



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2012 00405**

(22) Data de depozit: **08/06/2012**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28/02/2017** BOPI nr. **2/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/12/2013 BOPI nr. **12/2013**

(73) Titular:
• **SURAKI S.R.L., COMUNA RĂSUCENI, GR, RO**

(72) Inventatori:
• **RĂDULESCU GEORGETA**,
BD. 1 DECEMBRIE 1918 NR. 13, BL. 10,
AP. 36, SC. B, ET. II, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
• **ALBULESCU RADU NICOLAE AUREL**,
STR. ROȘIA MONTANĂ NR. 6, BL. 07,
SC. C, ET. 2, AP. 125, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• **LUPESCU IRINA**, STR. PREVEDERII
NR. 15 A, BL. C 1, SC. A, ET. 2, AP. 9,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• **SAVOIU VALERIA GABRIELA**,
STR. MOISE NICOARĂ NR. 41, BL. D3,
SC. C, ET. IV, AP. 113, SECTOR 3,
BUCUREȘTI, B, RO;
• **HLEVCA CRISTINA**, STR. LIZEANU
NR. 19, ET. II, AP. 4, SECTOR 2,
BUCUREȘTI, B, RO;

• **PĂTRUȚ ELENA**, STR. LUGOJANA
NR. 11, BL. 47, SC. 1, ET. III, AP. 17,
SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;
• **PAVALOIU RAMONA DANIELA**,
STR. BRAILITEI NR. 9, BL. D 9B, SC. 1,
PARTER, AP. 11, SECTOR 3, BUCUREȘTI,
B, RO;
• **NIȚĂ SULTANA**, STR. BĂRBAT VOIEVOD
NR. 21, SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO;
• **PARASCHIV ILEANA CĂTĂLINA**,
CALEA VICTORIEI NR. 155, BL. D 1, SC. 3,
ET. 10, AP. 101, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B,
RO;
• **VEZEANU ALIS MIHAELA**,
STR. ION LUCA CARAGIALE NR. 24,
ROȘIORI DE VEDE, TR, RO;
• **SURAKI DENIS**, ȘOS. PANDURI NR. 35,
BL. P1, SC. B, AP. 27, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**E. HERNANDEZ, "EMU OIL PROCESSING
AND PROPETIS, 1995; CN 102277228 A;
SERGIO ESCOBAR, "PROCESSING OF
THE FAT IN COMMERCIAL OIL OF
OSTRICH**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A ULEIULUI PURIFICAT DE
STRUȚ PENTRU UZ ALIMENTAR, COSMETIC ȘI
FARMACEUTIC**



1 Invenția descrie un procedeu de obținere a uleiului purificat de struț, destinat utilizării
în domeniul alimentar, cosmetic și farmaceutic.

3 Interesul pentru obținerea unor produse naturale cu conținut semnificativ de acizi
grași omega 3, omega 6 și omega 9 a crescut semnificativ în ultima decadă datorită eviden-
5 țierii de către comunitatea științifică medicală a efectelor benefice ale acestora asupra
organismului uman.

7 Printre sursele naturale de grăsimi bogate în acizii grași omega 3, 6 și 9, cunoscute
și utilizate în diverse domenii, putem enumera uleiul de in, uleiul de pește (în special somon)
9 și uleiurile de emu, struț etc.

Procedeele de obținere și purificare a grăsimilor cu conținut cât mai ridicat de acizi
11 grași omega 3, 6 și 9, publicate în literatura de specialitate sau brevetate, sunt adaptate la
natura materiei prime utilizate și, implicit, la natura și conținutul în impurități ale materialului
13 brut.

Obținerea uleiurilor din grăsimile animale comportă realizarea unei etape de pregătire
15 a materiei prime, constând în separarea țesuturilor grase, spălarea și tocarea fină până la
nivel de pastă. Această operație este prezentată în literatura de specialitate în mod constant,
17 fără modificări semnificative.

Extracția uleiurilor din grăsimile de origine animală este realizată prin metode fizice
19 sau chimice cum ar fi:

- extracția cu fluide supercritice, respectiv cu CO₂, la o temperatură de 45...55°C și
21 o presiune de 20...25 mPa (Longhu Wang, Genchun Chen, Xuesong Liu, Yong Chen,
Yinchi Jin, "**Method for preparing ostrich oil**", CN 101649249 (A)/17.02.2010);

23 - extracție cu solvenți de tipul eter etilic sau eter de petrol (Jianxi Fu, Fangping Shi,
Qingqi Ma, "**Method for extracting ostrich oil and separating oil and grease**",
25 CN 101524098 (A)/09.09.2009; Genchun Chen, Yong Chen, Xuesong Liu, Feng Wang,
Longhu Wang. "**Method for extracting ostrich oil by petroleum ether solvent**",
27 CN 101824362 (A)/08.08.2010), la temperatura de reflux, timp de 2...3 h;

- extracție cu abur (Konishi Itsuro, "**Method for separating, extracting and
29 purifying ostrich oil from ostrich**", JP 2005146236 (A)/09.06.2005).

Procedeele de purificare aplicate și prezentate în literatura de specialitate sunt, în
31 general, combinații de operații cunoscute și utilizate pentru îndepărtarea unor contaminanți
de genul proteinelor, acizilor grași liberi, fosfolipidelor, a pigmentilor, eventual a metalelor
33 extrase, și a compușilor de oxidare conținuți în extractele brute. În principiu, în toate cazurile
se efectuează operația de deproteinizare, operația de desaponificare, operația de decolorare
35 și de dezodorizare. Metodele aplicate pentru realizarea acestor deziderate constau în
utilizarea unor materiale absorbante, cum ar fi: argila activată (Konishi Itsuro, "**Method for
37 separating, extracting and purifying ostrich oil from ostrich**", JP 2005146236
(A)/09.06.2005; Nock Anthony, "**Process for refining glyceride oil**", WO 9425551
39 (A1)/10.11.1994), silicatul de sodiu (Hernandez Ernesto, Rathbone Steve, "**Refining of
glyceride oils by treatment with silicate solutions and filtration**", WO 0068347
41 (A1)/16.11.2000), pământuri decolorante sau tip Fuller (Hernandez Ernesto, "**Sequential
crystallization and adsorptive refining of triglyceride oils**", WO 2004018597
43 (A1)/04.03.2004).

Condițiile de operare, ordinea aplicării, precum și modalitățile de combinare a opera-
45 țiilor din cadrul etapei de purificare au generat o serie de modele tehnologice proprii echi-
pelor de cercetători implicați în rezolvarea cât mai eficientă, mai rapidă și mai economică a
47 acestei probleme.

O variantă inedită de realizare a purificării uleiului brut prevede aplicarea unei operații de winterizare, care constă în răcirea treptată a materialului lipidic din care se separă cristale de gliceride cu conținut mai bogat în acizi grași saturați și care, în procesul de cristalizare lentă, înglobează și compușii nedoriți, prezenți în uleiul brut. Autorii brevetului care menționează acest tip de operație ca procedeu de purificare afirmă că îndepărtarea prin filtrare a acestui depozit cristalin realizează o purificare mai avansată a uleiului brut (**Hernandez Ernesto, "Sequential crystallization and adsorptive refining of triglyceride oils", WO 2004018597 (A1)/04.03.2004**).

De asemenea, tot în literatura de specialitate (**E. Hernandez, "Emu Oil Processing and Properties", 1995**), este prezentat un procedeu generalizat, care este personalizat în funcție de nevoile producătorului, de obținere a uleiului de emu, utilizabil în industria alimentară, farmaceutică sau cosmetică. Procedul de obținere a uleiului de emu trebuie să conțină următoarele faze: 1) spălarea grăsimii cu apă la temperatura de 48...60°C, 2) spargerea celulelor de grăsime sub vacuum, la o temperatură de 80...120°C, 3) separarea grăsimii de partea solidă prin filtrare, centrifugare sau presare, 4) spălarea grăsimii, care are loc în scopul coagulării și separării componentelor proteice, operație care decurge, în mod obișnuit, la o temperatură de 100°C, prin simpla spălare cu abur sau prin spălare cu acid citric sau cu fosfat trisodic, 5) uscarea grăsimii prin încălzirea rapidă la 120°C și introducerea într-un reactor de unde este extrasă apa sub formă de vaporii și separat uleiul uscat, operație ce poate decurge și la temperatură mică dacă se utilizează vacuumul. Uleiul astfel obținut este rafinat apoi prin următoarele operații: 1) neutralizarea cu soluție caustică 10...15%, adăugată în exces pentru completa neutralizare și centrifugare pentru separare, 2) albirea cu ajutorul argilei acide, 3) dezodorizarea cu ajutorul aburului la 176...232°C, în vacuum de 2...4 mmHg, introdus în contracurent cu uleiul încălzit, 4) winterizarea și 5) randomizarea. În documentul **CN 102277228 A**, este prezentată o metodă de obținerea uleiului de struț rafinat. Metoda constă în obținerea țesutului gras de struț, mărunțirea materiei prime, introducerea într-un dispozitiv de extracție, adăugarea apei, presarea pentru extragere și filtrarea pentru separarea uleiului crud, încălzirea uleiului crud, adăugarea de soluție diluată alcalină, agitare, separarea prin sedimentare și colectarea fazei uleioase, deshidratarea prin centrifugare, după încălzirea fazei uleioase, colectarea fazei superioare de ulei limpede și uscarea în vacuum, pentru îndepărtarea apei și obținerea uleiului rafinat. În articolul lui **Sergio Escobar, "Processing of the Fat in Commercial Oil of Ostrich"**, este trecută în revistă modalitatea de procesare a cârnii de struț, fazele acestei procesări și proprietățile pe care le prezintă uleiul de struț obținut.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este eficientizarea operațiilor de purificare prin reducerea pierderilor de material util și prevenirea degradărilor posibile pe parcursul etapei de purificare.

Procedul de obținere a uleiului purificat de struț, pentru uz alimentar, cosmetic și farmaceutic, prin extracția de ulei din materia primă, urmată de purificare, desaponificare, decolorare, dezodorizare și uscare, winterizare, conform invenției, constă în extragerea uleiului din grăsimea animală pregătită sub formă de pastă la temperatura de 72...90°C, cu abur la o presiune de 21 psi, timp de 30 min, după care se separă faza lipidică, care se tratează de două ori, de fiecare dată cu o soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, după care, peste extractul spălat, se adaugă o soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic și o soluție de hidroxid de sodiu 10...15%, în raport de 1...3% față de volumul de material lipidic, în funcție

de valoarea acidității libere determinate, după care se separă prin sifonare fracția lipidică de masa de săpun compactată prin centrifugare la 6000...9000 rot/min, timp de 30 de min, materialul lipidic desaponificat fiind în continuare tratat inițial cu 1...3% bentonită activată acid, apoi cu 1...2% cărbune activ, la o temperatură de 60...80°C, timp de 30 min, după care se menține sub agitare energetică la o presiune de 1...2 mbar, la o temperatură de 160...200°C, timp de 30...60 min, materialul lipidic rezultat fiind descărcat în vase opace, închise etanș, care se mențin la o temperatură de 20...25°C, timp de 24...48 h, apoi se răcesc la 15°C și se mențin timp de 2...4 h, după care se centrifughează la minimum 8000 rot/min, timp de 15...20 min, din care se obțin două fracții lipidice, cu un randament de recuperare a materialului lipidic din țesuturile de struț de 87%.

Avantajele invenției prezentate constau în faptul că, prin utilizarea soluției de clorură de sodiu în etapele de purificare primară și de desaponificare, se scurtează timpul necesar separării fazelor prin dezemulsionarea uleiului supus spălării, respectiv prin compactarea fulgilor de săpun rezultați la tratarea cu hidroxid de sodiu, și se realizează o separare mai netă a fazelor, ceea ce permite o reducere a pierderilor de material lipidic util.

Un alt avantaj pe care îl prezintă procedeul prezentat constă în aceea că utilizarea combinației de cărbune activ cu bentonita activată acid permite purificarea și valorificarea superioară a materialelor lipidice, al căror indice de peroxid inițial (valori peste 10...15) ar conduce la declasificarea lor.

Un alt avantaj pe care îl prezintă procedeul prezentat constă în faptul că aplicarea operației de winterizare la finalul procesului conduce la obținerea unui produs care poate fi valorificat în industria cosmetică și chiar și cea farmaceutică, spre deosebire de exemplele prezentate în literatura de specialitate, unde această fracție este separată din produsul parțial purificat și este considerată un deșeu.

Obiectul prezentei invenții constă în realizarea unui procedeu de obținere a uleiului de struț purificat pentru uz alimentar, cosmetic și farmaceutic, constând într-o succesiune de etape cuprinzând operații efectuate în condiții specifice stabilite prin studii proprii.

Un alt obiectiv dependent de obiectivul principal a constat în eficientizarea operațiilor de purificare, prin reducerea pierderilor de material util, obiectiv atins prin efectuarea operațiilor de deproteinizare, precum și de desaponificare, în prezență de clorură de sodiu în concentrație de 10...25%.

Utilizarea clorurii de sodiu permite coagularea proteinelor degradate în timpul etapei de extracție a grăsimilor din osânza de struț, facilitând decantarea și separarea acestora din materialul lipidic, mărește densitatea stratului apos, fapt care facilitează separarea mai rapidă a apei de stratul lipidic, și conduce la dezemulsionarea amestecului de apă și grăsimi. Scurtarea semnificativă a duratei procesului de decantare reduce riscul apariției produșilor de hidroliză a grăsimilor, precum și riscul apariției produșilor de oxidare a acestora.

Utilizarea clorurii de sodiu din cadrul etapei de desaponificare conduce la reducerea riscului de reținere a săpunurilor în fracția lipidică, datorită efectului de spargere a emulsiei formate și a efectului de compactare a săpunului, facilitând separarea eficientă a acestuia.

Obiectivul de a realiza o îndepărtare cât mai completă a impurităților de tipul pigmenților și a materiilor degradate prin oxidare, precum și a eventualelor urme de săpun rămase după operația de desaponificare, a fost realizat prin utilizarea unei combinații de materiale absorbante, cum ar fi cărbunele activ, în raport de 1...2% față de materialul lipidic de purificat, și bentonita activată acid (printr-o metodă proprie), în raport de 1...3% față de materialul lipidic, în funcție de gradul de încărcare și conținutul de materiale nedorite al materialului lipidic, respectiv de culoarea și de indicele lui de peroxid.

Materialele absorbante cunoscute ca eficiente în realizarea decolorării materialelor conținând pigmenți naturali nu au oferit rezultatele scontate, conducând, în cele mai multe cazuri, la creșterea indicelui de peroxid al materialului tratat. Combinarea acestora, mai exact a bentonitei acide cu cărbune activ, a permis obținerea de ulei de struț incolor sau slab gălbui, reducerea indicelui de aciditate și în special a indicelui de peroxid cu 2 până la 7 unități.	1 3 5
Obiectivul realizării unui randament de valorificare cât mai ridicat, respectiv peste 85%, al grăsimii de struț, care prezintă circa 30% gliceride, cu conținut relativ ridicat de acizi grași saturați (susceptibili de a cristaliza în timp la temperaturi sub 25°C) a fost îndeplinit prin aplicarea operației de winterizare la finalul procesului, după efectuarea etapelor de purificare și uscare. S-a obținut astfel o fracție semisolidă, cu un conținut mai scăzut (sub 1%) de acizi grași omega 3, 6 și 9, dar utilizabili cu succes la realizarea de produse cosmetice.	7 9 11
În continuare, se dă un exemplu de realizare a procedurii de obținere a uleiului purificat de struț, în vederea realizării de produse de uz alimentar, cosmetic și farmaceutic, constând într-o succesiune de 7 etape tehnologice, după cum urmează:	13 15
Etapa 1: Pregătirea materiei prime - constă în spălarea grăsimii animale, cântărirea și tocarea foarte fină, până la obținerea unei paste.	17
Etapa 2: Extracția uleiului - constă în introducerea pastei în vasul de extracție, introducerea de abur sub presiune (21 psi), menținerea la temperatura de 75...90°C timp de 30 min, după care materialul se descarcă într-un vas decantor cu fund conic, prevăzut cu robinet de evacuare.	19 21
Etapa 3: Purificarea primară - constă în evacuarea fazei inferioare apoase separate și a eventualelor resturi de țesut neextras, și tratarea fazei lipidice de 2 ori cu soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, urmată de agitare și descărcarea fazei apoase după circa 10...15 min, când se realizează separarea fazelor.	23 25
Etapa 4: Desaponificarea - se realizează în același vas decantor în care se adaugă soluția de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, și soluție de hidroxid de sodiu 10...15%, în raport de 1...3% față de volumul de material lipidic (în funcție de valoarea acidității libere determinate). Materialul este agitat pentru omogenizare, iar după circa 10...15 min, când se realizează separarea fazelor, se descarcă faza apoasă. Compactarea masei de săpun format este realizată prin centrifugare la 6000...9000 rot/min, timp de 30 min, după care se poate separa fracția lipidică prin sifonare, în condiții de siguranță.	27 29 31 33
Etapa 5: Decolorarea - materialul lipidic desaponificat se introduce într-un vas prevăzut cu sistem de agitare și încălzire, se încălzește la 60...80°C și se tratează cu bentonită activată acid, în raport de 1...3% față de materialul lipidic, în funcție de gradul de încărcare și conținutul de materiale nedorite al materialului lipidic, respectiv de culoarea și de indicele lui de peroxid. Materialul se menține sub agitare la temperatura de 60...80°C, timp de 30 min, după care se adaugă cărbune activ, în raport de 1...2% față de materialul lipidic de purificat și se menține încă 30 min în aceleași condiții, după care uleiul purificat se separă prin filtrare.	35 37 39 41
Etapa 6: Dezodorizarea și uscarea - se realizează concomitent, într-un sistem etanș, la presiune scăzută (1...2 mbar), la temperatura de 160...200°C, sub agitare energetică, timp de 30...60 min.	43 45
Etapa 7: Winterizarea - materialul lipidic purificat este descărcat în vase opace, închise etanș, care se mențin la 20...25°C timp de 24...48 h, apoi se răcesc la 15°C și se mențin timp de 2...4 h, apoi se centrifughează la minimum 8000 rot/min, timp de 15...20 min.	47

RO 129095 B1

1 Prin aplicarea procedeului prezentat se obține o fracție lipidică lichidă, limpede,
incoloră sau slab gălbuie, cu o densitate la 20°C de 0,87...0,92 g/cm³, cu indice de peroxid
3 de maximum 5, indice de aciditate de maximum 0,15 mg KOH/1 g, indice de saponificare
cuprins între 195...200 mg KOH/g, indice de iod de circa 77 gI/100g, apă și substanțe volatile
5 maximum 0,1%, caracteristici fizico-chimice care îl recomandă pentru utilizare în producerea
de medicamente, produse cosmetice sau suplimente alimentare, și o fracție semisolidă,
7 omogenă, onctuoasă, cu o densitate la 40°C de 0,87...0,93 g/cm³, cu indice de peroxid de
maximum 5, indice de aciditate de maximum 0,15 mg KOH/1 g, indice de saponificare
9 cuprins între 195...204 mg KOH/g, indice de iod de circa 72 gI/100 g, apă și substanțe
volatile maximum 0,15%, caracteristici fizico-chimice corespunzătoare pentru utilizare la
11 fabricarea de produse cosmetice sau ca excipient în industria de medicamente.

Procedeu de obținere a uleiului purificat de struț, pentru uz alimentar, cosmetic și farmaceutic, prin extracția de ulei din materia primă, urmată de purificare, desaponificare, decolorare, dezodorizare și uscare, winterizare, **caracterizat prin aceea că** uleiul se extrage din grăsimea animală pregătită sub formă de pastă la temperatură de 72...90°C, cu abur la o presiune de 21 psi, timp de 30 min, după care se separă faza lipidică care se tratează de două ori, de fiecare dată cu o soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic, după care peste extractul spălat, se adaugă o soluție de clorură de sodiu 10...25%, încălzită la o temperatură de 60...70°C, în raport de 50% față de volumul de material lipidic și o soluție de hidroxid de sodiu 10...15%, în raport de 1...3% față de volumul de material lipidic, în funcție de valoarea acidității libere determinate, după care se separă prin sifonare fracția lipidică de masa de săpun compactată prin centrifugare la 6000...9000 rot/min, timp de 30 de min, materialul lipidic desaponificat fiind în continuare tratat inițial cu 1...3% bentonită activată acid, apoi cu 1...2% cărbune activ, la o temperatură de 60...80°C, timp de 30 min, după care se menține sub agitare energetică la o presiune de 1...2 mbar, la o temperatură de 160...200°C, timp de 30...60 min, materialul lipidic rezultat fiind descărcat în vase opace, închise etanș, care se mențin la o temperatură de 20...25°C, timp de 24...48 h, apoi se răcesc la 15°C și se mențin timp de 2...4 h, după care se centrifughează la minimum 8000 rot/min timp de 15...20 min, din care se obțin două fracții lipidice, cu un randament de recuperare a materilului lipidic din țesuturile de struț de 87%.

