

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) **OPIS PATENTOWY**

(19) **PL**

(11) **239962**

(13) **B1**

(21) Numer zgłoszenia: **433486**

(22) Data zgłoszenia: **07.04.2020**

(51) Int.Cl.

A61K 8/9789 (2017.01)

A61K 36/28 (2006.01)

A61Q 19/08 (2006.01)

B01D 11/02 (2006.01)

(54)

Sposób otrzymywania ekstraktu spilantolu na bazie roślin astrowatych

(43) Zgłoszenie ogłoszono:

28.12.2020 BUP 27/20

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:

31.01.2022 WUP 05/22

(73) Uprawniony z patentu:

**MELALEUCA POLAND SPÓŁKA
Z OGRANICZONĄ ODPOWIEDZIALNOŚCIĄ
FIRMA AUSTRALIJSKO POLSKA, Gliwice, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

**ROMAN MAZURKIEWICZ, Gliwice, PL
MIROŚŁAWA GRYMEL, Nieborowice, PL**

(74) Pełnomocnik:

rzec. pat. Katarzyna Borkowy

PL 239962 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania ekstraktu spilantolu na bazie roślin astrowatych, mający zastosowanie w przemyśle kosmetycznym i farmaceutycznym.

Duże znaczenie w przemyśle kosmetycznym, farmaceutycznym i medycynie odgrywają preparaty i substancje biologicznie aktywne otrzymywane z surowców naturalnych.

Z doniesień literatury naukowej i patentowej wynika, iż w coraz większym stopniu wykorzystuje się ekstrakty roślinne w kosmetyce przeciwstarzeniowej. Z amerykańskich opisów US20080069912 A1; US 7,531,193 B2; US 7,566,464 B2 znany jest sposób usuwania zmarszczek poprzez zastosowanie kompozycji zawierającej spilantol, który zapewnia podobne działanie do botoksu, jednakże pozbawiony jest toksyczności,

Ekstrakt na bazie roślin astrowatych (Asteraceae), wśród których wyróżnia się m.in. *Spilanthus alba*, *Spilanthus calva*, *Spilanthus americana*, *Spilanthus ocyimifolia* oraz *Acmella oleracea* (syn. *Spilanthus Oleracea*, Jambu, Paracress, *Spilanthus Acmella*), zawiera substancję należącą do grupy *N*-alkiloamidów nazywaną zwyczajowo spilantolem lub afininą, stosowany jako komponent preparatów kosmetycznych i dermatologicznych.

Spilantol jest substancją o wielokierunkowej aktywności biologicznej, wykazującą działanie antybakteryjne, antywirusowe, przeciwzapalne, przeciwbólowe, przeciwgrzybicze i antyhistaminowe. Szczególnie zainteresowanie praktyczne ekstraktami spilantolu związane jest ze zdolnością tego związku do rozluźniania napięcia mięśni gładkich w tym mięśni mimicznych twarzy, co powoduje iż ekstrakty zawierające spilantol są wykorzystywane w kosmologii do produkcji preparatów przeciwzmarszczkowych, substytutów botoksu przez takie firmy kosmetyczne jak między innymi Gatuline[®], SYN[®]-COLL, Clarins, Bioliq i inne. Oprócz blokowania aktywności skurczowej mięśni twarzy, spilantol wykazuje również działanie pielęgnujące (przeciwbakteryjne, przeciwzapalne, przeciwutleniające). Ekstrakt, zawierający spilantol poprawia wchłanianie innych aktywnych składników preparatu kosmetycznego, co przyczynia się do zwiększenia skuteczności osiągania zamierzonych efektów kosmetyku oraz pozwala ograniczyć koszty produkcji poprzez użycie mniejszych ilości innych substancji aktywnych. Dzięki udokumentowanemu działaniu przeciwbólowemu, przeciwzapalnemu oraz miejscowo znieczulającemu, ekstrakt zawierający spilantol znajduje zastosowanie jako komponent past do zębów oraz przeciwbólowych żeli stomatologicznych m.in. firm Buccadol[®], SwissDent, Idolphar[®]. [Barbosa 2016, Chang 2015, Spiegeleer 2013].

Najbardziej rozpowszechnioną metodą pozyskiwania z surowców roślinnych cennych substancji biologicznie aktywnych, jest ekstrakcja za pomocą odpowiednio dobranego medium ekstrahującego, rozpuszczalników organicznych takich jak etery, alkeny, alkany, ketony, alkohole, ponadto woda, wodne roztwory związków organicznych, i nieorganicznych, ditlenek węgla w stanie nadkrytycznym.

Pozyskiwanie spilantolu z materiału roślinnego jest złożonym procesem fizykochemicznym. Poza doбором właściwego medium ekstrahującego, warunków ekstrakcji oraz sposobu dalszego oczyszczenia pierwotnego ekstraktu, istotnym elementem jest zapewnienie takich warunków procesu, by nie dochodziło do stopniowej destrukcji reaktywnego chemicznie spilantolu.

Dotychczas znane są sposoby ekstrakcji spilantolu z suszu *Acmella oleracea* za pomocą rozpuszczalników organicznych takich jak metanol, octan etylu, chloroform, heksan, eter naftowy, jednakże najczęściej do tego celu stosowany jest etanol [Bin 2015, Freitas-Blanco 2016, Moreno 2012, Rao 2012, Sharma 2011]. Najczęściej stosowanym sposobem jest jednokrotne kontaktowanie materiału roślinnego z medium ekstrahującym w temperaturze pokojowej lub w temperaturze podwyższonej 60 – 100°C. Dalszy przerób tego rodzaju ekstraktu polega najczęściej na odparowaniu rozpuszczalnika. Znana jest metoda wstępnego oczyszczania ekstraktu, polegająca na jego kontaktowaniu z węglem aktywnym. [Freitas-Blanco 2016].

Celem wynalazku jest innowacyjny i skuteczny sposób otrzymywania ekstraktu spilantolu na bazie roślin astrowatych, korzystnie *Acmella oleracea*, jako komponentu preparatów kosmetycznych i dermatologicznych.

Ważnym parametrem decydującym o efektywności ekstrakcji, rozumianej jako ilość spilantolu pozyskiwana z jednostki objętości ekstraktora, jest stosunek masy suszu do masy medium ekstrahującego. Korzystne jest prowadzenie ekstrakcji przy jak największej wartości tego stosunku, ponieważ pozwala to na otrzymanie ekstraktu o stosunkowo wysokim stężeniu spilantolu, co w efekcie zmniejsza zużycie rozpuszczalnika oraz minimalizuje koszty operacji oddestylowania rozpuszczalnika z pozyskanego ekstraktu.

Jak wykazały badania twórców wynalazku, przy ekstrakcji etanolem o stężeniu 90,0 – 95,6% maksymalna wartość stosunku masy suszu do masy alkoholu, przy którym uprzednio wysuszone, rozdrobione i ubite złoże materiału roślinnego jest całkowicie zalane alkoholem wynosi 1:2,8.

Stwierdzono, że przy stosunku masowym suszu do etanolu, wynoszącym 1:2,8 mieszanie mechaniczne mieszaniny rozdrobionego suszu i etanolu jest mało efektywne. Sposób według wynalazku polega na tym, że mieszanie mechaniczne zawartości ekstraktora zastąpiono wymuszeniem cyrkulacji etanolu przez nieruchome, ubite złoże suszu, dzięki szczególnej konstrukcji ekstraktora (Fig. 2).

Dodatkową korzyścią wynikającą z zastosowania rozwiązania według wynalazku jest wyeliminowanie kontaktu spilantolu z tlenem z powietrza, co zapobiega utlenianiu spilantolu, wpływając w ten sposób korzystnie na wydajność ekstrakcji.

Wysoka nasiąkliwość suszu powoduje, że po ekstrakcji możliwe jest odebranie jedynie 75% ekstraktu etanolowego, co oznacza stratę 25% ilości spilantolu pierwotnie zawartego w suszu. Pozostała część ekstraktu, wraz z zawartym w nim spilantolem pozostaje w złożu suszu. Przepłukiwanie suszu kolejnymi porcjami etanolu nie jest rozwiązaniem racjonalnym, ponieważ prowadzi do rozcieńczenia ekstraktu, co powoduje wzrost czasochłonności, pracochłonności i kosztów energetycznych operacji oddestylowania etanolu, a także wzrost zużycia etanolu.

Rozwiązanie problemu strat spilantolu związanych z nasiąkliwością suszu przy ekstrakcji suszu *Acmella oleracea*, według wynalazku polega na tym, że ekstrakcję prowadzi się w sposób periodyczny, trójstopniowy w systemie trzech ekstraktorów, zawierających kolejno susz świeży, susz po jednej ekstrakcji oraz susz po dwu ekstrakcjach. Po przeprowadzeniu ekstrakcji ekstrakt etanolowy odbiera się z ekstraktora, który w poprzednim cyklu był napełniony świeżym suszem, a wyekstrahowany susz odbiera się z ekstraktora zawierającego susz po trzech ekstrakcjach. Dzięki rozwiązaniu według wynalazku, wilgotny susz opuszczający proces ekstrakcji jest wysycony etanolem, zawierającym jedynie znikomą ilość spilantolu, co zapobiega istotnym stratom spilantolu i powoduje, że wydajność procesu ekstrakcji przekracza 95%. Taki sposób otrzymywania ekstraktu etanolowego zapewnia wysoką efektywność ekstrakcji oraz relatywnie wysokie stężenie spilantolu w ekstrakcie, wynoszące 0,09%, przy zawartości spilantolu w suszu wynoszącej 0,24%. Ponadto, w porównaniu z ekstrakcją prowadzoną w pojedynczym ekstraktorze wzrasta o 30% stężenie spilantolu w ekstrakcie etanolowym, co zmniejsza koszty energetyczne operacji oddestylowania etanolu z pozyskanego ekstraktu, a także zużycie etanolu.

Badania przeprowadzone przez twórców wynalazku dowiodły, że pozostałość po odparowaniu rozpuszczalnika z ekstraktu etanolowego, wstępnie oczyszczonego węglem aktywnym zawiera znaczną ilość substancji żywicowatej, trudno rozpuszczalnej w większości rozpuszczalników organicznych, której obecność utrudnia bądź uniemożliwia przygotowanie jednorodnych preparatów kosmetycznych.

Twórcy wynalazku wykazali, że skutecznym sposobem oddzielania substancji żywicowatej z pozostałości jest ekstrakcja chlorkiem metylenu, a następnie po uprzednim odparowaniu rozpuszczalnika, triglicydem kapronowo-kaprylowym (TGKK).

Pierwotny ekstrakt spilantolu w triglicerydzie kapronowo-kaprylowym zawiera jeszcze zanieczyszczenia w postaci polarnych substancji żywicowatych i barwiących, a próby ich usunięcia przez filtrację lub kontaktowanie z węglem aktywnym i filtrację nie są możliwe ze względu na wysoką lepkość ekstraktu.

Rozwiązanie problemu oczyszczania pierwotnego ekstraktu spilantolu w TGKK od substancji żywicowatych i barwiących według wynalazku polega na tym, że ekstrakt rozcieńcza się niskowrzącym węglowodorem alifatycznym lub ich mieszaniną, co powoduje strącenie polarnych substancji żywicowatych a ponadto zmniejsza lepkość roztworu. Po dekantacji roztworu z nad strąconych żywic, roztwór ekstraktu w węglowodorze alifatycznym kontaktuje się z węglem aktywnym w celu odbarwienia i zaadsorbowania resztek substancji żywicowatych, po czym oddziela się węgiel aktywny przez filtrację. Po odparowaniu węglowodoru alifatycznego uzyskuje się klarowny ekstrakt spilantolu w triglicerydzie kapronowo-kaprylowym (TGKK), o stężeniu spilantolu 5 – 8% o barwie jasnożółtej.

Sposób otrzymywania ekstraktu spilantolu na bazie roślin astrowatych polega na tym, że ekstrakcję prowadzi się metodą periodycznej, trójstopniowej ekstrakcji suszu roślin astrowatych, *Acmella oleracea* w systemie trzech ekstraktorów zawierających kolejno susz świeży, susz po jednej ekstrakcji oraz susz po dwu ekstrakcjach etanolem o stężeniu od 90,0% do 95,6% w ilości od 2,5 do 3,5 kg alkoholu/-/1 kg suszu, prowadząc proces przy stałym strumieniu gazu inertnego o natężeniu przepływu od 1 do 2 dm³/min w czasie 24 godzin, przy czym do napełnienia ekstraktora zawierającego susz świeży używa się w pierwszej kolejności ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po jednej ekstrakcji, w drugiej

kolejności używa się ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach, natomiast do napełnienia opróżnionego ekstraktora zawierającego susz po jednej ekstrakcji, używa się w pierwszej kolejności ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach, a w drugiej kolejności etanol, natomiast do napełnienia opróżnionego ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach używa się etanol, wyekstrahowany susz odbiera się z ekstraktora zawierającego susz po trzech ekstrakcjach, ekstrakt etanolowy odbiera się z ekstraktora, który w cyklu poprzedzającym był napełniony świeżym suszem, następnie zatęża się, oczyszcza węglem aktywnym w ilości od 10 do 15 g, filtruje a etanol odparowuje znanymi metodami, pozostałość ekstrahuje dwukrotnie chlorkiem metylenu w ilości od 75 cm³ do 120 cm³ w atmosferze gazu inertnego, następnie z połączonych ekstraktów odparowuje się rozpuszczalnik znanymi metodami, a pozostałość ekstrahuje triglicydem kapronowo-kaprylowym w ilości od 20 do 30 g TGKK, surowy ekstrakt rozcieńcza się niskowrzącym węglowodorem alifatycznym lub ich mieszaniną w ilości od 15 g do 25 g, przy czym jako węglowodór alifatyczny stosuje się heksan, pentan, cykloheksan, natomiast jako mieszaninę węglowodorów alifatycznych stosuje się eter naftowy, po czym miesza się w atmosferze gazu inertnego, korzystnie azotu o czystości od 99,000 do 99,999% lub argonu o czystości od 99,000 do 99,999%, dekantuje od strąconych substancji żywcowatych po czym kontaktuje się z węglem aktywnym w ilości od 0,5 g do 1,0 g, filtruje, odparowuje węglowodór alifatyczny, finalnie otrzymuje się ekstrakt w TGKK o stężeniu od 5 do 8% spilantolu.

Sposób otrzymywania ekstraktu etanolowego metodą periodycznej, trójstopniowej ekstrakcji zapewnia wysoką efektywność ekstrakcji oraz wysokie stężenie spilantolu w ekstrakcie, wynoszące ok. 0,09%, przy zawartości spilantolu w suszu wynoszącej 0,24%. Zaletą rozwiązania według wynalazku jest, iż wyekstrahowany susz opuszczający proces ekstrakcji jest wysycony etanolem, zawierającym jedynie znikomą ilość spilantolu, co powoduje że wydajność procesu ekstrakcji przekracza 95% i zapobiega istotnym stratom spilantolu. Ponadto, w porównaniu z ekstrakcją prowadzoną w pojedynczym ekstraktorze wzrasta o 30% stężenie spilantolu w ekstrakcie, co zmniejsza czasochłonność, pracochłonność i koszty energetyczne operacji oddestylowania etanolu z pozyskanego ekstraktu, a także zużycie etanolu.

Zastosowanie rozwiązania według wynalazku pozwala na wyeliminowanie kontaktu spilantolu z tlenem z powietrza, poprzez wprowadzanie do ekstraktora stałego strumienia gazu inertnego, co przyczynia się do zapobiegania utlenianiu spilantolu.

Otrzymanie sposobem według wynalazku klarownego ekstraktu spilantolu o stężeniu 5 – 8% o barwie jasnożółtej, w TGKK – rozpuszczalniku kompatybilnym ze składnikami docelowych preparatów przeciwzmarszczkowych, umożliwi jego bezpośrednie zastosowanie w produkcji kosmetyków.

Przedmiot wynalazku w przykładzie wykonania przedstawiono na rysunku, na którym Fig. 1 przedstawia schemat periodycznej trójstopniowej ekstrakcji spilantolu z suszu *Acmella oleracea*, a Fig. 2 przedstawia ekstraktor w przekroju poprzecznym.

Sposób według wynalazku przedstawiono w poniższych przykładach wykonania.

Przykład 1

Periodyczną, trójstopniową ekstrakcję suszu *Acmella oleracea* etanolem, prowadzi się w systemie trzech ekstraktorów (A, B, C). Ekstraktor stanowi zbiornik (1) o pojemności roboczej 28,6 dm³ wykonany z polietylenu HDPE typ 1H2/X61/S, ze szczelną pokrywą (2) o średnicy 250 mm, z otworem o średnicy 25 mm w środku pokrywy (2) oraz otworem o średnicy 11 mm z boku pokrywy (2). Do wnętrza ekstraktora wprowadza się rurę przelewową (3) o średnicy 25 mm, która w dolnej części posiada perforację w postaci 120 otworów o średnicy 4 mm, a na wysokości 425 mm posiada dwa współosiowe otwory przelewowe o średnicy 10 mm. Wewnątrz rury przelewowej (3) mocuje się króciec (4) aluminiowy, przez który wprowadza się do ekstraktora strumień gazu inertnego z intensywnością 1 – 2 dm³/min.

Proces ekstrakcji rozpoczyna faza wstępna, trwająca 3 doby, podczas której w odstępie 24 godzin napełnia się kolejne ekstraktory. W fazie cyklicznej pełny cykl ekstrakcyjny obejmuje dwa etapy i trwa 1 dobę. Przerwa czasowa między etapem A i B wynosi od 2 do 3 godzin.

Faza wstępna: Do ekstraktora A wprowadza się rozdrobniony materiał roślinny w postaci suszu (S): kwiatów, liści i łodyg *Acmella oleracea* w ilości 5,75 kg i 16,5 kg etanolu o stężeniu 95,6%, następnie wprowadza się strumień azotu o natężeniu przepływu 1 – 2 dm³/min w czasie 24 godzin.

Po 24 godzinach ekstraktor B napełnia się suszem w ilości 5,75 kg, zalewa ekstraktem z ekstraktora A i uzupełnia etanolem o stężeniu 95,6% w ilości zapewniającej całkowite zalanie złoża suszu. Susz po pierwszej ekstrakcji w ekstraktorze A zalewa się etanolem o stężeniu 95,6% w ilości zapewniającej całkowite zalanie złoża suszu. Do ekstraktorów A i B wprowadza się strumień azotu o natężeniu przepływu 1 – 2 dm³/min. w czasie 24 godzin.

Po 48 godzinach ekstraktor C napełnia się suszem w ilości 5,75 kg, zalewa ekstraktem z ekstraktora B i uzupełnia ekstraktem z ekstraktora A w ilości zapewniającej całkowite zalanie złoża suszu medium ekstrahującym. Susz po pierwszej ekstrakcji w ekstraktorze B oraz susz po drugiej ekstrakcji w ekstraktorze A zalewa się etanolem o stężeniu 95,6% w ilości zapewniającej całkowite zalanie złoża suszu medium ekstrahującym. Do ekstraktorów A, B, C wprowadza się strumień azotu o natężeniu przepływu 1 – 2 dm³/min. w czasie 24 godzin.

Faza cykliczna: Ekstrakt etanolowy odbiera się z ekstraktora, który w poprzednim cyklu był napełniony świeżym suszem, a wyekstrahowany materiał roślinny (WS) odbiera się z ekstraktora zawierającego susz po trzech ekstrakcjach.

Opróżniony ekstraktor napełnia się świeżym suszem w ilości 5,75 kg, w pierwszej kolejności zalewa ekstraktem z ekstraktora zawierającego susz po jednej ekstrakcji, a w drugiej kolejności ekstraktem z ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach. Do napełnienia opróżnionego ekstraktora zawierającego susz po jednej ekstrakcji, używa się w pierwszej kolejności ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach, a w drugiej kolejności etanol o stężeniu 95,6%, natomiast do napełnienia opróżnionego ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach używa się etanol o stężeniu 95,6%.

W wyniku pojedynczego cyklu ekstrakcyjnego, z jednego ekstraktora uzyskuje się średnio 11,9 kg ekstraktu etanolowego, zawierającego 13,3 g spilantolu, co odpowiada wydajności ekstrakcji równej średnio 97,6%. Wstępnie zatęży się ekstrakt etanolowy do 1/8 masy, następnie kontaktuje z węglem aktywnym w ilości 70 g, oddziela węgiel przez filtrację i odparowuje etanol na wyparce rotacyjnej pod zmniejszonym ciśnieniem 20 – 80 mmHg, uzyskując 213 g jasnobrązowej pozostałości, zawierającej 13,0 g spilantolu.

Pozostałość umieszcza się w kolbie okrągłodennej, dodaje 0,5 dm³ chlorku, metylenu, kolbę przedmucha się azotem i miesza intensywnie na mieszadle magnetycznym przez 30 min, po czym warstwę chlorku metylenu dekantuje się z nad jasnej żywicowatej substancji na dnie kolby. Pozostałość ponownie zadaje się 0,5 dm³ chlorku metylenu i operacje powtarza w sposób opisany wyżej. Z połączonych ekstraktów odparowuje się rozpuszczalnik na wyparce rotacyjnej pod zmniejszonym ciśnieniem 20 – 80 mmHg, otrzymując 133 g jasnobrązowej żywicy (ekstrakt wtórny), zawierającej 12,8 g spilantolu.

Ekstrakt wtórny umieszcza się w kolbie okrągłodennej o pojemności 1 dm³, dodaje się 140 g triglicerydu kapronowo-kaprylowego (TGKK) i miesza intensywnie w atmosferze azotu przez 60 min, po czym górną warstwę dekantuje się z nad żywicowatej substancji na dnie kolby, uzyskując 240 g surowego ekstraktu spilantolu w triglicerydzie kapronowo-kaprylowym. Następnie dodaje się 100 g heksanu i miesza intensywnie na mieszadle magnetycznym przez 30 min w atmosferze azotu, po czym dekantuje się górną warstwę ekstraktu z nad strąconych substancji żywicowatych do kolby okrągłodennej. Dodaje się 5 g węgla aktywnego, miesza przez 180 min w atmosferze azotu, filtruje i odparowuje heksan do stałej masy, uzyskując 212 g ekstraktu finalnego o barwie jasnożółtej i średnim stężeniu spilantolu 5,96%.

Przykład 2

Postępując jak w przykładzie 1, przy czym stosuje się etanol o stężeniu 93,5%. Do rozcieńczenia surowego ekstraktu spilantolu w triglicerydzie kapronowo-kaprylowym stosuje się 120 g cykloheksanu o temperaturze wrzenia 81°C. Po oddestylowaniu cykloheksanu pod zmniejszonym ciśnieniem 20 – 80 mmHg, uzyskuje się klarowny, jasnożółty ekstrakt spilantolu w TGKK w ilości 214 g, zawierający 5,90% spilantolu.

Przykład 3

Postępując jak w przykładzie 1, przy czym stosuje się etanol o stężeniu 92%. Do rozcieńczenia surowego ekstraktu spilantolu w triglicerydzie kapronowo-kaprylowym stosuje się 150 cm³ eteru naftowego o temperaturze wrzenia od 70°C do 90°C jako mieszaniny węglowodorów alifatycznych. Oczyszczanie ekstraktu prowadzi się w atmosferze argonu. Po oddestylowaniu eteru naftowego pod zmniejszonym ciśnieniem 20 – 80 mmHg, uzyskuje się klarowny, jasnożółty ekstrakt spilantolu w TGKK w ilości 215 g, zawierający 5,85% spilantolu.

Przykład 4

Do ekstraktora stanowiącego zbiornik (1) wprowadza się rozdrobniony materiał roślinny (S) *Acmella oleracea* w ilości 5,75 kg i 16,5 kg etanolu o stężeniu 95,6%, zbiornik zamyka się pokrywą (2), następnie rurą przelewową (3) wprowadza się strumień azotu o natężeniu przepływu 1 – 2 dm³/min. Po 24 godzinach ekstrakcji uzyskuje się 11,9 kg ekstraktu o zawartości spilantolu 0,075%, co odpowiada wydajności ekstrakcji równej 65,5%. Dalsze oczyszczanie ekstraktu pierwotnego prowadzi się analogicznie jak w przykładzie 1.

Urządzenie do otrzymywania ekstraktu spilantolu na bazie roślin astrowatych w postaci zbiornika charakteryzuje się tym, że zbiornik zamknięty pokrywą, wyposażony jest w pionową rurę o średnicy od

20 do 30 mm, sięgającą dolnej części ekstraktora, posiadającą w dolnej części perforację w postaci otworów umożliwiających cyrkulację ekstraktu oraz otwory przelewowe o średnicy co najmniej 10 mm na wysokości, do której ekstraktor napełniany jest suszem lub zakończoną na tej wysokości, przy czym rura przelewowa zakończona jest od góry króćcem doprowadzającym gaz inertny.

Literatura

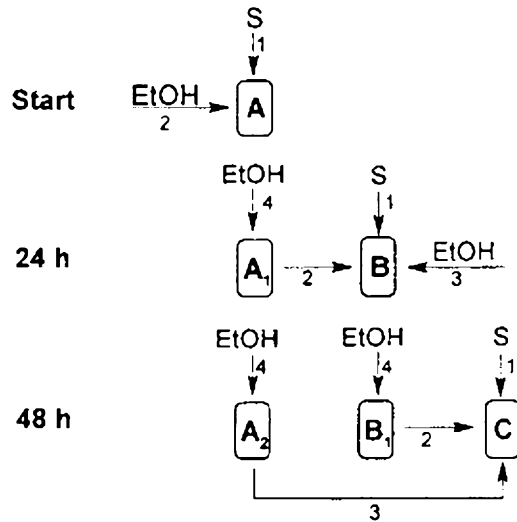
- Barbosa A. F. i in.** 2016, Spilanthol: Occurrence, extraction, chemistry and biological activities. *Brazilian Journal of Pharmacognosy* 26(1): 128–133.
- Bin Cheng Y. i in.** 2015, Alkylamides of *Acmella oleracea*. *Molecules* 20(4): 6970–6977.
- De Spiegeleer B. i in.** 2013. Skin penetration enhancing properties of the plant *N*-alkylamide spilanthol. *Journal of Ethnopharmacology* 148(1): 117–125.
- Freitas-Blanco V. S. et al., 2016:** „Development and evaluation of a novel mucoadhesive film containing *Acmella Oleracea* extract for oral mucosa topical anesthesia”, *PLOS ONE*, 11(9), 1–19.
- Moreno S. C. et al., 2012:** „Bioactivity of compounds from *Acmella oleracea* against *Tuta absoluta* (Meyrick) (Lepidoptera: Gelechiidae) and selectivity to two non-target species”, *Pest Management Science*, 68(3), 386–393.
- Rao B. G., Rao Y. V., Rao T. M. 2012:** „Hepatoprotective activity of *Spilanthes acmella* Extracts against CCl_4 - induced liver toxicity in rats”, *Asian Pacific Journal of Tropical Disease*, 2, 208–211.
- Sharma V. et al., 2011:** „*Spilanthes acmella* ethanolic flower extract: LC-MS alkylamide profiling and its effects on sexual behavior in male rats”, *Phytomedicine*, 18(13), 1161–1169.
- Simas N. K. et al., 2013:** „Acetylenic 2-phenylethylamides and new isobutylamides from *Acmella oleracea* (L.) R. K. Jansen, a Brazilian spice with larvicidal activity on *Aedes aegypti*”, *Phytochemistry Letters*, 6(1), 67–72.

Zastrzeżenie patentowe

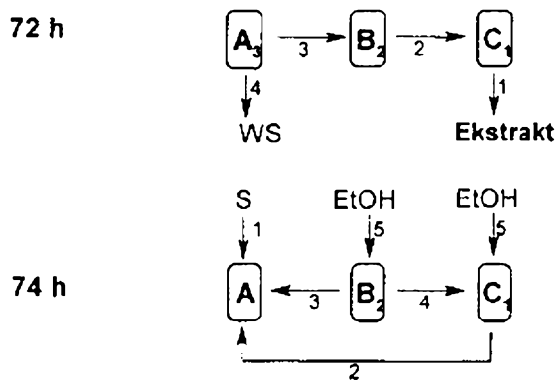
1. Sposób otrzymywania ekstraktu spilantolu na bazie roślin astrowatych, **znamienny tym**, że ekstrakcję prowadzi się metodą periodycznej, trójstopniowej ekstrakcji suszu roślin astrowatych, *Acmella oleracea* w systemie trzech ekstraktorów zawierających kolejno susz świeży, susz po jednej ekstrakcji oraz susz po dwu ekstrakcjach etanolem o stężeniu od 90,0% do 95,6% w ilości od 2,5 do 3,5 kg alkoholu/1 kg suszu, prowadząc proces przy stałym strumieniu gazu inertnego o natężeniu przepływu od 1 do 2 dm³/min w czasie 24 godzin, przy czym do napełnienia ekstraktora zawierającego susz świeży używa się w pierwszej kolejności ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po jednej ekstrakcji, w drugiej kolejności używa się ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach, natomiast do napełnienia opróżnionego ekstraktora zawierającego susz po jednej ekstrakcji, używa się w pierwszej kolejności ekstraktu z ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach, a w drugiej kolejności etanol, natomiast do napełnienia opróżnionego ekstraktora zawierającego susz po dwu ekstrakcjach używa się etanol, wyekstrahowany susz odbiera się z ekstraktora zawierającego susz po trzech ekstrakcjach, ekstrakt etanolowy odbiera się z ekstraktora, który w cyklu poprzedzającym był napełniony świeżym suszem, następnie zatęża się, oczyszcza węglem aktywnym w ilości od 10 do 15 g, filtruje a etanol odparowuje znanymi metodami, pozostałość ekstrahuje dwukrotnie chlorkiem metylenu w ilości od 75 cm³ do 120 cm³ w atmosferze gazu inertnego, następnie z połączonych ekstraktów odparowuje się rozpuszczalnik znanymi metodami, a pozostałość ekstrahuje triglicerydem kapronowo-kaprylowym w ilości od 20 do 30 g TGKK, surowy ekstrakt rozcieńcza się niskowrzącym węglowodorem alifatycznym lub ich mieszaniną w ilości od 15 g do 25 g, przy czym jako węglowodór alifatyczny stosuje się heksan, pentan, cykloheksan, natomiast jako mieszaninę węglowodorów alifatycznych stosuje się eter nadtowy, po czym miesza się w atmosferze gazu inertnego, korzystnie azotu o czystości od 99,000 do 99,999% lub argonu o czystości od 99,000 do 99,999%, dekantuje od strąconych substancji żywicowatych, po czym kontaktuje się z węglem aktywnym, w ilości od 0,5 g do 1,0 g, filtruje, odparowuje węglowodór alifatyczny, finalnie otrzymuje się ekstrakt w TGKK o stężeniu od 5 do 8% spilantolu.

Rysunki

SCHEMAT PERIODYCZNEJ, TRÓJSTOPNIOWEJ EKSTRAKЦИИ
FAZA WSTĘPNA



EKSTRAKCIJA CYKLICZNA (jeden pełny cykl)



gdzie:

- A, B i C - oznaczenia ekstraktorów
- S - susz świeży
- A₁, B₁, C₁ - susz po pierwszej ekstrakcji
- A₂, B₂, C₂ - susz po drugiej ekstrakcji
- A₃, B₃, C₃ - susz po trzeciej ekstrakcji
- WS - wyekstrahowany susz
- - poszczególne operacje
- 1 - 5 - kolejność operacji

Fig. 1

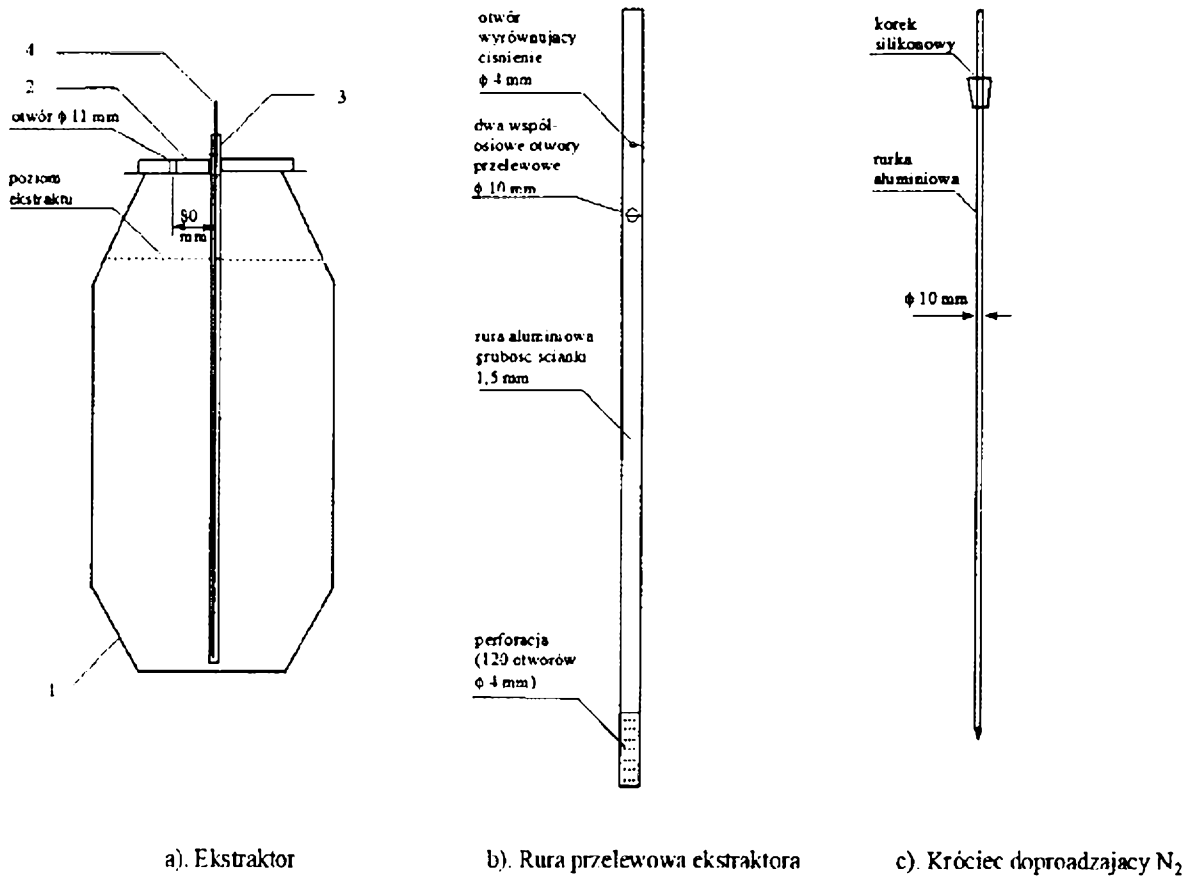


Fig.2.