



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2015 00035**

(22) Data de depozit: **19/01/2015**

(41) Data publicării cererii:
26/02/2016 BOPI nr. **2/2016**

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

(74) Mandatar:
**MIHAELA TEODORESCU &
PARTNERS-INTELLECTUAL PROPERTY
OFFICE S.R.L., STR.VIORELE, NR.51,
BL.37, AP.63, P.O. BOX 53-202, SECTOR 4,
BUCUREȘTI**

(54) **REACTOR CONTINUU PENTRU EXTRAȚIA ASISTATĂ DE
MICROUNDRE ȘI ULTRASUNETE A COMPUȘILOR BIOLOGIC
ACTIVI DIN PLANTE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de extracție a substanțelor biologice active din material vegetal. Procedeu conform invenției constă în aceea că un material biologic măcinat se amestecă apoi cu un solvent, fiind supus extracției asistate cu ultrasunete și microundre, în condiții tehnologice impuse. În funcție de natura substanțelor biologice active obținute, și anume: ulei esențial, amestec de polifenoli, antociani sau proteine,

aceștia se răcesc la temperatura camerei, se condiționează prin filtrare, uscare, centrifugare sau liofilizare, și se depozitează. Prin acest procedeu se obțin uleiuri esențiale, uleiuri grase, amestecuri de polifenoli, amestecuri de compuși antocianici, terpenici, sequiterpenici, proteine stabilizate sau sub formă pură.

Revendicări: 4



Reactor continuu pentru extracția asistată de microunde și ultrasunete a compușilor biologic activi din plante

1. Descrierea brevetului

Invenția se referă la un nou tip de design de reactor chimic continuu cu microunde (MW) și ultrasunete (US), utilizate simultan la obținerea compușilor biologic activi din plante.

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, cererile de brevet **EP 1439218 A1**, **EP 1618798 A1**, **EP 1629725 B1**, **US 5002784** descriu procedee de extracție a uleiurilor volatile din diferite tipuri de materiale vegetale și echipamente asistate de microunde aferente procedeelelor descrise.

De asemenea, brevetul **EP 1439218 A1** descrie un aparat de extracție cu microunde a compușilor volatili din material biologic, printr-un procedeu de hidrodistilare. Acest sistem îmbunătățește zona de condensare și răcire a vaporilor de apă din afara cavității de microunde.

O metodă de extracție a uleiurilor volatile din material biologic ce cuprinde un aparat cu următoarele componente: o cavitate de microunde, cu o zonă de primire a microundelor, ce permite crearea unei presiuni scăzute în zona de microunde și camera de condensare care sunt conectate printr-un tub, este descrisă în brevetul de invenție **EP 1618798 A1**.

O altă metodă de extracție a substanțelor volatile, cu solubilitate scăzută în apă este descrisă în brevetul **EP 1629725 B1**. Metoda așa cum este prezentată cuprinde următoarele etape:

- 1) Introducerea materialului biologic fără solvent în cavitatea de microunde;
- 2) Iradierea materialului biologic până când se elimină în totalitate substanțele naturale de interes;
- 3) Transportarea substanțelor naturale prin convecția din zona de microunde în zona de răcire;
- 4) Răcirea substanțelor naturale;

5) Transportarea substanțelor naturale din zona de condensare în zona de colectare.

Apa care transportă substanțele naturale, se întoarce parțial în zona de microunde printr – un sistem de scurgere.

Într – o etapă secundară substanțele naturale sau cele mai puțin solubile în apă sunt separate într – un solvent hidrofobic. Vaporii de apă sunt generați în interiorul cavității de microunde din amestecul apă/material biologic.

O altă invenție, **US 5002784** relatează o nouă metodă de extracție selectivă a compușilor naturali din material biologic crud, care necesită o scurtă perioadă de timp pentru extracție și utilizează un aplicator de microunde. Această metodă respectă toate principiile extracției convenționale, dar comparativ cu aceasta randamentele de extracție sunt mult mai bune. Operațiile de separare și purificare ulterioare necesită cerințe speciale.

Noul sistem de extracție este alcătuit dintr-o cavitate de microunde multimod sau monomod și un sonotrod în care este introdus un reactor cu design specificat. Reactorul este conectat la un sistem de antrenare cu vapori tip Clevenger sau Vas Florentin, pentru colectarea și separarea uleiului volatil, așa cum se prezintă în figura 1.

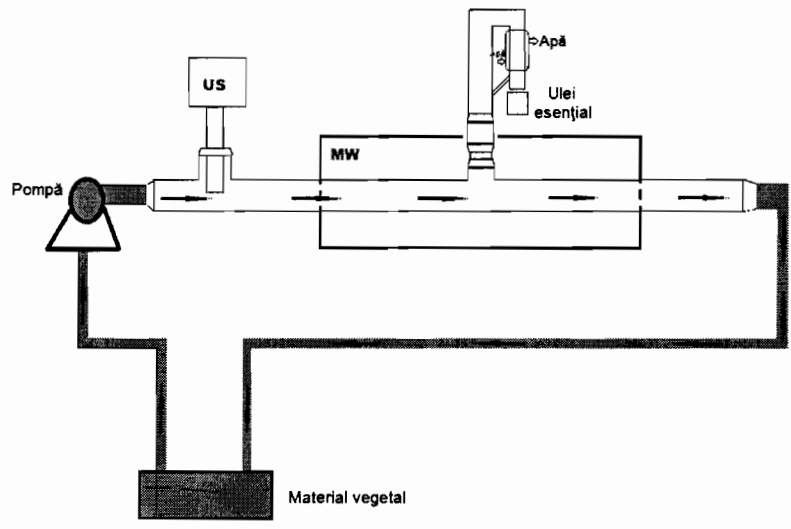


Figura 1. Reactor continuu pentru extracția asistată de microunde și ultrasunete a compușilor biologic activi din plante

Procedeul conform invenției prezintă numeroase avantaje: masa de material biologic prelucrată per șarjă este de minim 100 ori mai mare decât în procedeul discontinuu, se evită fenomenul de spumare a materialului biologic și implicit evenimentele nedorite, randamentul de extracție a substanțelor naturale crește cu până la minim 25%, se reduce semnificativ timpul de extracție, se obține un produs de o puritate ridicată și o calitate superioară din punct de vedere al compoziției chimice în comparație cu alte metode și sisteme de extracție în câmp de microunde și/sau metode neconvenționale, cum ar fi: extracția în câmp electric pulsatoriu, extracția asistată de enzime, extracția cu lichide sub presiune, extracția cu fluide supercritice. Materialul biologic supus extracției poate fi prelucrat în același timp și pentru valorificarea altor componente valoroase: polifenoli, antociani, proteine, etc..

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în proiectarea unui nou tip de reactor continuu pentru obținerea substanțelor naturale din material biologic crud sau uscat pentru extracțiile asistate de microunde și ultrasunete și metoda de obținere a acestor substanțe naturale cu noul tip de reactor.

Reactorul chimic utilizat pentru extracția asistată de microunde și ultrasunete (MW/US), conform invenției, constă în aceea că materialul biologic, alcătuit din plante măcinate sau lemn măcinat sau semințe măcinate sau rășini măcinate amestecate cu solvent (polar sau nepolar) sunt introduse cu ajutorul unei pompe de proces în reactorul continuu în zona de extracție. Amestecul material biologic/solvent este supus iradierii simultane ultrasunete - microunde, la puteri de ultrasunete cuprinse între 100 – 500 W/l și puteri de microunde de 200 – 1000 W/l și o frecvență de 2450 MHz, la temperatura de 40 – 110°C, presiune normală, timp de 10 – 120 min., la un debit al pompei de 1 – 2 l/min..

Procedeul conform invenției prezintă numeroase avantaje :

- Obținerea de uleiuri volatile pure ;
- Obținerea de polifenoli, antociani și proteine ;
- Timp de extracție scăzut ;
- Temperatura de extracție controlată în funcție de produsul de extracție care dorește să se obțină ;
- Temperatură scăzută de extracție pentru evitarea degradării termice a compușilor termolabili ;
- Volum mare de extracție ;

- Randament de extracție ridicat ;
- Extracția asistată de microunde și ultrasunete este un procedeu rapid, selectiv, nepoluant, care decurge cu viteză mare de extracție, ușor de controlat din punct de vedere tehnologic.

Într-un vas de stocare se prepară amestecul material biologic/solvent, și se omogenizează, astfel încât toată cantitatea de plantă, lemn sau sămânță să fie în contact cu solventul. În reactorul continuu se introduce amestecul material biologic/solvent cu ajutorul pompei și se pornesc sursele de ultrasunete și microunde. Se reglează parametrii operaționali : timp, temperatură, putere de ultrasunete, putere de microunde, debitul pompei. Extracția compușilor biologic activi se realizează în condițiile tehnologice impuse. În funcție de natura produsului biologic activ obținut, și anume : ulei esențial, amestec de polifenoli, antociani sau proteine, aceștia se răcesc la temperatura camerei, se condiționează prin filtrare, uscare, centrifugare sau liofilizare și se depozitează.

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

Exemplul 1. Se cântăresc pe balanța tehnică 5 Kg rozmarin (*Rosmarinus Officinalis*) uscat (proveniență UE), măcinat la o granulație de aproximativ 0.5 mm, se introduc în vasul de stocare peste care se adaugă 20 L apă deionizată, raport masic planta/solvent = 1 :4. Amestecul se omogenizează cu un omogenizator mecanic timp de 30 min. la temperatura camerei, la o turație de 50 rpm. Se introduc furtunele de absorbție și evacuare ale pompei în vasul de stocare, se cuplează pompa la reactorul continuu, și se pornește la un debit de 1 L/min.. Se pornesc sursele de ultrasunete la o putere de 200 W/L și de microunde la o putere de 400 W/L, se adaptează sistemul Clevenger de colectare al uleiului volatil și se reglează timpul de extracție la 90 min. După 90 min. extracția uleiului volatil a fost completă. Uleiul volatil, se separă de apă și se usucă pe Na₂SO₄ anhidru. Astfel obținut uleiul volatil se depozitează în vase închise la culoare în spații ferite de lumină și căldură.

Exemplul 2. Se cântăresc pe balanța tehnică 10 Kg fructe de coacăz negru (*Ribes nigrum*) proaspăt și se amestecă cu 10 L apă deionizată și 10 L alcool etilic 97 grade de proveniență vegetală în vasul de stocare. Amestecul se omogenizează cu un omogenizator mecanic timp de 30 min. la temperatura camerei, la o turație de 100 rpm. Se introduc furtunul de absorbție al pompei în vasul de stocare iar cel de evacuare în vasul de colectare, se cuplează pompa la reactorul continuu, și se pornește la un debit de 0.5 L/min.. Se pornesc sursele de ultrasunete la o putere de 100 W/L și de microunde la o putere de 300 W/L, se

reglează timpul de extracție la 120 min. După 120 min. se colectează amestecul de polifenoli obținut , care se separă prin filtrare. Amestecul de polifenoli se concentrează prin liofilizare. Astfel obținut acesta se depozitează în vase închise la culoare în spații ferite de lumină și căldură.

Exemplul 3. Se cântăresc pe balanța tehnică 3 Kg miez de nucă măcinat la o granulație de 0.6 mm (*Juglans regia L.*) și se amestecă cu 6 L hexan în vasul de stocare. Amestecul se omogenizează cu un omogenizator mecanic timp de 40 min. la temperatura camerei, la o turație de 30 rpm. Se introduc furtunul de absorbție al pompei în vasul de stocare iar cel de evacuare în vasul de colectare, se cuplează pompa la reactorul continuu, și se pornește la un debit de 0.2 L/min.. Se pornesc sursele de ultrasunete la o putere de 300 W/L și de microunde la o putere de 600 W/L, se reglează timpul de extracție la 60 min. După 60 min. se colectează amestecul obținut , care se separă prin filtrare. Amestecul de solvent/ulei gras obținut se distilă în vid pentru eliminarea solventului, se spală cu apă distilată de 3 ori și se usucă pe Na₂SO₄ anhidru. Astfel obținut uleiul gras se depozitează în vase închise la culoare în spații ferite de lumină și căldură.

Revendicări

1. Proiectarea și executarea reactorului continuu de extracție a substanțelor biologic active din material vegetal : plante, semințe, fructe, rășini, flori, material lemnos prin extracție asistată simultan de microunde și ultrasunete, caracterizate prin aceea că :
 - Puterile de emisie ale microundelor și ultrasunetelor aplicate amestecului de material vegetal sunt determinate în funcție de raportul material vegetal/solvent, temperatura de extracție, timpul de extracție și debitul pompei de alimentare ;
 - Generatorul de ultrasunete este situat înaintea generatorului de microunde și în linie cu acesta, pentru a genera un câmp cu distribuție uniformă în zona de extracție.
2. Proiectarea și executarea reactorului continuu de extracție a substanțelor biologic active din material vegetal proaspăt sau uscat, caracterizat prin aceea că în urma acestui procedeu se obțin: uleiuri esențiale, uleiuri grase, amestecuri de polifenoli, amestecuri de compuși antocianici, terpenici, sequiterpenici, proteine stabilizate sau sub formă pură.
3. Reactor continuu de extracție asistată simultan de microunde și ultrasunete pentru obținerea compușilor biologici activi din plante conform revendicărilor 1 și 2, caracterizată prin aceea că puterea surselor de ultrasunete cuprinsă între 100 – 1000 W/L, iar puterea surselor de microunde este cuprinsă între 100 – 6000 W/L la o frecvență de 2450 MHz sau 914 GHz.
4. Reactor continuu de extracție asistată simultan de microunde și ultrasunete pentru obținerea compușilor biologici activi din plante conform revendicărilor 1 și 2, caracterizată prin aceea că designul reactorului este cel prezentat în figura 1 și el poate fi dimensionat pentru orice capacitate de producție.