



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2019 00669

(22) Data de depozit: 23/10/2019

(41) Data publicării cererii:
29/04/2021 BOPI nr. 4/2021

(71) Solicitant:
• COSFEL ACTUAL S.R.L.,
CALEA GRIVIȚEI NT. 95-97, MANSARDA,
CAMERA M4, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO

(72) Inventatori:
• COSMULESCU SUSANA FELICIA,
STR. SERBOTA NR. 1, BL. V19, SC. 1,
AP. 159, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
• DRAGOESCU MARIUS FLORIN,
STR. STICLARI NR. 23B,
BOLDEȘTI-SCĂENI, PH, RO;

• RADU GABRIEL LUCIAN,
ALEEA ROTUNDA, NR.4, BL.H6, SC.D,
AP.61, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• AXINTE SORIN MIRCEA,
BD. ION MIHALACHE NR.40, BL.33B, AP.10,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• LITESCU FILIPESCU SIMONA CARMEN,
STR. SUBCETATE, NR.97, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO;
• ALBU CAMELIA, ALEEA CISLĂU NR.12,
BL.9C, SC.1, ET.3, AP.15, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI PRODUS ULEIOS
DIN CAMELINA SATIVA, ÎMBOGĂȚIT CU VITAMINA E**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui produs uleios cu activitate antioxidantă. Procedeu, conform invenției, constă în etapa de pretratare a materialului vegetal de tip șrot de camelină (*Camelina Sativa*) sub formă de pulbere cu distribuția granulometrică medie de 400 μm, cu solvent de extracție care conține în proporție de 75...10% ulei de camelină și eventual etanol alimentar, timp de 1...5 min la 100 g amestec, la temperatura de 40°C, etapa de extracție propriu zisă cu

microunde în domeniul de frecvențe de 2000...3000 MHz și cu o densitate de putere absorbită de solvent de 0,514 W/ml, cu menținerea la temperatura de 45° a amestecului de extracție timp de 30 min, rezultând un produs uleios îmbogățit în vitamina E, care asigură, la 100 g, 81% din doza zilnică recomandată de conținut total vitamina E.

Revendicări: 5



**PROCEDEU DE OBTINERE A UNUI PRODUS ULEIOS DIN *CAMELINA SATIVA*,
IMBOGATIT CU VITAMINA E**

Titular: SC COSFEL ACTUAL S.R.L., STR.GRIVITEI, NR. 95 - 97, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO

Inventatori:

- COSMULESCU SUSANA FELICIA, STR. SERBOTA NR.1, BL. V9, SC.1, AP.159,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO
- DRĂGOESCU MARIUS FLORIN, STR. STICLARI NR. 23B, BOLDESTI – SCAENI,
PRAHOVA, ROMANIA
- RADU GABRIEL-LUCIAN, ALEEA ROTUNDA NR.4, Bl.H6, Sc.D, apt.61, sector 3,
BUCUREȘTI
- AXINTE SORIN MIRCEA, BD. ION MIHALACHE NR. 40, BL. 33B, AP. 10, SECTOR
1, BUCUREȘTI, ROMANIA
- LITESCU-FILIPESCU SIMONA CARMEN, STR SUBCETATE NR 97, sector 1,
BUCUREȘTI
- ALBU CAMELIA, ALEEA CISLAU NR 12, Bl 9C, sc1, apt 15, sector 3, BUCUREȘTI

Inventia de fata se refera la un procedeu de obtinere a unui produs uleios imbogatit cu vitamina E, utilizand o metoda de extractie asistata cu microunde, folosind ca materie prima srot de camelina si ca solvent de extractie uleiul de camelina.

Vitamina E, este o vitamina liposolubila, cu activitate antioxidanta recunoscuta, eficienta sa in reducerea stresului oxidativ respectiv in preventia peroxidarii – inclusiv lipoperoxidarii – unul dintre tesuturile tinta la nivelul caruia se acumuleaza fiind ficatul, vitamina E jucand si rol hepatoprotector. Termenul de vitamina E poate fi utilizat ca descriptor generic pentru toți derivații de tip tocoferol și tocotrienol care dovedesc activitate biologică comparativă cu a α -tocoferolului.

Srotul de camelina este subprodusul rezultat prin presarea la rece a semintelor de camelina, care contine inca, in cantitati importante, compusi cu valoare nutritionala ridicata [1] a caror valorificare – utilizand tehnologii de extractie eficiente – este fezabila: vitamina E, steroli, acizi grasi, polifenoli, dintre care cel mai important compus este vitamina E.

Extractia vitaminei E se poate realiza in mod conventional prin utilizarea solventilor adecvati, prin tehnici de extractie solid-lichid, acestea fiind tehnici simple si relativ necostisitoare. Problemele pe care le ridica metodele conventionale constau in durata mare a

extractiei, care conduce la degradarea componentilor activi, respectiv utilizarea unor solventi toxici cu impact negativ asupra sanatatii si asupra mediului inconjurator.

Cercetarile din ultimele doua decenii asupra extractiei compusilor naturali au condus la identificarea unor tehnici si metode inovative mai rapide si ecologice. Se cunoaste faptul ca extractia tocoferolilor si a tocotrienolilor se poate realiza prin tehnici ecologice utilizand microundele sau ultrasunetele. Extractia antioxidantilor asistata cu microunde ajuta la eliberarea in scurt timp a compusilor bioactivi din matricea probei, in solvent. Unul dintre aspectele limitative ale extractiei vitaminei E ca si compus termosensibil, il constituie temperatura de lucru care trebuie sa fie situata sub 55°C.

In brevetul **AU2017368264** este prezentata o metoda de extractie a uleiurilor din plante oleoginoase utilizand incalzirea cu microunde in prezenta unui material susceptor la microunde, amestecat sub forma divizata precum pulbere, granule sau fulgi sau sub forma de fibre, impachetari structurate sau bare cilindrice. Materialele care au fost revendicate in brevet pot fi din metal, sticla, ceramica, nisip si/sau argila. Autorii mentioneaza faptul ca, prin aceasta metoda, extractia asistata de microunde a uleiurilor se poate realiza fara degradarea termica a acestora, faza volatilizata - uleiul vegetal, fiind condensata si colectata.

In brevetul **CA1336968** este prezentat un procedeu de extractie a componentelor solubile din parti vegetale utilizand incalzirea cu microunde. Materialele vegetale cu o umiditate situata intre 40 si 90% masic au fost maruntite la nivel grosier si amestecate in diferite rapoarte cu un solvent care poate fi transparent (ex. hexan) sau absorbant de microunde (ex. etanol, diclormetan). Extractiile pot avea loc in doua sau mai multe etape, cu extractanti diferiti pentru fiecare etapa.

Este cunoscut faptul ca materialul vegetal absoarbe o parte din energia microundelor fapt ce conduce la cresterea temperaturii in material prin polarizare interfaciala descrisa prin mecanismul Maxwell-Wagner-Sillars. Aceasta crestere de temperatura este mai pronuntata in materialul glandular si vascular al materialului vegetal, care conduce la o crestere a presiunii interne la o valoare mai mare decat capacitatea de expansiune a peretilor celulari, conducand astfel la ruperea acestora. Aceasta rupere a peretilor celulari favorizeaza migrarea substantelor active de interes in solventul de extractie. Problema tehnica pe care o rezolva propunerea de inventie consta in utilizarea unui procedeu de extractie asistata cu microunde a vitaminei E din srotul de camelina, folosind drept solvent un ulei vegetal, de preferinta uleiul de camelina, in

prezenta sau in absenta alcoolului etilic. Aplicarea acestei metode neconventionale pentru extractia asistata cu microunde a vitaminei E in regim controlat, are urmatoarele avantaje:

- durata de extractie se reduce de la ore la zeci de minute;
- extractia are loc intr-un solvent ecologic sau intr-un amestec de solventi ecologici;
- extractia se produce in absenta radiatiei UV.

Pentru extractia vitaminei E conform acestei descrieri de brevet se utilizeaza un reactor cu microunde tip multimod in regim dinamic, cu termostatare. Sistemul de generare de microunde al reactorului lucreaza in domeniul de frecventa 2000-3000 MHz, putand avea o densitate de putere aplicata in microunde de 15 – 3500 W/kg amestec de extractie, de preferinta intre 50 si 1500 W/kg si o densitatea de putere absorbita de solvent mai mare de 0,150 W/mL, de preferinta mai mare de 1,5 W/mL. Durata de atingere a temperaturii de lucru este de 1 pana la de 35 minute. Pentru realizarea extractiei, se mentine amestecul la temperatura de lucru pe durata a 1 – 55 minute, in campul de microunde. Extractia se realizeaza sub atmosfera de azot.

Reactorul in care are loc extractia este confectionat din materiale transparente la microunde: sticla anorganica, quart, teflon.

Etapele procesului de extractie conform descrierii de brevet sunt:

- (1) aducerea materialului vegetal într-o formă divizată, cu distributia granulometrica D50 cuprinsa intre 1 – 1500 μm de preferinta, intre 300 – 1000 μm
- (2) contactarea materialului vegetal divizat cu un agent de extractie transparent sau partial transparent la microunde;
- (3) pretratarea in camp de microunde a amestecului material vegetal divizat : solvent pe durata a 1 – 10 minute, la un raport solid:lichid de 0,5 : 3,5;
- (4) expunerea amestecului de extractie, sub agitare, la actiunea microundelor in vederea extractiei;
- (5) separarea materialului rezidual.

Materialul vegetal (srotul) este maruntit sub forma de pulbere utilizand o moara cu cutite. Materialul vegetal solid astfel maruntit este supus unei etape de pretratare in vederea generarii de ruperi ale membranelor celulare pentru a favoriza extractia componentelor bioactive utile. Ca agent de pretratare se utilizeaza un ulei vegetal cu sau fara aport de etanol, raportul solid maruntit : lichid fiind de 0,5 la 3,5, de preferinta intre 1 si 2,3%. Lichidul de extractie utilizat contine ulei de camelina in proportie de 65 pana la 100% masic, de preferinta intre 75 si 100% masic. Durata etapei de pretratare va depinde de cantitatea de amestec supus actiunii de pretratare, in medie fiind de 1 – 5 minute / 100g amestec. Ca agent de extractie a vitaminei E se utilizeaza trigliceride naturale cu constanta dielectrica la 20°C avand valoarea situata in

intervalul 2,05 si 4,75, de preferinta situata in intervalul 2,25 si 3,30, din categoria uleiului de camelina sau a uleiului de floarea – soarelui nelimitandu-se la acestea. Raportul masic dintre extractant (solvent) si materialul vegetal este situat in intervalul 15:1 pana la 1:1, de preferinta intre 7:1 si 2:1. Omogenizarea amestecului se realizeaza utilizand un agitator tip elice sau tip turbina, viteza de agitare fiind in domeniul 100 la 1500 rpm, de preferinta in intervalul 200 la 800 rpm. Utilizarea agitarii amestecului asigura atat o buna contactare a materialului vegetal cu solventul cat si omogenizarea temperaturii in masa amestecului. Expunerea amestecului extractie la microunde presupune parcurgerea a doua etape:

- etapa de pretratare, in care faza solida (pulberea din srot de camelina) este umectata cu solvent dupa care se iradiaza cu microunde cu rolul de a favoriza aparitia de fisurari in structura celulara a srotului de camelina pentru a putea difuza mai usor vitamina E in solventul de extractie
- etapa de extractie propriu-zisa, cand are loc adaugarea de solvent peste masa pretratata, urmata de mentinerea in regim izoterm a amestecului; pentru aceasta etapa, durata este cuprinsa intre 5 si 90 minute, de preferinta intre 15 si 60 minute.

In aceste etape tehnologice, un rol important il detine perioada de incalzire, in care amestecul este adus de la temperatura camerei la temperatura de operare; pentru aceasta etapa, durata depinde de masa de reactie, raportul dintre faza solida si faza lichida, diferenta de temperatura dintre temperatura amestecului si temperatura de extractie, proprietatile dielectrice ale solventului, puterea de microunde aplicata si densitatea de energie absorbita; perioada de incalzire este cuprinsa intre 1 si 35 minute, de preferinta intre 3 si 25 minute.

Separarea fazei extrase de materialul rezidual se face prin filtrare sau centrifugare.

In continuare se prezinta doua exemple de extractie a vitaminei E conform propunerii de inventie, precum si rezultatele determinarii continutului in principii active ale probelor de extract de srot de camelina, exprimat ca si continut in principiu activ pe unitate de masa de material vegetal.

Exemplul 1. Extractia vitaminei E in camp de microunde.

Intr-un aparat de extractie asistata de microunde se pun in vasul de extractie 300 g srot de camelina sub forma de pulbere cu granulatia medie D50 de 400 μ m. Se adauga in continuare 500 mL de ulei de camelina degumat, cu un continut in acizi liberi de 0,10%. Se porneste incalzirea cu microunde cu frecventa de 2,45 GHz, fiind necesara o densitate de putere absorbita

pentru solvent de 0,193 W/mL. După montarea capacului la vasul de extracție se montează capacul incintei metalice. Se porneste agitarea cu o viteză de 25 rpm. Agitarea funcționează pe întreaga durată a procesului. Se încălzește masa de amestec în vederea pretratării până la temperatura de 40°C, unde se menține pe durată a 10 minute. Peste masa pretrată se adaugă 1000 g ulei de camelina degumat. Se alimentează vasul de extracție cu azot gazos. Se purjează de 2 până la 5 ori gazele din vasul de extracție. După setarea controlerului de temperatură la valoarea de 45°C, se porneste încălzirea cu microunde fiind necesară o densitate de putere absorbită pentru solvent de 0,363 W/mL. După ce temperatura amestecului de extracție atinge valoarea setată, amestecul de extracție este menținut izoterm timp de 30 minute, utilizând un temporizator. După perioada de extracție, se opresc încălzirea cu microunde a echipamentului și sistemul de agitare. După demontarea vasului de extracție din aparat, se filtrează gradual faza lichidă, utilizând un filtru de ulei cu cartus filtrant.

Exemplul 2. Extracția vitaminei E în câmp de microunde.

Într-un aparat de extracție asistată de microunde se pun în vasul de extracție 300 g srot de camelina sub formă de pulbere cu granulatia medie D50 de 400μm. Se adaugă în continuare 200 mL etanol alimentar și 300 mL de ulei de camelina degumat, cu un conținut în acizi liberi de 0,10%. Se porneste încălzirea cu microunde cu frecvența de 2450 MHz, fiind necesară o densitate de putere absorbită pentru solvent de 0,514 W/mL. După montarea capacului la vasul de extracție se montează capacul incintei metalice. Se porneste agitarea cu o viteză de 25 rpm. Agitarea funcționează pe întreaga durată a procesului. Se încălzește masa de amestec în vederea pretratării până la temperatura de 40°C, unde se menține pe durată a 10 minute. Peste masa pretrată se adaugă 1000 g ulei de camelina degumat. Se alimentează vasul de extracție cu azot gazos. Se purjează de 2 până la 5 ori gazele din vasul de extracție. După setarea controlerului de temperatură la valoarea de 45°C, se porneste încălzirea cu microunde fiind necesară o densitate de putere absorbită pentru solvent de 0,516 W/mL. După ce temperatura amestecului de extracție atinge valoarea setată, amestecul de extracție este menținut izoterm timp de 30 minute, utilizând un temporizator. După perioada de extracție, se opresc încălzirea cu microunde a echipamentului și sistemul de agitare. După demontarea vasului de extracție din aparat, se filtrează gradual faza lichidă utilizând un filtru de ulei cu cartus filtrant.

Exemplul 3.

Din extractele obținute conform exemplelor 1 și 2 au fost prelevate probe care au fost analizate pentru determinarea conținutului de vitamină E. Produsul de extracție uleios rezultat a fost caracterizat din punct de vedere al conținutului în vitamină E utilizând aceeași metodă de

analiza ca si pentru materiile prime (uleiul de camelina, respectiv srotul de camelina), rezultatele obtinute fiind prezentate in Tabelul 1.

Tabel 1. Continutul de vitamina E (tocoferoli) in solvent si materia prima de extractie comparativ cu produsul uleios obtinut prin procedeul de extractie asistata de microunde

Compus	Ulei de camelina / solvent	Srot de camelina / materia prima	Produs uleios (Exemplul 1)	Produs uleios (Exemplul 2)
	mg/100 g			
δ-tocoferol	17	13.6	27.8	30.8
γ-tocoferol	872	89.4	913.3	922.1
α-tocoferol	24	12.44	32.8	35.6

Dupa cum se observa, in ambele exemple se obtine o imbogatire a uleiului de camelina cu vitamina E, intr-un timp scurt de extractie, rezultand un produs nou, obtinut din *Camelina Sativa*. Caracterizarea produsului uleios nou s-a facut prin metode de cromatografie de inalta performanta cu detectie fluorimetrica. Stabilitatea produsului uleios a fost testata in diferite conditii de stocare (temperatura camerei respectiv 4°C) pe durata a 18 luni, produsul fiind stabil timp de 12 luni din punct de vedere al continutului in vitamina E indiferent de conditiile de pastrare.

REVENDICARI

1. Procedeu de obtinere a unui produs uleios din *Camelina Sativa* caracterizat prin aceea ca este imbogatit cu vitamina E utilizand extractia asistata cu microunde.

2. Procedeu conform revendicarii 1 caracterizat prin aceea ca extractia asistata cu microunde a vitaminei E se realizeaza in domeniul de frecvente de 2000 - 3000 MHz si densitatea de putere absorbita de solvent mai mare de 0,150 W/mL, de preferinta mai mare de 1,5 W/mL.

3. Procedeu conform revendicarilor 1 si 2 caracterizat prin aceea ca sursa de vitamina E o reprezinta srotul de camelina (*Camelina Sativa*) utilizat sub forma de pulbere cu distributia granulometrica D50 cuprinsa intre 1 – 1500 μm de preferinta, intre 300 – 1000 μm pentru care raportul masic dintre materialul vegetal (srotul de camelia) si solventul pentru extractie este situat in intervalul 3:1 pana la 1:15, de preferinta intre 1,5:1 si 1:10.

4. Procedeu conform revendicarilor 1, 2 si 3 caracterizat prin aceea ca este utilizata o etapa de pretratere in care agentul de pretratere il constituie un ulei vegetal cu sau fara aport de etanol, durata etapei de pretratere in camp de microunde depinzand de cantitatea de amestec supus actiunii de pretratere, in medie fiind de 1 – 5 minute / 100g amestec de extractie, pentru care solventul de extractie utilizat contine ulei de camelina in proportie de 65 pana la 100% masic, de preferinta intre 75 si 100% masic.

5. Produs uleios nou obtinut conform revendicarilor 1, 2, 3 si 4 caracterizat prin aceea ca asigura, la 100 g, 81% din doza zilnica recomandata de vitamina E (continut total vitamina E) conform normelor EFSA.