



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2015 00960

(22) Data de depozit: 03/12/2015

(41) Data publicării cererii:  
30/06/2016 BOPI nr. 6/2016

(71) Solicitant:  
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE  
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU  
ECOLOGIE INDUSTRIALĂ - INCD ECOIND,  
DRUMUL PODU DĂMBOVIȚEI NR.71-73,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:  
• BĂTRÎNESCU GHEORGHE,  
CALEA VITAN NR.123, BL.V 2, SC.1, ET.6,  
AP.26, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;

• CUCIUREANU ADRIANA, ALEEA ISTRU  
NR.5, BL.P 4, SC.1, ET.1, AP.4, SECTOR 6,  
BUCUREȘTI, B, RO;  
• POPA OVIDIU, CALEA GRIVIȚEI NR.206,  
BL.K, SC.D, ET.6, AP.26, SECTOR 1,  
BUCUREȘTI, B, RO;  
• BĂBEANU NARCISA ELENA,  
ȘOS. VIRTUȚII NR. 5, BL. R2, SC. 2, AP. 50,  
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

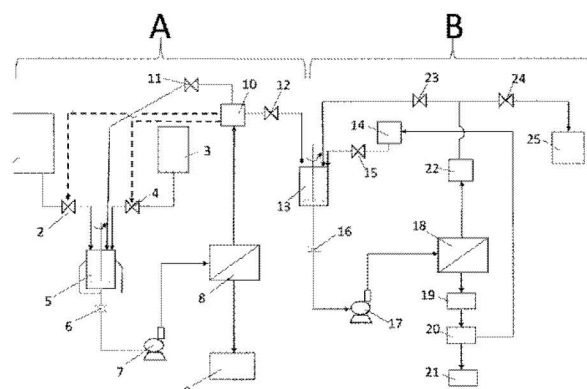
(54) **PROCEDEU DE SEPARARE CONTINUĂ A PRINCIPIILOR  
ACTIVE DIN ULEIURI VEGETALE UTILIZÂND  
BIOREACTOARE MEMBRANARE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu și la o instalație de separare a principiilor active din uleiuri vegetale. Procedeu conform invenției constă în hidroliza enzimatică a unui amestec de ulei vegetal având un conținut de minimum 1% squalenă, cu o soluție enzimatică de lipază, obținută din *Candida Rugosa*, și un agent tensioactiv de emulsionare în raport de 1:1 față de ulei; amestecul rezultat este supus separării, din care rezultă o fracție bogată în glicerină și materii nesaponificabile, și o fracție concentrată în materiale saponificabile și principii active, care, în continuare, este amestecată cu un solvent de extracție, și amestecul omogen este supus separării, din care rezultă un permeat care conține preponderent squalenă care, în final, este purificată prin distilare, fazele de procedeu fiind realizate în mod continuu și automatizat. Instalația conform invenției este formată dintr-un subsansamblu (A) care cuprinde niște vase (1 și 3) de stocare ulei vegetal, respectiv, soluție enzimatică, un reactor (5) de hidroliză și un bioreactor (8) membranar enzimatic, echipat cu membrane de ultrafiltrare de afinitate, hidrofile, de separare a amestecului de hidroliză enzimatică, precum și un subsansamblu (B) de fracționare a amestecului de produși de hidroliză și squalenă, care cuprinde un bioreactor (18) membranar, echipat cu membrane de ultrafiltrare de afinitate, hidrofobe, de separare principii active, o coloană

(20) de distilare, pentru purificare avansată squalenă, și niște blocuri (10 și 22) de automatizare, ce asigură continuitatea fazelor de procedeu.

Revendicări: 1  
Figuri: 1



18

## PROCEDEU DE SEPARARE CONTINUA A PRINCIPIILOR ACTIVE DIN ULEIURI VEGETALE UTILIZAND BIOREACTOARE MEMBRANARE

Inventia se refera la un procedeu de separare in mod continuu a principiilor active cum ar fi squalena din uleiuri vegetale utilizand o serie de doua bioreactoare membranare, dintre care unul este un bioreactor membranar enzimatic (BME).

Squalena este o hidrocarbura nesaturata, aciclica ramificata, din clasa triterpenelor, avand formula moleculara  $C_{30}H_{50}$ , denumirea stiintifica (conform normelor IUPAC) fiind 2,6,10,15,19,23-hexametil-2,6,10,14,18,22-tetracosa-hexalena si care prezinta un interes deosebit din punct de vedere medical, fiind demonstrate proprietatile sale in tratamentele conexe ale bolilor cardiovasculare (hipertensiune arteriala), dislipidemie (valori crescute ale colesterolului sau trigliceridelor), avand efecte antihemoragice si in diminuarea/stoparea unor anumite forme de cancer.

Sunt cunoscute procedee de separare a principiilor active din diverse uleiuri vegetale prin extractie cu solventi selectivi sau extractie cu fluide supercritice urmate de distilari fractionate.

Dezavantajele acestor procedee de separare constau in faptul ca decurg in mod discontinuu, ca utilizeaza solventi organici care in finalului procesului tehnologic se regasesc ca deseuri care au impact negativ asupra mediului si ca presupun conditii tehnologice deosebite, consumatoare de energie cum este cazul extractiei cu fluide supercritice.

Problema tehnica pe care o rezolva inventia consta in utilizarea unui procedeu de separare in flux continuu utilizand bioreactoare membranare a principiilor active din uleiuri vegetale de tip ulei de masline, ulei obtinut din seminte de *Amaranthus*, sau din alte uleiuri vegetale care au un continut de cel putin 1% de principii active.

Procedeul conform inventiei inlatura dezavantajele aratate mai inainte prin aceea ca se realizeaza in mod continuu, conduce la obtinerea unui preparat bogat in principii active cu puritate ridicata si valorifica in mod optim materiile prime, deseurile minime rezultate putand fi utilizate ca materii prime in alte procese raspunzand cerintelor de protectia mediului privind "economia circulara". Procedeul valorifica faptul cunoscut ca uleiurile vegetale contin 2 fractii principale si anume fractia saponificabila si fractia

nesaponificabila dintre care majoritara este fractia saponificabila care contine compusi lipidici nepolari de tipul trigliceridelor si intr-o proportie mai mica fosfatide (fosfolipide), derivati ai acidului fosfatidic care au un anumit grad de polaritate dat de resturile de acid fosforic si amina terciara din colina (cazul lecitinelor), din colamina (cazul cefalinelor) si serina (cazul fosfatidil-serinelor) iar fractia nesaponificabila contine in proportii diferite in uleiurile vegetale acizi grasi liberi, tocoferoli, carotenoide, pigmenti pe baza de clorofila, steroli, proteine, vitamine si principii active cum ar fi de exemplu squalena.

Procedeul conform inventiei prezinta urmatoarele avantaje:

-decurge in mod continuu, toate fazele procedului fiind realizate/controlate in mod automatizat;

-duce la obtinerea principiilor active sub forma de preparat cu puritate avansata;

-utilizare eficienta a materiilor prime;

-nu induce impact negativ asupra mediului prin reutilizarea cantitatilor minime de desuri in „economia circulara”.

Se da in continuare un exemplu de aplicare a procedului pentru separarea squalenei, conform inventiei, in legatura cu fig. 1 care reprezinta schema generala a instalatiei pe care se poate aplica acesta.

Procedeul conform inventiei cuprinde 2 faze care se desfasoara in mod succesiv in subansamblele **A** si **B** ale instalatiei de implementare a acestuia. Astfel in subansamblul **A** procedeul consta in alimentarea uleiului vegetal (ulei de masline, ulei de *Amaranthus*, sau din alte uleiuri vegetale care au un continut de cel putin 1% de squalena) din vasul de stocare **1** prin intermediul electrovalvei **2** in reactorul **5**, concomitent cu alimentarea din vasul de stocare **3** a unei solutii enzimatice de Lipaza obtinuta din microorganismul *Candida Rugosa* (Triacylglycerol lipase, E.C. 3.1.1.3, activitate enzimatica de 700 unitati/mg. solid) avand concentratia de 1% -2% in enzima libera si 0,1% - 0,5% agent tensioactiv de emulsionare de tipul TRITON X, in raport de 1/1 fata de ulei, prin intermediul electrovalvei **4** in acelasi reactor **5**, amestecul de hidroliza fiind mentinut sub agitare la temperatura constanta de 37°C. Din reactorul **5**, prin intermediul electrovalvei **6**, amestecul de hidroliza este preluat de pompa **7** si introdus la o presiune de 4-6 bar in bioreactorul membranar enzimatic **8** care este un modul de ultrafiltrare cu regim de curgere tangentiala, avand o constructie in sine

cunoscuta, echipat cu membrane de afinitate hidrofili cum ar fi cele de tip compozit de polisulfona – polianilina care permit trecerea in permeat a glicerinei si a fractiilor nesaponificabile colectate in vasul 9 in vederea valorificarii ulterioare, retinand in concentrat enzima solubila, uleiul nehidrolizat si fractiile rezultate in urma hidrolizei, concentrat care prin intermediul blocului de automatizare 10, in functie de valoarea gradului de hidroliza va fi recirculat in reactorul 5 prin intermediul electrovalvei 11 sau va fi dirijat prin intermediul electrovalvei 12 in vasul de stocare 13 prevazut cu agitator, blocul de automatizare 10 avand si rolul de a comanda prin intermediul electrovalvelor 2 si 4 introducerea de noi cantitati de ulei vegetal si enzima in reactorul 5, echivalente cu jumatate din cantitatea de concentrat dirijat in vasul de stocare 13, asigurand astfel continuitatea procesului.

Procesul continua in subansamblul B de fractionare a amestecului de produse de hidroliza si squalena, prin introducerea in vasul de extractie 13 a unui volum egal cu cel al concentratului introdus prin intermediul electrovalvei 12 dintr-un solvent de extractie a squalenei cum ar fi hexanul, stocat in vasul 14, prin intermediul electrovalvei 15, dupa omogenizarea concentratului si a solventului in vasul de extractie 13 amestecul fiind preluat prin deschiderea electrovalvei 16 de catre pompa 17 si introdus sub o presiune de 3-5 bar in bioreactorul membranar 18 a carui constructie este similara cu cea a bioreactorului membranar 8, cu diferenta ca bioreactorul membranar 18 este echipat cu membrane de ultrafiltrare hidrofobe, rezistente la atacul solventului cum ar fi cele realizate din politetrafluoretilena. Permeatul rezultat din bioreactorul membranar 18 continand preponderent squalena si solvent este colectat in vasul de stocare 19 din care este preluat si distilat in coloana de distilare 20 din care squalena purificata este stocata in vasul 21 iar solventul este recirculat in vasul de stocare 14, in timp ce concentratul rezultat din bioreactorul membranar 18, in functie de gradul de separare a squalenei determinat de blocul de automatizare 22 este fie reintrodus in vasul de extractie 13 prin intermediul electrovalvei 23 fie se stocheaza prin deschiderea electrovalvei 24 in vasul 25, in vederea valorificarii ulterioare ca sapunuri de calitate deosebita.

## REVENDICARE

Procedeu de separare in flux continuu a principiilor active din uleiuri vegetale in care se utilizeaza doua bioreactoare membranare **8** si **18** cuprinse fiecare in structura cate unui subansamblu **A** si respectiv **B** ale instalatiei de aplicare a procedeuului, in subansamblul **A** rolul bioreactorului membranar **8** fiind de a separa componentele unui amestec de hidroliza enzimatica a uleiului vegetal, obtinut in reactorul **5**, intr-o fractie bogata in glicerina si materii nesaponificabile stocate in vasul **9** si o fractie concentrata in materiale saponificate si principii active care cu ajutorul bioreactorului membranar **18** din componenta subansamblului **B**, utilizand un solvent de extractie, este separat in principii active purificate dupa distilare in coloana de distilare **20** si in materiale saponificate colectate in vasul **25**, continuitatea procesului fiind asigurata prin intermediul blocurilor de automatizare **10** si **22** si a electrovalvelor **2**, **4**, **11**, **12**, **15**, **16**, **23** si **24**, procedeul fiind economic prin reutilizarea enzimei, prin valorificarea superioara a tuturor materiilor prime, generarea unor cantitati minime de deseuri care ulterior pot deveni materii prime pentru alte procedee industriale, fiind aplicabil tuturor extractelor vegetale bogate in principii active, cu adaptarea tipului de enzima proprie procesului de hidroliza, a tipului de membrane din cele doua bioreactoare membranare, a tipului de solvent utilizat in faza de extractie si a parametrilor de lucru.

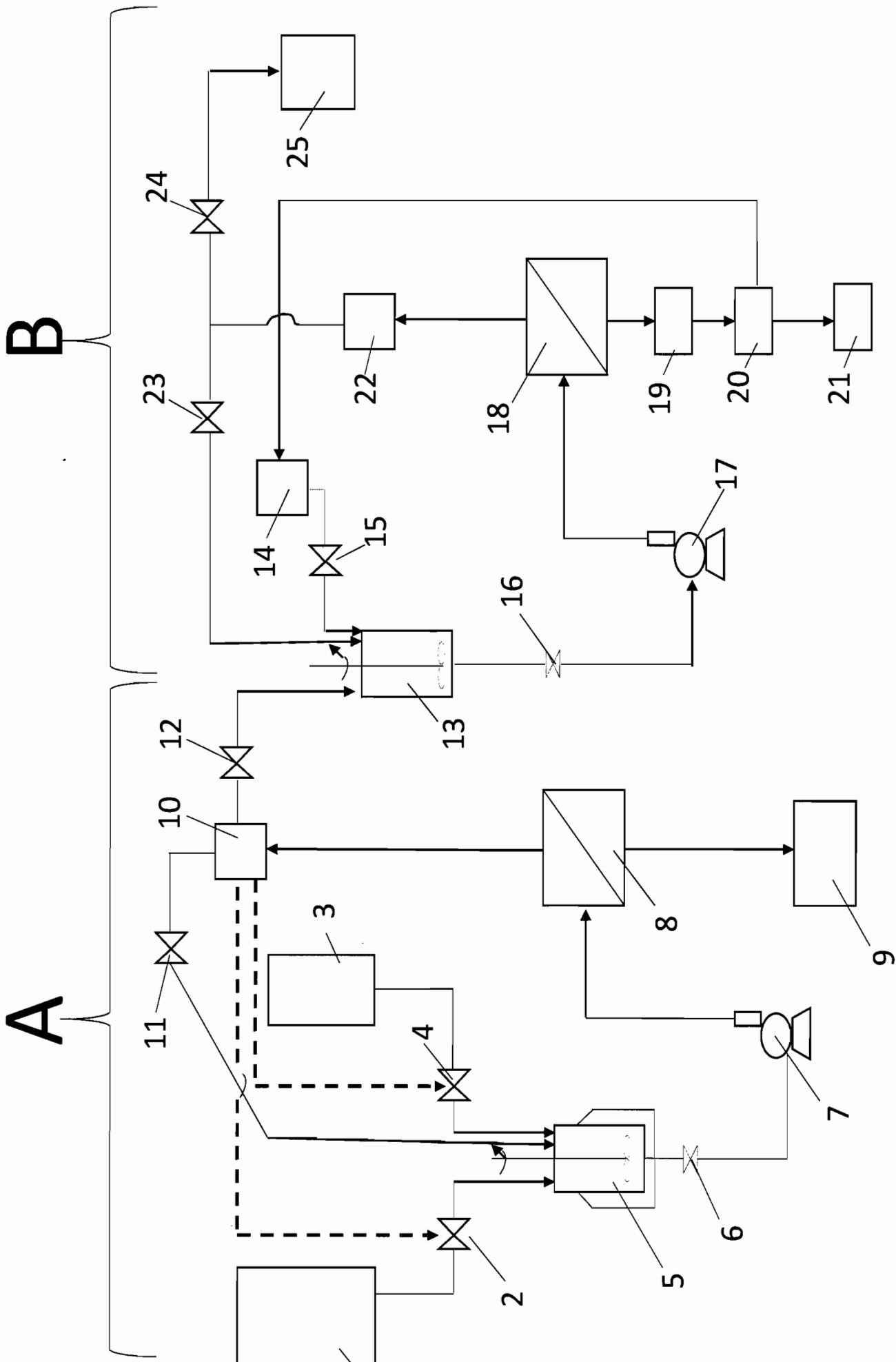


Fig.1