



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00280**

(22) Data de depozit: **31.03.2009**

(41) Data publicării cererii:
29.01.2010 BOPI nr. 1/2010

(71) Solicitant:
• **PĂTRAȘCU MARIANA**,
STR. GĂRII DE NORD, NR. 2, BL. C, SC. 3,
AP. 81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA SYLVIU AMUNDALA**
RENAUD, BD NICOLAE TITULESCU,
NR. 94, BL. 14 A, SC. 4, AP. 171,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• **PĂTRAȘCU MARIANA**,
STR. GĂRII DE NORD, NR. 2, BL. C, SC. 3,
AP. 81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA SYLVIU AMUNDALA**
RENAUD, BD NICOLAE TITULESCU,
NR. 94, BL. 14 A, SC. 4, AP. 171,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO

(54) **OBȚINEREA ULEIURILOR ESENȚIALE DIN PETALE DE
TRANDAFIR PRIN EXTRAȚIE ÎN CÂMP DE MICROUND**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui ulei esențial din petale de trandafir. Procedeul conform invenției constă din extracția, în câmp de microunde, a materialului biologic constând din petale de trandafiri proaspete, într-un solvent organic polar, ales dintre metanol, etanol, acid acetic, sau solvent organic nepolar, ales dintre hexan, diclormetan, benzen și acetonă, la o temperatură de 50...70°C, timp de 30...40 s, la o putere maximă de microunde de 500 W

și la o frecvență de 2450 MHz, după care produsul de reacție se răcește controlat până la temperatura de 15...20°C, încălzirea și răcirea fiind repetate de 3 ori, pentru definitivarea extracției, după care se separă uleiul de solvent, prin distilare, și se purifică, rezultând un conținut de ulei de maximum 0,03...0,04%.

Revendicări: 7

Obtinerea uleiurilor esentiale din petale de trandafir prin extractie in camp de microunde

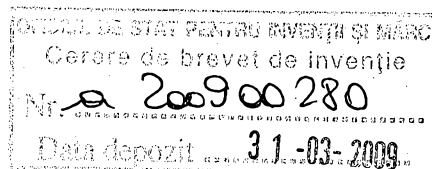
Descrierea brevetului

Prezenta inventie se refera la obtinerea uleiurilor esentiale din petale de trandafir prin extractie in camp de microunde prin expunerea la radiatii electromagnetice si radiatii ionizante, instalatia de obtinere a acestuia, precum si tehnologia de obtinere a acestuia.

Sunt cunoscute mai multe metode de fabricare a uleiurilor esentiale din material biologic, printr-o varietate de mecanisme si configuratii de echipamente [1, 3, 4, 5]. Aceste metode au o serie de dezavantaje, cum sunt:

- timp de extractie foarte lung;
- timpi de operare aditionali pana la atingerea parametrilor de lucru;
- utilizarea unor surse poluante de initiere a caldurii necesare atingerii parametrilor operationali;
- etape suplimentare de separare si purificare;
- obtinerea unui produs cu calitati inferioare din punct de vedere al compozitiei de substante biologic active;
- impunerea unor conditii de operare restrictive din punct de vedere al temperaturii si presiunii;
- spatiu de productie mare;
- numar mare de personal calificat pentru supravegherea procesului;
- necesitatea introducerii unor operatii finale de stabilizare si pregatirea acestora pentru stocare.[7]

Inventia de fata se refera o metoda de obtinere a uleiurilor esentiale din petale de trandafir prin extractie in camp de microunde, printr-un proces discontinuu de extractie in solvent polar sau nepolar. Metoda de fata cuprinde expunerea in camp de microunde a materiei celulare cu sistem granular ce contine componente oleaginoase si volatile, si extractia acestuia in solventi organici polari sau nepolari. Utilajul in care are loc aceasta extractie este alcatuit dintr-un aplicator de microunde, un vas de extractie prevazut cu agitator mecanic, condensator de reflux, sonda de temperatura, manometru de masurare a presiunii, colector solvent, colector material biologic extras.



Procedeul de extracție și tehnologia conform prezentei invenții înlătură dezavantajele metodelor clasice existente și prezintă următoarele avantaje:

- metoda de extracție și tehnologie nepoluantă;
- metoda rapidă de extracție;
- încălzirea rapidă până la temperatura de operare;
- timpi tehnologici scăzuți de pregătire a instalației;
- controlul rapid și viteză mare a procesului;
- distribuția uniformă a căldurii, fără pierderi de căldură (prin inversarea gradientului de temperatură);
- design modular flexibil;
- reducerea spațiului de lucru;
- ușurința automatizării procesului;
- concept inteligent de service și întreținere;
- se obține un produs bogat în material biologic activ;
- se obține un produs de puritate ridicată;
- proprietăți fizico – chimice controlabile și reproductibile ale produsului final.[6, 8, 9, 10]

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, constă în realizarea unei instalații moderne și performante de extracție și de obținere a uleiurilor esențiale din petale de trandafir bogate în componente biologice active, peste 300, cum ar fi : α – citronelol, fenil atanol, geraniol, nerol, farnesol și stearpoten, linalool, nonanol, fenil acetaldhidă, citral, carvona, acetat de citronelil, 2 – fenil mentil acetat, metil eugenol, prin metode neconvenționale de extracție în câmp de microunde.[11, 12]

Vasul de extracție constă dintr-un reactor chimic cu microunde echipat cu sistem de agitare tip ancoră, condensator de reflux, sistem de introducere a gazului inert, serpentina de răcire, termocuplu, sonda pentru măsurarea presiunii, conector de vid, sursa de inițiere cu radiații ionizante (fascicul de electroni, raze γ , raze X, particule α) și/sau radiații electromagnetice (ultrasunete, microunde), sistem de răcire – recirculare a apei din serpentina de răcire și din condensatorul de reflux, sistem de alimentare a solventului și materialului biologic .

Exemple de solvenți organici polari : etanol, metanol, iso – propanol, n – butanol, acid acetic, n – propanol și solvenți organici nepolari “transparenti la

microunde" :hexan, diclormetan, CO₂ lichid, cloroform, CCl₄, clorbenzen, benzen, toluen, xilen, dimetil sulf oxid, tetrahidrofuran, acetona.

In urmatoarul tabel sunt prezentate constantele fizice ale catorva solventi polari si solventi nepolari "transparenti la microunde" asa cum au fost denumiti anterior sunt acei compusi chimici, cu constante dielectrice mici comparativ cu cea a apei ($\epsilon = 80,4$), utilizati cel mai des in extractia din compusi biologic activi :[13]

Tabel 1

Solvent	Formula chimica	Punct de fierbere	Constanta dielectrica	Densitate (g/cm ³)
Solventi nepolari				
Hexan	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₃	69 °C	2.0	0.655
Benzen	C ₆ H ₆	80 °C	2.3	0.879
Toluen	C ₆ H ₅ -CH ₃	111 °C	2.4	0.867
Dietyl eter	CH ₃ CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₃	35 °C	4.3	0.713
Cloroform	CHCl ₃	61 °C	4.8	1.498
Etil acetat	CH ₃ -C(=O)-O-CH ₂ -CH ₃	77 °C	6.0	0.894
Solventi polari aprotici				
1,4-Dioxan	(-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-)	101 °C	2.3	1.033
Tetrahidrofuran (THF)	(-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -)	66 °C	7.5	0.886
Diclorometan (DCM)	CH ₂ Cl ₂	40 °C	9.1	1.326
Acetona	CH ₃ -C(=O)-CH ₃	56 °C	21	0.786
Acetonitril (MeCN)	CH ₃ -C≡N	82 °C	37	0.786
Dimetilformamida (DMF)	H-C(=O)N(CH ₃) ₂	153 °C	38	0.944
Dimetil sulfoxid (DMSO)	CH ₃ -S(=O)-CH ₃	189 °C	47	1.092
Solventi polari protici				
acid acetic	CH ₃ -C(=O)OH	118 °C	6.2	1.049
n-Butanol	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -OH	118 °C	18	0.810
Isopropanol (IPA)	CH ₃ -CH(OH)-CH ₃	82 °C	18	0.785
n-Propanol	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -OH	97 °C	20	0.803
Etanol	CH ₃ -CH ₂ -OH	79 °C	30	0.789
Metanol	CH ₃ -OH	65 °C	33	0.791
Acid formic	H-C(=O)OH	100 °C	58	1.21
Apa	H-O-H	100 °C	80	1.000

In reactorul chimic cu microunde se introduc materialul biologic si solventul, care se incalzesc timp de cateva minute la reflux, se raceste la temperatura camerei, dupa care se reincalzeste din nou in conditiile descrise mai sus. Aceasta etapa se repeta de 3 ori, pentru a definitiva extractia. Dupa ce a fost incheiata etapa de extractie, se filtreaza materialul biologic de solvent, se separa componenta uleioasa de solvent prin distilare, solventul se recupereaza iar materialul oleaginos se purifica prin centrifugare.

Se dau in continuare citeva exemple de aplicare a prezentei inventii.

Exemplul I

Intr-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR prevazut cu agitare mecanica, sistem automat de control al presiunii si temperaturii, se introduc solventul si anume 175 ml n – hexan si materialul biologic – 30 g petale de trandafir proaspete, astfel :

- dupa alimentarea reactorului se pornesc treptat sursele de microunde, si se ridica temperatura mediului de extractie pana la valoarea de $68^{\circ} - 69^{\circ}\text{C}$ timp de 30 secunde la o putere maxima de microunde de 500 W si o frecventa de 2450 MHz, prin refluxarea continua a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. Dupa acest timp incepe etapa de racire controlata a produsului de reactie pana la temperatura de $15^{\circ} - 20^{\circ}\text{C}$. Aceste operatii se repeta de 3 ori, cu incalziri si raciri succesive, pana cand este extrasa complet componenta oleaginoasa din materialul biologic. Se filtreaza solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separa solventul de componenta oleaginoasa prin distilare, dupa care se purifica uleiul prin centrifugare.

Continutul in ulei al petalelor de trandafir proaspete este de 0,02 – 0,05%, prin aceasta metoda se recupereaza un procent de 0,03 – 0,04%.

Exemplul II

Intr-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR prevazut cu agitare mecanica, sistem automat de control al presiunii si temperaturii, se introduc solventul si anume 190 ml cloroform si materialul biologic – 30 g petale de trandafir proaspete, astfel :

- dupa alimentarea reactorului se pornesc treptat sursele de microunde, si se ridica temperatura mediului de extractie pana la valoarea de $58^{\circ} - 60^{\circ}\text{C}$ timp

de 35 secunde la o putere maxima de microunde de 500 W si o frecventa de 2450 MHz, prin refluxarea continua a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. Dupa acest timp incepe etapa de racire controlata a produsului de reactie pana la temperatura de $15^{\circ} - 20^{\circ}\text{C}$. Aceste operatii se repeta de 3 ori, cu incalziri si raciri succesive, pana cand este extrasa complet componenta oleaginoasa din materialul biologic. Se filtreaza solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separa solventul de componenta oleaginoasa prin distilare, dupa care se purifica uleiul prin centrifugare.

Continutul in ulei al petalelor de trandafiri proaspete este de 0,02 – 0,05%, prin aceasta metoda se recupereaza un procent de 0,02 – 0,03%.

Exemplul III

Intr-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR prevazut cu agitare mecanica, sistem automat de control al presiunii si temperaturii, se introduc solventul si anume 250 ml apa distilata si materialul biologic – 30 g petale de trandafir proaspete, astfel :

- dupa alimentarea reactorului se pornesc treptat sursele de microunde, si se ridica temperatura mediului de extractie pana la valoarea de $96^{\circ} - 98^{\circ}\text{C}$ timp de 60 secunde la o putere maxima de microunde de 800 W si o frecventa de 2450 MHz, prin refluxarea continua a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. Dupa acest timp incepe etapa de racire controlata a produsului de reactie pana la temperatura de $15^{\circ} - 20^{\circ}\text{C}$. Aceste operatii se repeta de 3 ori, cu incalziri si raciri succesive, pana cand este extrasa complet componenta oleaginoasa din materialul biologic. Se filtreaza solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separa solventul de componenta oleaginoasa prin distilare, dupa care se purifica uleiul prin centrifugare.

Continutul in ulei al petalelor de trandafir proaspete este de 0,02 – 0,05%, prin aceasta metoda se recupereaza un procent de 0,03 – 0,04%.

Exemplul IV

Intr-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR prevazut cu agitare mecanica, sistem automat de control al presiunii si temperaturii, se introduc solventul si anume 250 ml apa distilata : etanol in raport de 1:1 si materialul biologic – 30 g petale de trandafir proaspete, astfel :

- dupa alimentarea reactorului se pornesc treptat sursele de microunde, si se ridica temperatura mediului de extractie pana la valoarea de $76^{\circ} - 78^{\circ}\text{C}$ timp de 60 secunde la o putere maxima de microunde de 800 W si o frecventa de 2450 MHz, prin refluxarea continua a solventului din sistem prin condensatorul de reflux. Dupa acest timp incepe etapa de racire controlata a produsului de reactie pana la temperatura de $15^{\circ} - 20^{\circ}\text{C}$. Aceste operatii se repeta de 3 ori, cu incalziri si raciri succesive, pana cand este extrasa complet componenta oleaginoasa din materialul biologic. Se filtreaza solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separa solventul de componenta oleaginoasa prin distilare, dupa care se purifica uleiul prin centrifugare.

Continutul in ulei al petalelor de trandafir proaspete este de 0,02 – 0,05%, prin aceasta metoda se recupereaza un procent de 0,03 – 0,05%.

Referinte bibliografice

- [1] EP 1955749A1 – Microwave hydrodiffusion for isolation of natural products;
- [2] JP2004043308 - THERAPEUTIC AGENT FOR ATOPIC DERMATITIS COMPRISING COMPONENT EXTRACTED FROM ROSE PETAL AS ACTIVE INGREDIENT;
- [3] US 5002784 - Microwave-assisted natural products extraction ;
- [4] US 5338557 - Microwave extraction of volatile oils;
- [5] EP 0485668A1 - Microwave extraction of volatile oils and apparatus therefor;
- [6] US 5458897 - Microwave-assisted extraction from materials containing organic matter;
- [7] US20040187340 - Solvent-free microwave extraction of volatile natural substances;
- [8] WO/1999/056642A1 - MICROWAVE APPLICATOR ;
- [9] US 20040251253 - Device for solvent extraction in a microwave field ;
- [10] US 7001629 - Method and plant for solvent-free microwave extraction of natural products;
- [11] US20050203305 - Oil extraction system ;
- [12] US20060041154 - Oil extraction method ;

Revendicari

1. Metoda de extractie al uleiului din petale de trandafir printr-un procedeu multimod discontinuu tip "open vessel" in camp de microunde, caracterizat prin aceea ca solventii nepolari utilizati pot fi oricare dintre: hexan, diclormetan, CO₂ lichid, cloroform, CCl₄, clorbenzen, benzen, toluen, xilen, dimetil sulf oxid, tetrahidrofuran, acetone si cei polari utilizati pot fi oricare dintre : etanol, metanol, iso – propanol, n – butanol, acid acetic, n – propanol . Temperatura de extractie este cuprinsa intre 40 – 115 °C, la o putere maxima a campului de microunde cuprinsa intre 500 W – 1,4 KW, la 2450 MHz timp de 30 secunde – 30 min.

2. Metoda de extractie al uleiului din petale de trandafir printr-un procedeu multimod discontinuu tip "open vessel" in camp de microunde, la presiune normala, vid sau atmosfera inerta, conform revendicarii 1, caracterizat prin aceea ca solventii utilizati pot fi oricare dintre: hexan, diclormetan, CO₂ lichid, cloroform, CCl₄, clorbenzen, benzen, toluen, xilen, dimetil sulf oxid, tetrahidrofuran, acetone si solventi polari, oricare ar fi dintre : etanol, metanol, iso – propanol, n – butanol, acid acetic, n – propanol. Temperatura de extractie este cuprinsa intre 40 – 115 °C, la o putere maxima a campului de microunde cuprinsa intre 500 W – 1,4 KW, la 2450 MHz timp de 30 secunde – 30 min.

3. Instalatia pentru extractia uleiurilor si altor componente din material biologic, conform revendicarii 1.

4. Metoda definite ca in revendicarile anterioare, ce cuprinde etape aditionale de recuperare a extractantului, ce contine extract de uleiuri volatile ce creste concentratia de ulei extras in extractant.

5. Utilizarea surselor de microunde de 2450 MHz si putere de 0,5-1,4 KW pentru realizarea temperaturii si conditiilor optime necesare extractiei, conform revendicarii 1.

6. Utilizarea altor surse de initiere a procesului de extractie, conform revendicarii 1, din gama radiatiilor electromagnetice si radiatii ionizante : ultrasunete, raze γ .

7. Reciclarea materialului biologic din care s-a realizat extractia in alte produse cum ar fi obtinerea de pelete utilizate ca si combustibil ecologic.