

RZECZPOSPOLITA  
POLSKA



Urząd Patentowy  
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL** (11) **240152**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **427795**

(51) Int.Cl.

**A61K 8/96 (2006.01)**

**B01D 11/02 (2006.01)**

(22) Data zgłoszenia: **16.11.2018**

(54) **Sposób otrzymywania liofilizowanego ekstraktu roślinnego do produktów,  
zwłaszcza kosmetycznych**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

**12.08.2019 BUP 17/19**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

**21.02.2022 WUP 08/22**

(73) Uprawniony z patentu:

**UNIWERSYTET ROLNICZY IM. HUGONA  
KOŁŁĄTAJA W KRAKOWIE, Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**MAŁGORZATA TABASZEWSKA, Iwkowa, PL**

(74) Pełnomocnik:

**rzec. pat. Marta Bartula-Toch**

**PL 240152 B1**

## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania liofilizowanego ekstraktu roślinnego do produktów, zwłaszcza kosmetycznych.

Surowce roślinne, w tym, m.in. kwiaty, liście, łodygi, owoce, korzenie, kora, zasobne są w liczne związki prozdrowotne jednak najczęściej są surowcami nietrwałymi, sezonowymi. Od czasów prehistorycznych znane były dobroczynne właściwości tych surowców stosowanych dzięki temu jako naturalne leki przy leczeniu różnorodnych schorzeń. Wiele cennych składników może być ekstrahowana z surowców naturalnych za pomocą różnych rozpuszczalników, w tym rozpuszczalników organicznych lub wody. W zależności od rodzaju zastosowanego ekstrahenta, jego mocy, czasu, temperatury i sposobu ekstrakcji można ekstrahować substancje/związki o różnych właściwościach i w różnych ilościach. Ekstrakty mają postać ciekłą i oprócz substancji aktywnych zawierają m.in. rozpuszczalniki za pomocą których były ekstrahowane. Aby miały szerokie zastosowanie w różnych branżach często rozpuszczalnik jest usuwany, a sam ekstrakt zatężany. Dąży się do tego, aby zastosowane procesy utrwalania czy zatężania możliwie najmniej niekorzystnie wpływały na zawartość oraz funkcjonalność pozyskanych związków aktywnych.

Świeże surowce są dostępne przez krótki okres czasu, a aktywne w nich składniki między innymi enzymy mogą zmniejszać ich atrakcyjność i zawartość związków bioaktywnych. Obecnie istnieje wiele sposobów utrwalania surowców roślinnych jak na przykład mrożenie czy suszenie. Jednak często same surowce mają ograniczone zastosowanie jako składniki aktywne produktów, między innymi dlatego, że nie są rozpuszczalne.

Z polskiej literatury patentowej znane są zgłoszenia wynalazków dotyczących zastosowania ekstraktów roślinnych jako składników aktywnych wyrobów leczniczych (P.413074; P.408096; P.391886; P.370446), wódek (PL170325), kompozycji aromatyczno – zapachowych (PL 226943), jako składnik samych kompozycji zapachowych (P.404328), czy preparatów musujących (PL191658).

Z polskiego opisu patentowego PL 227341 znane jest zastosowanie ekstraktów roślinnych uzyskanych z wykorzystaniem nadkrytycznego ditlenku węgla w kompozycji do mycia ciała i włosów. Jednak opis patentowy nie zawiera szczegółów dotyczących samego procesu jego otrzymywania.

W słowackim zgłoszeniu patentowym SK288313 został ujawniony proces suszenia sublimacyjnego ekstraktów antocyjanów. W zgłoszeniu tym został opisany zarówno sam proces ekstrakcji, oczyszczania ekstraktu, jak również proces jego liofilizacji. Sposób liofilizacji antocyjanów z ekstraktów małych owoców polega na tym, że przed suszeniem sublimacyjnym następuje ekstrakcja etanolem lub acetonem świeżych i/lub zamrożonych i/lub liofilizowanych owoców, której produktem jest ekstrakt z antocyjanów. Po jego oczyszczeniu i usunięciu pozostałości rozpuszczalnika z ekstraktu następuje mrożenie w czasie od 120 do 240 minut pod ciśnieniem atmosferycznym i w temperaturze od -30 do -40°C, a następnie rozprężanie w temperaturze pokojowej przy ciśnieniu w komorze od 200 do 300  $\mu$ barów przez 20 do 60 minut, po czym następuje trzyetapowe suszenie : najpierw przez okres 240–860 minut w temperaturze od -5 do 10° C i ciśnieniu w komorze obniżonym do 200–300  $\mu$ barów, następnie przez 400–600 minut pod ciśnieniem 200 do 300  $\mu$ barów i w temperaturze od 0 do 10°C, na końcu przez okres 200–300 minut pod ciśnieniem w komorze 50–150  $\mu$ barów oraz w zakresie temperatur od +10 do + 35°C.

W japońskim zgłoszeniu patentowym JPH0978062 zostało opisane zastosowanie właściwości przeciwutleniających ekstraktu z pokrzywy indyjskiej w różnych grupach produktów. Ekstrakt pozyskuje się z części nadziemnych tej rośliny świeżej, suszonej, liofilizowanej przez zalanie ich rozpuszczalnikiem organicznym, organicznym zawierającym chlorowec, czy wodą. Po oddzieleniu od części stałych ekstrakt zatęża się i służy jako przeciwutleniacz w różnych produktach.

Natomiast w innym zgłoszeniu japońskim JPH0978061 został opisany proces produkcji hydroлизованego metanolowego ekstraktu z liści oliwnych jako przeciwutleniacza mogącego stanowić składnik aktywny różnych grup produktów, w tym spożywczych, kosmetyków bądź lekarstw.

W japońskim zgłoszeniu JP2000044944 ujawniono kompozycję o działaniu przeciwutleniającym z kociego pazura. Surowiec ekstrahowano wodą lub wodnym roztworem etanolu w temperaturze od pokojowej do temperatury wrzenia. Następnie uzyskany ekstrakt zatęża się w temperaturze 95°C lub pod próżnią i otrzymywany jest z niego proszek w tym metodą liofilizacyjną.

Istota wynalazku polega na tym, że świeże surowce roślinne zwłaszcza kwiaty i owoce po zbiorze w pełnej dojrzałości konsumpcyjnej przebiera się, usuwa części nie nadające się do dalszego przerobu, a następnie szybko zamraża do temperatury od -40 do -50°C. Zamrożone surowce poddaje się procesowi liofilizacji do momentu uzyskania od 1 do 2% wagowych wody w gotowym produkcie. Suszony

sublimacyjnie surowiec rozdrabnia się z prędkością od 14 do 15 tys. obr./min. w czasie od 60 do 80 s mieszając z wodnym roztworem etanolu o mocy od 65 do 85% objętościowych, przy czym stosunek surowca do ekstrahenta wynosi od 1:20 do 1:24. Po rozdrobnieniu surowca prowadzi się samoistną ekstrakcję w czasie od 24 do 26 h w temperaturze od 4 do 6°C. Po upływie tego czasu surowiec oddziela się od ekstrahenta przez filtrację, a następnie ekstrakt zatęża się z w obecności łaźni wodnej ogrzanej do temperatury od 40 do 45°C, obracając pojemnik z ekstraktem z prędkością od 20 do 25 obr./min. W ten sposób z ekstraktu odparowuje się od 85 do 93% wagowych cieczy. Pozostałą ciecz zamraża się do temperatury od -40 do -50°C. Po zamrożeniu ekstrakt suszy się sublimacyjnie do zawartości wody w gotowym produkcie na poziomie od 1 do 1,5% wagowych. Po liofilizacji, ekstrakt przechowuje się w warunkach beztlenowych w temperaturze od -40 do -45°C.

Korzystnie rozdrabnianie suszonego surowca odbywa się za pomocą homogenizatora nożowego.

Korzystnie rozdrabnianie suszonego surowca odbywa się za pomocą kriogenicznego młynka nożowego.

Korzystnie samoistną ekstrakcję prowadzi się w szczelnie zamkniętych, zacienionych pojemnikach, nie reagujących z ekstrahowanym materiałem.

Korzystnie zatężanie prowadzi się w próżni.

Korzystnie zatężanie prowadzi się w strumieniu azotu.

Korzystnie filtrację prowadzi się na sączku o średniej twardości.

Tak pozyskany ekstrakt z surowców roślinnych charakteryzuje się wysoką aktywnością przeciwutleniającą głównie ze względu na znaczną zawartość polifenoli, w tym flawonoidów, antocyjanów, olejków eterycznych, terpenów, garbników, kwasów organicznych, cukrów prostych. Zastosowanie procesu utrwalania zarówno surowca jaki i ekstraktu jest bezpieczne i pozwala na możliwie duże zachowanie składników będących w świeżym surowcu. Szybkie zamrożenie do tak niskiej temperatury minimalizuje m.in. uszkodzenie struktur komórkowych jednocześnie hamując procesy enzymatyczne i rozwój mikroorganizmów. Z kolei zastosowanie suszenia sublimacyjnego eliminuje niekorzystne działanie wysokiej temperatury podczas suszenia, a także procesy utleniania składników odżywczych związane głównie z obecnością tlenu podczas suszenia owiewowego. Zastosowanie etanolu jako ekstrahenta zwiększa m.in. bezpieczeństwo mikrobiologiczne uzyskanych ekstraktów, a także jest bezpieczne przy produkcji różnych grup produktów, w tym kosmetyków, środków spożywczych czy suplementów diety. Oprócz właściwości przeciwutleniających ekstrakty te w zależności od surowca z którego są pozyskane mogą cechować się właściwościami antyseptycznymi, antymikrobiologicznymi, antywirusowymi, korzystnie działać na pracę układu krążenia, zapobiegać chorobom układu nerwowego, wykazywać działanie przeciwzapalne, pozytywnie wpływać na uelastycznienie skóry, jej regenerację, odżywienie, zmniejszenie przebarwień, wygładzenie zmarszczek.

Rozwiązanie według wynalazku zostało zilustrowane przykładami wykonania.

#### **Przykład I**

Kwiatostany bzu czarnego zebrane w pełni kwitnienia, w słoneczny dzień po zbiorze przebiera się, usuwa części nie nadające się do dalszego przerobu następnie szybko zamraża do temperatury -40°C. Zamrożone surowce poddaje się procesowi liofilizacji do momentu uzyskania 1% wagowego wody w gotowym produkcie. Suszony sublimacyjnie surowiec rozdrabnia się za pomocą homogenizatora nożowego z prędkością 14 tys. obr./min. przez 65 s z wodnym roztworem etanolu o mocy 80% objętościowych, przy czym stosunek surowca do ekstrahenta wynosi 1:24. Po rozdrobnieniu surowca przeprowadza się samoistną ekstrakcję w czasie 24h w temperaturze 5°C, w szczelnie zamkniętych, zacienionych pojemnikach. Po upływie tego czasu surowiec oddziela się od ekstrahenta przez filtrację na sączku o średniej twardości. Ekstrakt zatęża się z wykorzystaniem wyparki próżniowej, z łaźnią wodną ogrzaną do 45°C i przy 20 obr./min. pojemnika z ekstraktem. Z ekstraktu odparowuje się 87% wagowych cieczy, zaś pozostałą ciecz mrozi się do temperatury do -40°C. Po zamrożeniu ekstrakty suszy się sublimacyjnie do zawartości wody w gotowym produkcie na poziomie 1% masowego. Po liofilizacji, ekstrakt przechowuje się w warunkach beztlenowych w temperaturze -40°C.

Powyższym sposobem otrzymuje się liofilizowany ekstrakt z kwiatostanów czarnego bzu, o silnych właściwościach przeciwutleniających, przeciwzapalnych, przeciwwirusowych, regenerujących, odżywiających skórę, przyspieszających gojenie się ran, zmniejszającym powstawanie zmarszczek.

#### **Przykład II**

Owoce czeremchy zebrane w pełnej dojrzałości, po zbiorze przebiera się, usuwa części nie nadające się do dalszego przerobu następnie szybko zamraża do temperatury -45°C. Zamrożone surowce poddaje się procesowi liofilizacji do momentu uzyskania 2% masowych wody w gotowym produkcie.

Suszony sublimacyjnie surowiec rozdrabnia się za pomocą homogenizatora nożowego przy prędkości 15 tys. obr./min. przez 80 s z wodnym roztworem etanolu o mocy 80% objętościowych i stosunku surowca do ekstrahenta wynoszącym 1:20. Po rozdrobnieniu surowca przeprowadza się samoistną ekstrakcję przez 24h w temperaturze 4°C, w szczelnie zamkniętych, zaciemnionych pojemnikach. Po upływie tego czasu surowiec oddziela się od ekstrahenta przez filtrację na sączku o średniej twardości. Ekstrakt zatęża się w strumieniu azotu, w obecności z łaźni wodnej ogrzanej do 45°C. Z ekstraktu odparowuje się 90 % wagowych cieczy. Pozostałą ciecz mrozi się do -45°C. Po zamrożeniu ekstrakt suszy się sublimacyjnie do zawartości wody w gotowym produkcie na poziomie 1% masowego. Po liofilizacji, ekstrakt przechowuje się w warunkach beztlenowych w temperaturze -40°C.

Powyższym sposobem otrzymuje się liofilizowany ekstrakt z owoców czeremchy, charakteryzujący się m.in. dużą zawartością polifenoli, antocyjanów, kwasów organicznych, dzięki czemu może wykazywać działanie przeciwutleniające, przeciwzapalne, przeciwbakteryjne, zmniejszające łojotok skóry, przebarwienia, zmarszczki, wykazywać działanie uelastyczniające.

### Zastrzeżenia patentowe

1. **Sposób otrzymywania liofilizowanego ekstraktu roślinnego do produktów, zwłaszcza kosmetycznych znamienny tym**, że świeże surowce roślinne zwłaszcza kwiaty i owoce po zbiorze, w pełnej dojrzałości konsumpcyjnej przebiera się, usuwa części nie nadające się do dalszego przerobu, a następnie szybko zamraża do temperatury od -40 do -50°C, następnie zamrożone surowce poddaje się procesowi liofilizacji do momentu uzyskania od 1 do 2% masowych wody w gotowym produkcie, po czym suszony sublimacyjnie surowiec rozdrabnia się z prędkością od 14 do 15 tys. obr./min. w czasie od 60 do 80 s mieszając z wodnym roztworem etanolu o mocy od 65 do 85% objętościowych, przy czym stosunek surowca do ekstrahenta wynosi od 1:20 do 1:24, natomiast po rozdrobnieniu surowca prowadzi się samoistną ekstrakcję w czasie od 24 do 26 h w temperaturze od 4 do 6°C, a po upływie tego czasu surowiec oddziela się od ekstrahenta przez filtrację i ekstrakt zatęża się w obecności łaźni wodnej ogrzanej do temperatury od 40 do 45°C, obracając pojemnik z ekstraktem z prędkością od 20 do 25 obr./min, w wyniku czego z ekstraktu odparowuje się od 85 do 93% wagowych cieczy, po czym pozostałą ciecz zamraża się do temperatury od -40 do -50°C, a po zamrożeniu ekstrakt suszy się sublimacyjnie do zawartości wody w gotowym produkcie na poziomie od 1 do 1,5% wagowych i po liofilizacji, ekstrakt przechowuje się w warunkach beztlenowych w temperaturze od -40 do -45°C.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozdrabnianie suszonego surowca odbywa się za pomocą homogenizatora nożowego.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozdrabnianie suszonego surowca odbywa się za pomocą kriogenicznego młynka nożowego.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że samoistną ekstrakcję prowadzi się w szczelnie zamkniętych, zaciemnionych pojemnikach.
5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zatężanie prowadzi się w próżni obracając pojemnik z ekstraktem z prędkością od 20 do 25 obr./min.
6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zatężanie prowadzi się w strumieniu azotu.
7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że filtrację prowadzi się na sączku o średniej twardości.