



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2009 00279**

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

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.09.2013** BOPI nr. **9/2013**

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

(73) Titular:
• **PĂTRAȘCU MARIANA**,
STR.GĂRII DE NORD NR.2, BL.C, SC.3,
AP.81, SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• **KUMBAKISAKA AMUNDALA-
SYLVIU-RENAUD**,
ȘOS.NICOLAE TITULESCU NR.94,
BL.14-14 A, SC.4, ET.9, 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
AMUNDALA-SYLVIU-RENAUD**,
ȘOS.NICOLAE TITULESCU NR.94,
BL.14-14 A, SC.4, ET.9, AP.171, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**EP 1955749 B1; EP 0398798 B1;
KR 20060110018**

(54) **PROCEDEU DE EXTRAȚIE A ULEIULUI DIN SEMINȚE DE
STRUGURI**



RO 125165 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a uleiului ecologic din semințe de struguri
prin extracție în câmp de microunde, având utilizări în industria cosmetică și farmaceutică.

3 Sunt cunoscute în literatură mai multe metode de fabricare a uleiurilor esențiale din
material biologic, printr-o varietate de mecanisme și configurații de echipamente. Astfel,
5 cererile de brevet **WO 1990/001271 A1**, **EP 0485668 A1** și brevetele **US 20040187340**,
US 5002784 și **US 5338557** descriu procedee de extracție în câmp de microunde a ingre-
7 dientilor activi biologic din diferite tipuri de materiale vegetale.

 De asemenea, brevetul **EP 1955749 B1** descrie un procedeu de izolare a produșilor
9 naturali din materialul biologic, care constă în iradierea cu microunde a materialului biologic,
condensarea și colectarea izolatelor; materialul biologic poate fi selectat dintre plante,
11 mirodenii, produse alimentare sau semințe; procedeul are loc la presiune atmosferică,
presiune redusă sau sub vid, la temperaturi cuprinse între 40 și 200°C, de preferat, între 50
13 și 100°C.

 Un procedeu de extracție a produselor solubile din țesuturi vegetale care constă din
15 mărunțirea materialului biologic, aducerea în contact a acestuia cu un solvent de extracție
transparent sau parțial transparent la microunde, supunerea materialului extracției cu micro-
17 unde la o frecvență care permite extracția componentelor dorite, urmată de separarea mate-
rialului rezidual și recuperarea produsului extras, este descris în brevetul **EP 0398798 B1**.
19 Raportul solvent de extracție-material biologic este 1/1...20/1, timpul de expunere este
10...100 s, la o putere de 200...1000 W și frecvența este de 2000....30000 Hz.

21 Cererea coreeană de brevet **KR 20060110018** descrie un procedeu de extracție a
uleiului din semințe de struguri, care constă în mărunțirea semințelor de struguri, iradierea
23 acestora cu microunde și prelucrarea produsului rezultat pentru obținerea unui ulei de
calitate superioară, utilizat în farmacie și cosmetică.

25 Acele procedee au o serie de dezavantaje, cum sunt:

- 27 - timpul de extracție foarte lung;
- 27 - timpi de operare suplimentari, până la atingerea parametrilor de lucru;
- 29 - utilizarea unor surse poluante de inițiere a căldurii necesare atingerii parametrilor
operaționali;
- 31 - etape suplimentare de separare și purificare;
- 31 - obținerea unui produs cu calitate inferioare din punct de vedere al compoziției de
substanțe biologic active;
- 33 - impunerea unor condiții de operare restrictive din punct de vedere al temperaturii
și presiunii;
- 35 - spațiu de producție mare;
- 37 - număr mare de personal calificat pentru supravegherea procesului;
- 37 - necesitatea introducerii unor operații finale de stabilizare și pregătirea acestora
pentru stocare.

39 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în furnizarea unui ulei de struguri
de puritate ridicată printr-un procedeu rapid, care permite obținerea unui produs cu
41 proprietăți controlabile și reproductibile.

 Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că
43 materialul biologic, constând din semințe de struguri măcinate cu o umiditate de maximum
5%, este supus extracției într-un solvent nepolar, selectat dintre hexan, benzen, toluen,
45 cloroform și dicloretan, la o temperatură de 50...70°C, timp de 30...60 s, la o putere maximă
a microundelor de 500...700 W și o frecvență de 2450 MHz, după care sistemul se răcește
47 controlat până la 15...20°C, operațiile fiind repetate de patru ori, cu încălziri și răcirii
succesive, după care extractul este separat și purificat prin filtrare, distilare și centrifugare.

RO 125165 B1

Procedeul conform invenției prezintă numeroase avantaje, fiind un procedeu de extracție rapid și nepoluant, care decurge cu viteză mare, este ușor de controlat, are loc o distribuție uniformă a căldurii, fără pierderi de căldură. Produsul rezultat este bogat în material biologic activ de puritate ridicată (98%) și cu proprietăți fizico - chimice controlabile și reproductibile ale produsului.

Procedeul conform invenției de față se referă la o metodă de obținere a uleiului ecologic din semințe de struguri prin extracție în câmp de microunde, printr-un proces discontinuu de extracție în solvent nepolar. Procedeul cuprinde expunerea în câmp de microunde a materiei celulare cu sistem granular ce conține componente oleaginoase și extracția acestuia în solvenți organici nepolari. Utilajul în care are loc această extracție este alcătuit dintr-un aplicator de microunde, un vas de extracție prevăzut cu agitator mecanic, condensator de reflux, sondă de temperatură, manometru de măsurare a presiunii, colector solvent și colector material biologic extras.

Vasul de extracție este constituit dintr-un reactor chimic cu microunde, echipat cu sistem de agitare tip ancoră, condensator de reflux, sistem de alimentare cu gaz inert, serpentină de răcire, termocuplu, sondă 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.

Exemplele de solvenți organici nepolari "transparenti la microunde" utilizați: hexan, diclorometan, CO_2 lichid, cloroform, CCl_4 , clorbenzen, benzen, toluen, xilen, dimetilsulfoxid, tetrahidrofuran și acetonă.

Solvenți nepolari "transparenti la microunde", așa cum au fost denumiți anterior, sunt compuși chimici cu constante dielectrice mici comparativ cu cea a apei ($= 80,4$), listate în tabelul următor:

Tabel

Solvent	Formula chimică	Punct de fierbere	Constanta dielectrică (ϵ)	Densitate (g/cm^3)
Solvenți nepolari				
Hexan	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_3$	69°C	20	655
Benzen	C_6H_6	80°C	23	879
Toluen	$\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_3$	111°C	24	867
Dietil eter	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_3$	35°C	43	713
Cloroform	CHCl_3	61°C	48	1498
Etil acetat	$\text{CH}_3\text{-C(=O)-O-CH}_2\text{-CH}_3$	77°C	60	894
Diclorometan	CH_2Cl_2	40°C	91	1326

În reactorul chimic cu microunde, se introduc materialul biologic și solventul, care se încălzesc timp de câteva minute la reflux, se răcesc la temperatura camerei, după care se reîncălzesc din nou în condițiile descrise mai sus. Această etapă se repetă de patru ori, pentru a definitiva extracția. După ce a fost încheiată etapa de extracție, se filtrează materialul biologic de solvent, se separă componenta uleioasă de solvent prin distilare, solventul se recuperează, iar materialul oleaginos se purifică prin centrifugare.

1 Se prezintă, în continuare, 3 exemple nelimitative de aplicare a prezentei invenții.

3 **Exemplul 1.** Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu
agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 175 ml
5 n-hexan și materialul biologic - 30 g semințe de struguri măcinate cu umiditatea de 5% maxi-
mum, cu ajutorul unui sistem de dozare automat. După alimentarea reactorului, se pornesc
7 treptat sursele de microunde, și se ridică temperatura mediului de extracție până la valoarea
de 68...69°C, timp de 30 s, la o putere maximă de microunde de 500 W și o frecvență de
9 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul de reflux.
După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție, până la
11 temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de patru ori, cu încălziri și răciri
succesive, până când este extrasă complet componenta oleaginoasă din materialul biologic.
Se filtrează solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separă solventul de
13 componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.

15 Conținutul în ulei al semințelor de struguri este de 11...12%. Prin procedeul conform
invenției, se recuperează un procent de 8...10% ulei.

17 **Exemplul 2.** Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu
agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 190 ml
19 cloroform și materialul biologic - 30 g semințe de struguri măcinate cu umiditatea de 5%
maximum, cu ajutorul unui sistem de dozare automat. După alimentarea reactorului, se
pornesc treptat sursele de microunde și se ridică temperatura mediului de extracție până la
21 valoarea de 58...60°C, timp de 35 s, la o putere maximă de microunde de 500 W și o
frecvență de 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul
23 de reflux. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție până
la temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de patru ori, cu încălziri și răciri
25 succesive, până când este extrasă complet componenta oleaginoasă din materialul biologic.
Se filtrează solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separă solventul de
27 componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.

Prin procedeul conform invenției, se recuperează un procent de 7...9% ulei.

29 **Exemplul 3.** Într-un reactor chimic cu microunde multimod tip MCR, prevăzut cu
agitare mecanică, sistem automat de control al presiunii și temperaturii, se introduc 250 ml
31 etil acetat și materialul biologic - 30 g semințe de struguri măcinate cu umiditatea de 5%
maximum, cu ajutorul unui sistem de dozare automat. După alimentarea reactorului, se
33 pornesc treptat sursele de microunde și se ridică temperatura mediului de extracție până la
valoarea de 74...77°C, timp de 60 s, la o putere maximă de microunde de 700 W și o
35 frecvență de 2450 MHz, prin refluxarea continuă a solventului din sistem prin condensatorul
de reflux. După acest timp, începe etapa de răcire controlată a produsului de reacție, până
37 la temperatura de 15...20°C. Aceste operații se repetă de patru ori, cu încălziri și răciri
succesive, până când este extrasă complet componentă oleaginoasă din materialul biologic.
39 Se filtrează solventul de materialul biologic - prin pompa de vid, se separă solventul de
componenta oleaginoasă prin distilare, după care se purifică uleiul prin centrifugare.

41 Prin procedeul conform invenției, se recuperează un procent de 5...6% ulei.

Procedeu de extracție a uleiului din semințe de struguri în câmp de microunde, **caracterizat prin aceea că** materialul biologic, constând din semințe de struguri măcinate cu o umiditate de maximum 5%, este supus extracției într-un solvent nepolar, selectat dintre hexan, benzen, toluen, cloroform și diclorețan, la o temperatură de 50...70°C, timp de 30...60 s, la o putere maximă a microundelor de 500...700 W și o frecvență de 2450 MHz, după care sistemul se răcește controlat până la 15...20°C, operațiile fiind repetate de patru ori, cu încălziri și răciri succesive, după care extractul este separat și purificat prin filtrare, distilare și centrifugare.

