem etanș, la presiune scăzută (1...2 mbar), la temperatura de 160...200°C, sub agitare energetică, timp de 30...60 min.	17
Etapa 7: Winterizarea - materialul lipidic purificat este descărcat în vase opace, închise etanș, care se mențin la 20...25°C timp de 24...48 h, apoi se răcesc la 15°C și se mențin timp de 2...4 h, apoi se centrifughează la minim 8000 rot/min timp de 15...20 min.	19 21
Prin aplicarea procedurii prezentat se obține o fracție lipidică lichidă, limpede, incoloră sau slab gălbuie, cu o densitate, la 20°C, de 0,87...0,92 g/cm <sup>3</sup> , cu indice de peroxid de maximum 3, indice de aciditate de maximum 0,12 mg KOH/1 g, indice de saponificare cuprins între 195...200 mg KOH/g, indice iod de circa 77 gl/100 g, apă și substanțe volatile maximum 0,1%, caracteristici fizico-chimice care îl recomandă pentru utilizare în producerea de medicamente, produse cosmetice sau suplimente alimentare, și o fracție semisolidă, omogenă, onctuoasă, cu o densitate la 40°C de 0,87...0,93 g/cm <sup>3</sup> , cu indice de peroxid de maximum 3,5, indice de aciditate de maximum 0,13 mg KOH/1 g, indice de saponificare cuprins între 187...202 mg KOH/g, indice de iod circa 72 gl/100 g, apă și substanțe volatile maximum 0,13%, caracteristici fizico-chimice corespunzătoare pentru utilizare la fabricarea de produse cosmetice sau ca excipient în industria de medicamente.	23 25 27 29 31

1

## Revendicare

3

Procedeu de obținere a uleiului purificat de urs, pentru uz alimentar, cosmetic și farmaceutic, prin extracția de ulei din materia primă, urmată de purificare, desaponificare, decolorare, dezodorizare și uscare, winterizare, **caracterizat prin aceea că** uleiul se extrage din grăsimea animală pregătită sub formă de pastă la temperatură de 72...90°C, cu abur la o presiune de 21 psi, timp de 30 min, după care se separă faza lipidică care se tratează de două ori, de fiecare dată cu o soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, după care, peste extractul spălat, se adaugă o soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic și o soluție de hidroxid de sodiu 10...15%, în raport de 1...3% față de volumul de material lipidic, în funcție de valoarea acidității libere determinate, după care se separă prin sifonare fracția lipidică de masa de săpun compactată prin centrifugare la 6000...9000 rot/min, timp de 30 de min, materialul lipidic desaponificat fiind în continuare tratat inițial cu 1...3% bentonită activată acid, apoi cu 1...2% cărbune activ, la o temperatură de 60...80°C, timp de 30 min, după care se menține sub agitare energetică la o presiune de 1...2 mbar, la o temperatură de 160...200°C, timp de 30...60 min, materialul lipidic rezultat fiind descărcat în vase opace, închise etanș, care se mențin la o temperatură de 20...25°C, timp de 24...48 h, apoi se răcesc la 15°C și se mențin timp de 2...4 h, după care se centrifughează la minimum 8000 rot/min timp de 15...20 min, din care se obțin două fracții lipidice, cu un randament de recuperare a materilului lipidic din țesuturile de urs de 87%.

5

7

9

11

13

15

17

19

21

