



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2020 00698**

(22) Data de depozit: **04/11/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2022 BOPI nr. **5/2022**

(71) Solicitant:
• **INCDO-INOE 2000, FILIALA INSTITUTUL
DE CERCETĂRI PENTRU
INSTRUMENTAȚIE ANALITICĂ
CLUJ-NAPOCA, STR.DONATH NR.67,
CLUJ-NAPOCA, CJ, RO**

(72) Inventatori:

• **BECZE ANCA, BD.NICOLAE TITULESCU,
NR. 16, AP.35, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **ROMAN CECILIA-MARIA, PIAȚA
ABATOR, BL.B, AP.5, CLUJ-NAPOCA, CJ,
RO;**
• **BABALAU - FUSS LILIANA VANDA,
STR.MEHEDINȚI, NR.65-67, BL.C7, SC.2,
ET.1, AP.76, CLUJ-NAPOCA, CJ, RO;**
• **CERASEL VARATICEAN, STR.AVRAM
IANCU, NR.10, AP.11, TURDA, CJ, RO**

(54) **METODĂ DE EXTRAȚIE CU DIOXID DE CARBON
LA PRESIUNE ÎNALTĂ A MATERIALULUI VEGETAL
UTILIZÂND ETANOLUL CA ȘI COSOLVENT**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de extracție a materialului vegetal din deșeurile rezultate în urma lucrărilor viticole, utilizând dioxidul de carbon la presiune înaltă și etanolul ca și co-solvent, pentru a obține extracte de biomasă viticolă cu capacitate antioxidantă și conținut de resveratrol ridicat, într-un timp relativ scurt de numai 56 minute. Metoda conform invenției are 4 etape:

- 1) etapa de mărunțire constă în mărunțirea grosieră a biomasei cu un tocător cu cuțite,
- 2) etapa de omogenizare în care se realizează un amestec format din biomasa mărunțită și etanol în proporție de 1: 3,

3) etapa de extracție se realizează într-un extractor cu agitator care să reziste la presiuni înalte și care permite alimentarea cu CO₂ precum și controlul temperaturii, având ca parametri de extracție presiunea de 55,6 bar, temperatura de 43°C, timpul de extracție de 56 minute, viteza de rotație a agitatorului de 1000 rpm, și

4) etapa de colectare și depozitare în care supernatantul rezultat este colectat și poate fi depozitat în sticle de culoare închisă la o temperatură cuprinsă între 4...5°C.

Revendicări: 1
Figuri: 1



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MARCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2020 0698
Data depozit 04.11.2020

DESCRIERE TEHNICA

Prezenta invenție se referă la o **metoda de extracție cu dioxid de carbon la presiune înaltă a materialului vegetal utilizând etanolul ca și co-solvent** care asigură extracția superioară a compusilor biologic activi din biomasa reziduală.

Prezentarea stadiului tehnicii în momentul actual la nivel internațional.

Principiile economiei circulare se bazează pe utilizarea subproduselor dintr-o operațiune ca materii prime într-o alta. În acest context este esențială găsirea de noi metode pentru valorificarea superioară a deșeurilor rezultate în urma lucrărilor viticole.

Alegerea metodelor de extracție ale principiilor active este o etapă importantă, întrucât metode necorespunzătoare pot duce la deteriorarea principiilor active sau la randamente de extracție scăzute. Selecția unei metode se bazează pe diversitatea structurală a principiilor active dorite și pe proprietățile fizico-chimice ale acestora. Metodele tradiționale de extracție au fost clasificate în trei grupe: extracție lichid-lichid (ELL), extracție solid-lichid (ESL) și micro-extracție a fazei solide (MEFS), iar ca metode moderne, în literatură au fost descrise: extracția asistată de ultrasunete (UAE), extracția cu lichide sub presiune (PLE), extracția cu apă la presiune subcritică (SWE), extracția cu fluide supercritice (SFE) și extracția asistată de microunde (MAE). Metodele moderne de obicei oferă randamente mai mari de extracție în raport cu cele tradiționale, timp reduși de procesare, consum mic de solvenți și sunt ușor de transferat la nivel industrial (1,2).

Raportul dintre produsul vegetal uscat și solvențul de extracție este raportul dintre masa inițială de produs supus extracției și masa sau volumul solvențului. În funcție de procedura de extracție aleasă, acesta poate fi interpretat diferit. În cazul macerării, raportul produs vegetal : solvent este un factor decisiv pentru randamentul de extracție : cu cât cantitatea de solvent este mai mare, cu atât principiile active vor fi extrase mai complet. Fiind un parametru critic cu impact asupra calității extractului, raportul trebuie clar definit, de exemplu 1:5 sau 1:10. Percolarea are ca principiu expunerea unei cantități constante de produs vegetal uscat la o cantitate variabilă de solvent, proces ce continuă până la epuizarea produsului vegetal și transferul complet al principiilor active în eluent. Astfel, raportul produs vegetal:solvent poate fi diferit de la lot la lot, în anumite limite și depinde de caracteristicile produsului vegetal (conținut de principii active, pierdere prin uscare). Este exprimat ca raport masă/masă (m/m) sau m/V

(masă/volum) mediu, dintr-un interval definit, de exemplu 1 :12 (între 1 :10 și 1 :14). De asemenea, se poate exprima ca raport dintre masa produsului vegetal și a soluției extractive (3,4).

Productia de extracte utilizand CO₂ este cunoscuta in principiu. Astfel, DE 198 00 330 A1 dezvaluie producerea unui extract activ din punct de vedere farmaceutic din *Tanacetum parthenium*.

Patentul AU2002218242B2 „Metodă de producere a unui extract din materii vegetale de canabis, conținând un tetrahidrocanabinol și un extract de canabidiol și canabis” prezinta o metoda de extractie a canabinoizilor folosind extractia cu CO₂ supercritic.

Patentul EP1536810B1 se refera la extractia componentelor active farmaceutic din materialele vegetale si mai ales la prepararea unei substante medicamentoase botanice (BDS) pentru incorporarea intr-un medicament. In special, se refera la BDS care contine canabinoizi obtinuti prin extractie din canabis.

Prezentarea stadiului tehnicii in momentul actual la nivel national.

Migalatiev si colaboratorii au descris o metoda de „Valorificare a deseurilor de tomate prin metoda de CO₂-extracție care s-a axat pe obtinerea de extracte lipofile utilizand dioxid de carbon supercritic si dioxid de carbon și substante azeotrope (etanol) (5).

Pe baza informatiilor din literatura de specialitate detinute, in momentul actual exista referinte bibliografice privind metode pentru extractia materialului vegetal obtinut din lucrari viticole care utilizeaza CO₂ nivel de fluid supercritic dar nu CO₂ la presiune inalta.

Scopul inventiei: obținerea unor extracte din biomasa vitivinicola cu capacitate antioxidantă și conținut de resveratrol ridicate pentru a da valoare superioară adaugata acesteia. Pentru a obține un extract de înaltă calitate la nivel industrial este necesar un proces optim de extracție.

Probleme tehnice pe care prezenta inventie doreste sa le rezolve. Metoda de extractie cu dioxid de carbon la presiune inalta a materialului vegetal utilizand etanolul ca si cosolvent propusa spre brevetare rezolva urmatoarele probleme:

- Durata extractiei pentru materialului vegetal, prin reducerea duratei de extractie la 56 minute;
- Valorificarea superioara a materialului vegetal rezultat in urma lucrarilor viticole: prin aplicarea metodei se obtine extracte care au posibilitati de utilizare multiple;

- Costul echipamentului si costul de operare: metode propusa foloseste echipamente comune ceea se regaseste in scaderea semnificativa a costurilor, inclusiv de operare, datorita faptului ca extractia se face la presiunea din 55.6 bar si CO₂ nu este dus la nivel de lichid supercritic;
- Randamentul de extractie si stabilitatea extractelor: aplicarea metodei asigura cresterea randamentului de extractie si obtinerea de extracte stabile in timp ca rezultat al utilizarii etanolului ca si co-solvent.

Descriere si avantaje aduse prezenta inventie

Etapele metodei de extractie sunt (fig. 1): **Maruntire:** dupa colectarea materialului vegetal acesta poate fi maruntit grosier direct in vie si transport dupa in hala de productie; **Omogenizare:** amestecului de biomasa si etanol trebuie realizata cu echipamente adecvate pentru a se asigura ca amestecul nu se incalzeste si nu sufera nici o degradare din cauza caldurii. Un echipament cu cutite este recomandat care asigura o maruntire mai fina si un amestec omogen intre etanol si biomasa. **Extractie:** se realizeaza intr-un extractor cu agitator care rezista la presiuni inalte si permite alimentarea cu CO₂ precum si controlul temperaturii. Extractia se desfasoara la paramaterii bine definiti; **Centrifugare:** cu scopul separarii extractului de masa solida vegetala; **Colectare si depozitare:** extractul are o durata mare de valabilitate datorata continutului de etanol.

Mod de aplicare al inventiei

Etapele metodei de extractie sunt:

1. **Maruntire:** biomasa este maruntita grosier cu un tocator cu cutite;
2. **Omogenizare:** se realizeaza un amestec 1:3 biomasa maruntita:etanol
3. **Extractie:** parametrii sunt:
 - Presiune 55.6 bar;
 - Temperatura: 43°C;
 - Timp: 56 de minute
 - Viteza de rotatie agitator: 1000rpm
4. **Centrifugare:** 3500 rpm timp de 10 minute
5. **Colectare si depozitare:** Supernatantul rezultat este colectat si poate fi depozitat în sticle de culoare inchisa la 4-5 °C.

Avantajele aduse de prezenta inventie

- Durata de extractie scurta: 56 minute;

- Costul de operare scazut, datorita simplitatii metodei atat in etapa de preparare cat si in etapa de extractie si purificare extract, ceea ce reduce atata costul cu echipamentele cat si cu manopera.
- Posibilitatea extractiei atât a substanțelor polare, cât și a celor nepolare ca rezultat al alegerii etanolul drept co-solvent deoarece structura moleculara a acestuia face posibilă extractia atât a substanțelor polare, cât și a celor nepolare
- Calitatea/puritatea extractului obtinut deoarece etanolul este ușor de îndepărtat din extracte avand punctul de fierbere al etanolului este de 78.1 ° C în condiții atmosferice normale ceea ce-l face usor de indepartat la temperaturi relativ mici.

Bibliografie

1. Yahya NA, Attan N, Wahab RA. An overview of cosmeceutically relevant plant extracts and strategies for extraction of plant-based bioactive compounds. Food and Bioproduct Processing. 2018; 112:69-85.
2. Barba FJ, Zhu Z, Koubaa M, SantAna AS, Orlie O. Green alternative methods for the extraction of antioxidant bioactive compounds from winery wastes and by-products: a review. Trends in Food Science and Technology. 2016;49:96-109.
3. Belwal T, Ezzat SM, Rastrelli L, Bhatt ID, Daglia M, Baldi A et al. A critical analysis of extraction techniques used for botanicals: trends, priorities, industrial uses and optimization strategies. Trends in Analytical Chemistry. 2018; 100:82-102.
4. Gil-Chavez GJ, Villa JA, Ayala-Zavala F, Heredia JB, Sepulveda D, Yahia EM et al. Technologies for extraction and production of bioactive compounds to be used as nutraceuticals and food ingredients: an overview. Comprehensive reviews in Food Science and Food Safety. 2013;12:5-23.
5. ***,
https://utm.md/meridian/2014/MI_1_2014/17_Migalatiev_O_Valorificarea_deseurilor_d_e_tomate.pdf accesat in data de 2.11.2020.

1. REVENDICARI

Metoda de extractie cu dioxid de carbon la presiune inalta a materialului vegetal utilizand etanolul ca si cosolvent. **caracterizata prin aceea ca** utilizeaza dioxid de carbon la presiune inalta si etanolul ca si co-solvent pentru extractia materialului vegetal rezultat in urma lucrarilor viticole si consta din cinci (5) etape: (1) **Maruntire**, biomasa este maruntita grosier cu un toculator cu cutite; (2) **Omogenizare**, se realizeaza un amestec 1:3 biomasa maruntita:etanol; (3) **Extractie**, se realizeaza intr-un extractor cu agitator care rezista la presiuni inalte si permite alimentarea cu CO₂ precum si controlul temperaturii, avand ca parametrii de extractie presiunea 55.6 bar; temperatura: 43°C; timpul de extractie: 56 de minute; viteza de rotatie agitator: 1000 rpm; dupa care are loc o etapa (4) **Centrifugare**, la o viteza de 3500 rpm timp de 10 minute si in final etapa (5) **Colectare si depozitare**, supernatantul rezultat este colectat si poate fi depozitat in sticle de culoare inchisa la 4-5 °C.

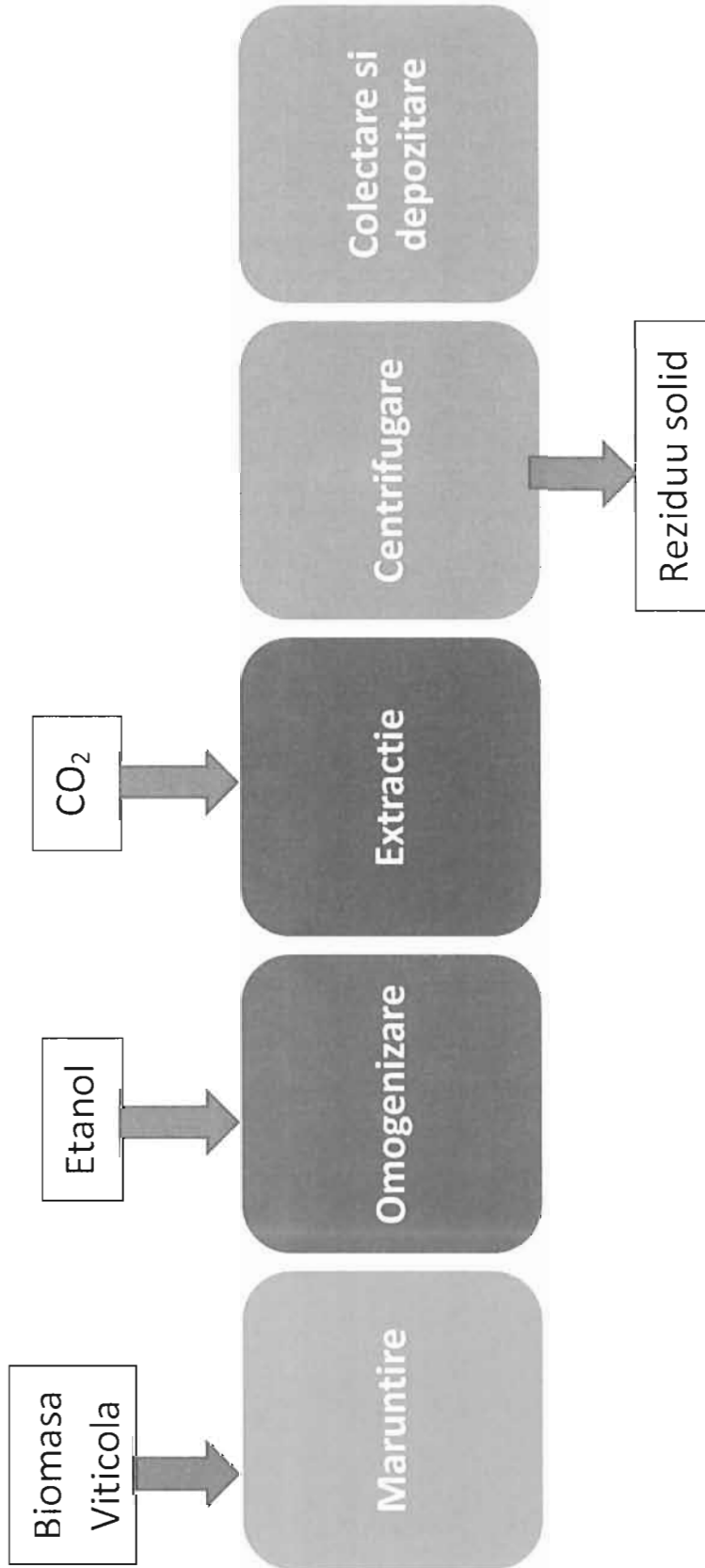


Figura 1 Schita metodei de extractie