



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00588**

(22) Data de depozit: **01/08/2014**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/05/2018** BOPI nr. **5/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/03/2016 BOPI nr. **3/2016**

(73) Titular:
• **SINTCHEM TECHNOLOGIES S.R.L.**,
STR.CÂMPUL ALB NR.1, CODLEA, BV, RO

(72) Inventatori:
• **PĂTRAȘCU MARIANA**,
STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,
AP.81, 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

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 125166 B1; US 2004/0187340 A1

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A ULEIULUI ESENȚIAL
ȘI A APEI FLORALE DIN PETALE DE TRANDAFIR,
ÎN CÂMP DE MICROUND**

Examinator: **ing. ANCA MARINA**



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat,
la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în
termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de
acordare a acesteia

RO 130977 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a uleiului esențial și a apei florale din
2 petale de trandafir, în câmp de microunde în sistem discontinuu, prin hidrodistilare asistată
3 de microunde cu un sistem special de transmisie a radiațiilor electromagnetice - INTLI
4 (internal transmission line).

5 Sunt cunoscute în literatura de specialitate mai multe metode de fabricare a uleiurilor
6 esențiale din material biologic, printr-o varietate de metode de extracție asistate de
7 microunde. Astfel, brevetele **US 5338557**, **EP 0485668**, **US 2004/0187340 A1**, **EP 0398798**,
8 **US 5458897**, **RO 125166 B1** descriu procedee de extracție a compușilor volatili prin diferite
9 metode de extracție asistate de microunde din material vegetal, în prezența solvenților
10 organici sau prin metode fără solvenți.

11 Brevetul de invenție **US 5338557** descrie metoda și instalația de obținere pentru
12 extracția uleiurilor esențiale din plante și țesuturi animale prin expunerea acestora în câmp
13 de microunde în solvenți organici, în mai multe trepte.

14 Brevetul de invenție **EP 0485668** descrie instalația de obținere și metoda de fabricare
15 a produselor naturale solubile în solvenți organici, cum ar fi: uleiurile grase din material
16 biologic, utilizând energia microundelor. În prealabil, materialul vegetal este uscat în câmp
17 de microunde, măcinat și, după aceea, supus extracției.

18 Brevetul de invenție **RO 125166 B1** se referă la un procedeu de obținere a uleiurilor
19 esențiale din petale de trandafir prin extracție în câmp de microunde, utilizate în industria
20 cosmetică și farmaceutică. Procedeu de extracție a uleiului din petale de trandafir în câmp
21 de microunde caracterizat prin aceea că materialul biologic, constând din petale de trandafir
22 proaspete, este supus extracției într-un solvent polar selectat dintre: etanol, metanol,
23 izopropanol, n-butanol, acid acetic, n-propanol, apă sau nepolar selectat dintre hexan,
24 diclormetan, dioxid de carbon lichid, cloroform, tetraclorură de carbon, clorbenzen, benzen,
25 toluen, xilen, dimetilsulfoxid, tetrahidrofuran, acetonă, la o temperatură de 40...115°C, timp
26 de 30 s...30 min, la o putere maximă a microundelor de 500 W...1,4 kW și o frecvență de
27 2450 MHz, după care sistemul se răcește controlat până la 15...20°C, operațiile fiind repetate
28 de 3 ori cu încălziri și răcirii succesive, după care extractul este separat și purificat prin
29 filtrare, distilare și centrifugare.

30 Brevetul de invenție **US 5458897** descrie metoda și instalația de obținere a
31 substanțelor active din plante și țesuturi animale în solvenți organici prin expunerea în câmp
32 de microunde. Componentele care absorb energia microundelor distrug microstructura
33 celulei membranare și substanțele active sunt extrase în solventul organic nepolar.

34 Dezavantajele acestor procedee sunt enumerate în continuare:

35 - utilizarea solvenților organici cu toxicitate ridicată;
36 - extracția în etape succesive a componentelor biologic active;
37 - necesitatea unor operații suplimentare de separare prin distilare în vid, centrifugare
38 și spălare a extractului obținut.

39 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea condițiilor și
40 parametrilor de extracție a unui ulei esențial din petale de trandafiri de compoziție
41 determinată și puritate ridicată, într-o singură etapă, utilizând ca solvent apa. Concomitent
42 cu uleiul volatil, se obține și apa florală, produs extrem de valoros pentru industria cosmetică
43 și alimentară.

44 Procedeu de extracție a uleiului din petale de trandafiri și a apei florale în câmp de
45 microunde conform invenției constă în aceea că materialul biologic, constând din petale de
46 trandafiri proaspete și/sau uscate prin congelare, este supus extracției în apă, în proporție
47 de 1:0,83...1:1,5 petale/apă, la o temperatură de 100...110°C, timp de 60...120 min, într-un
48 câmp de microunde la o putere maximă de 3000...6000 W și o frecvență de 2450 MHz, după

RO 130977 B1

care sistemul se răcește controlat până la 25...30°C, apoi extractul obținut este colectat în vase de tip Clevenger sau de tip Florentin, în care se separă apa florală de uleiul esențial, cu un randament de 0,05...0,5% ulei esențial. După aceea, uleiul esențial se usucă pe sulfat de sodiu anhidru și se filtrează, apoi uleiul esențial uscat și filtrat și apa florală se depozitează fiecare în vase de culoare brună și condiții de temperatură și umiditate în sine cunoscute. Procedul se desfășoară la presiune normală de 1 atm. Sistemul se răcește rapid printr-un sistem controlat de 3 senzori (2 senzori de IR și un senzor din fibră optică).

Procedul conform invenție prezintă următoarele avantaje:

- se desfășoară în mediu apos, astfel că nu mai sunt necesare operațiuni de separare și purificare a extractului obținut;
- extracția se realizează într-o singură etapă;
- este foarte selectiv din perspectiva extractului obținut, astfel că se pot obține molecule noi din categoria moleculelor termosensibile;
- se poate obține un extract cu o compoziție determinată;
- se obține un extract cu puritate foarte ridicată.

Procedul de obținere a uleiului esențial din petale de trandafiri și a apei florale prin extracție asistată în câmp de microunde într-o instalație tip Labotron 6000, este un procedeu discontinuu de extracție în solvent polar, apă. Acesta cuprinde expunerea în câmp de microunde a materialului vegetal, petalele de trandafiri din soiurile: *Rosa Damascena*, *Avalanche alb*, *Grand Prix*, *Ilios*, *Marie Claire*, *Aqua*, *Cool Water*. Utilajul în care are loc extracția este constituit din următoarele componente: vas de extracție din inox alimentară, cu o capacitate de 20 l, prevăzut cu agitator mecanic, sistem de monitorizare și control automat al parametrilor de lucru, temperatură, presiune, turație agitator, putere incidentă și putere reflectată de microunde, antenă de microunde asistată de tehnologie INTLI.

Tehnologia INTLI conform brevetelor **WO 2009/122101** și **WO 2009/122102** este singura tehnologie de generare a câmpului de microunde într-un reactor metalic. Prin această tehnologie, antena de microunde din interiorul cavității metalice poate avea orice lungime, ceea ce permite utilizatorului final modelarea unui proces chimic la orice scală industrială. Prin această tehnologie, procesele de extracție asistate de microunde pentru obținerea compușilor bioactivi sunt foarte selective și astfel se permite obținerea unor molecule noi, din categoria moleculelor termosensibile, care nu este posibilă prin alte procedee de extracție, atât prin cele asistate de microunde, cât și prin utilizarea altor surse de generare a energiei.

Generarea energiei electromagnetice și, implicit, a caracteristicilor câmpului electromagnetic în cavitatea de microunde cu care acesta este acordat permite desfășurarea procesului de extracție în condiții extrem de selective.

Generatorul electromagnetic fără piese în mișcare este singurul generator în undă continuă - componenta de curent continuu este proporțională cu pătratul semnalului de microunde incident. Acest tip de generator și construcția specifică a extractorului, conform tehnologiei INTLI descrisă în patentele mai sus menționate, permit o distribuție uniformă a câmpului de microunde în interiorul cavității și o încălzire uniformă a materialului vegetal - acest lucru nu afectează procedul de extracție din punct de vedere al structurii enantiometrice a compușilor biologic activi, extrem de sensibili la apariția "punctelor fierbinți", fenomen specific încălzirii cu microunde. Generatorul de 6 KW este obligatoriu răcit cu apă la un debit de minimum 4 l/min.

Reactorul are mai multe sisteme de măsurare a temperaturii: fibra optică și termocuplu. Sistemele de măsurare a temperaturii cu termocuplu permit măsurarea unor temperaturi ridicate, iar în acest caz este un sistem de protecție a instalației de extracție.

RO 130977 B1

1 Capacul vasului de extracție este prevăzut cu mai multe sisteme de vizualizare și
mufe pentru adaptarea sistemelor de colectare a componentelor volatile și apei florale tip
3 Clevenger sau vas Florentin.

5 La fundul vasului de extracție există două sisteme de evacuare prin vană a
materialului biologic din care a fost extras uleiul volatil și apa florală.

7 Componentele principale ale sistemului de extracție a uleiului esențial din petale de
trandafiri și a apei florale Labotron 6000, împreună cu sistemul de colectare a componentelor
volatile și apelor florale, sunt prezentate în figură, unde:

9 a) reprezintă un vas de extracție echipat cu sistem de transmisie a microundelor prin
tehnologia INTLI;

11 b) reprezintă un sistem de transmisie a microundelor prin tehnologia INTLI;

13 c) reprezintă un sistem de monitorizare a parametrilor de lucru - vedere din față;

15 d) reprezintă o imagine de ansamblu cu sistem de colectare a componentelor volatile
și a apei florale.

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

17 **Exemplul 1**

19 În sistemul de extracție prezentat anterior se introduc: 5 l apă, 5 kg petale de
trandafiri proaspete din soiul *Rosa Damascena*, se conectează vasul de extracție la unitatea
de control parametri, se montează sistemul de condensare materii volatile și apă florală, se
21 pornește instalația de extracție de la butonul pornit/oprit. Se așteaptă câteva minute pentru
pornirea sistemului de răcire a generatorului de microunde și adaptorului de impedanță,
23 și pentru efectuarea verificărilor parametrilor de funcționare ai instalației. Concomitent cu
aceasta, pornește și sistemul de răcire al sistemului de condensare al uleiului volatil. După
25 încheierea etapei de verificare a componentelor instalației, se reglează din ecranul tactil
parametrii de extracție: timp 1 h, temperatură 105°C, viteză agitator 30%, putere de
27 microunde 4 kW. După 30 min, începe refluxul vaporilor de condens și colectarea apei florale
și a uleiului volatil, iar după 30 min se oprește instalația automat - extracția fiind completă.
29 Se înregistrează datele de operare ale instalației pe o memorie USB. Se colectează
aproximativ 1 l apă florală și 10 ml ulei esențial. Acestea se separă, apa florală se colectează
31 într-un vas de culoare brună și se depozitează în condiții de temperatură și umiditate
controlate. Uleiul esențial se usucă pe sulfat de sodiu anhidru, se filtrează și se colectează
33 într-un vas de culoare brună și se depozitează în condiții de temperatură și umiditate
controlate.

35 Se golește instalația de materialul vegetal, prin vana de golire de la partea inferioară
a vasului de extracție, și se pregătește o nouă șarjă.

37 **Exemplul 2**

39 În sistemul de extracție prezentat anterior se introduc: 5 l apă, 6 kg petale de
trandafiri proaspete din soiul *Grand Prix*, se conectează vasul de extracție la unitatea de
control parametri, se montează sistemul de condensare materii volatile și apă florală, se
41 pornește instalația de extracție de la butonul pornit/oprit. Se așteaptă câteva minute pentru
pornirea sistemului de răcire a generatorului de microunde și a adaptorului de impedanță,
43 și pentru efectuarea verificărilor parametrilor de funcționare ai instalației. Concomitent cu
aceasta, pornește și sistemul de răcire al sistemului de condensare al uleiului volatil. După
45 încheierea etapei de verificare a componentelor instalației, se reglează din ecranul tactil
parametrii de extracție: timp 90 min, temperatură 107°C, viteză agitator 30%, putere de
47 microunde 5 kW. După 30 min, începe refluxul vaporilor de condens și colectarea apei florale
și a uleiului volatil, iar după 60 min se oprește instalația automat - extracția fiind completă.

RO 130977 B1

Se înregistrează datele de operare ale instalației pe o memorie USB. Se colectează
aproximativ 500 ml apă florală și 4 ml ulei esențial. Acestea se separă, apa florală se
colectează într-un vas de culoare brună și se depozitează în condiții de temperatură și
umiditate controlate. Uleiul esențial se usucă pe sulfat de sodiu anhidru, se filtrează și se
colectează într-un vas de culoare brună, și se depozitează în condiții de temperatură și
umiditate controlate.

Se golește instalația de materialul vegetal, prin vana de golire de la partea inferioară
a vasului de extracție, și se pregătește o nouă șarjă.

Exemplul 3

În sistemul de extracție prezentat anterior se introduc: 6 l apă, 4 kg petale de
trandafiri proaspete din soiul *Avalanche alb*, se conectează vasul de extracție la unitatea de
control parametri, se montează sistemul de condensare materii volatile și apă florală, se
pornește instalația de extracție de la butonul pornit/oprit. Se așteaptă câteva minute pentru
pornirea sistemului de răcire a generatorului de microunde și a adaptorului de impedanță,
și pentru efectuarea verificărilor parametrilor de funcționare ai instalației. Concomitent cu
aceasta pornește și sistemul de răcire al sistemului de condensare al uleiului volatil. După
încheierea etapei de verificare a componentelor instalației, se reglează din ecranul tactil
parametrii de extracție: timp 120 min, temperatură 104°C, viteză agitator 30%, putere de
microunde 4,5 kW. După 30 min începe refluxul vaporilor de condens și începe colectarea
apei florale și a uleiului volatil, iar după 90 min se oprește instalația automat - extracția fiind
completă. Se înregistrează datele de operare ale instalației pe o memorie USB. Se
colectează aproximativ 700 ml apă florală și 4,5 ml ulei esențial. Acestea se separă, apa
florală se colectează într-un vas de culoare brună și se depozitează în condiții de
temperatură și umiditate controlate. Uleiul esențial se usucă pe sulfat de sodiu anhidru, se
filtrează și se colectează într-un vas de culoare brună, și se depozitează în condiții de
temperatură și umiditate controlate.

Se golește instalația de materialul vegetal, prin vana de golire de la partea inferioară
a vasului de extracție, și se pregătește o nouă șarjă.

Prin procedeul conform invenției, se obține un randament de extracție cuprins între
0,05...0,5% a uleiului volatil.

RO 130977 B1

1

Revendicare

3

Procedeu de obținere a uleiului și a apei florale din petale de trandafiri, în câmp de microunde, **caracterizat prin aceea că** materialul biologic, constând din petale de trandafiri proaspete și/sau uscate prin congelare, este supus extracției în apă, în proporție de 1:0,83...1:1,5 petale/apă, la o temperatură de 100...110°C, timp de 60...120 min, într-un câmp de microunde, la o putere maximă de 3000...6000 W și o frecvență de 2450 MHz, după care sistemul se răcește controlat până la 25...30°C, apoi extractul obținut este colectat în vase de tip Clevenger sau de tip Florentin, în care se separă apa florală de uleiul esențial, cu un randament de 0,05...0,5% ulei esențial, după care uleiul esențial se usucă pe sulfat de sodiu anhidru și se filtrează, apoi uleiul esențial uscat și filtrat și apa florală se depozitează fiecare în vase de culoare brună și condiții de temperatură și umiditate în sine cunoscute.

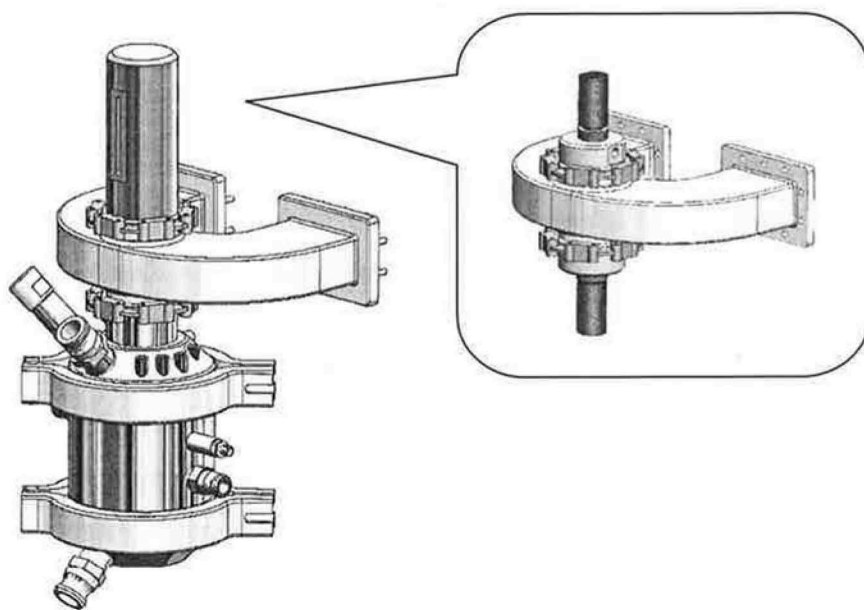
5

7

9

11

13

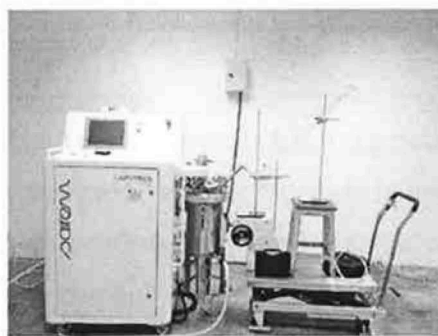


a)

b)



c)



d)

