



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,  
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(51) МПК  
*C11B 9/00* (2006.01)  
*C11B 9/02* (2006.01)

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2009143766/13, 27.11.2009

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
27.11.2009

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 27.11.2009

(43) Дата публикации заявки: 10.06.2011 Бюл. № 16

(45) Опубликовано: 10.11.2011 Бюл. № 31

(56) Список документов, цитированных в отчете о  
поиске: CN 1616618, 18.05.2005. Войткевич С.А.

Эфирные масла для парфюмерии и  
ароматерапии. - М.: Пищевая  
промышленность, 1999, с.273. Сидоров И.И.  
и др. Технология натуральных эфирных  
масел и синтетических душистых веществ. -  
М.: Легкая и пищевая промышленность,  
1984, с.136-141, 144, 145.

Адрес для переписки:

414011, г.Астрахань, ул. Саранская, 13, ООО  
НПП "АСТРА-ФИТОС"

(72) Автор(ы):

Ковалев Вячеслав Борисович (RU),  
Тырков Алексей Георгиевич (RU),  
Великородов Анатолий Валериевич (RU),  
Носачев Станислав Борисович (RU),  
Дегтярев Олег Владимирович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

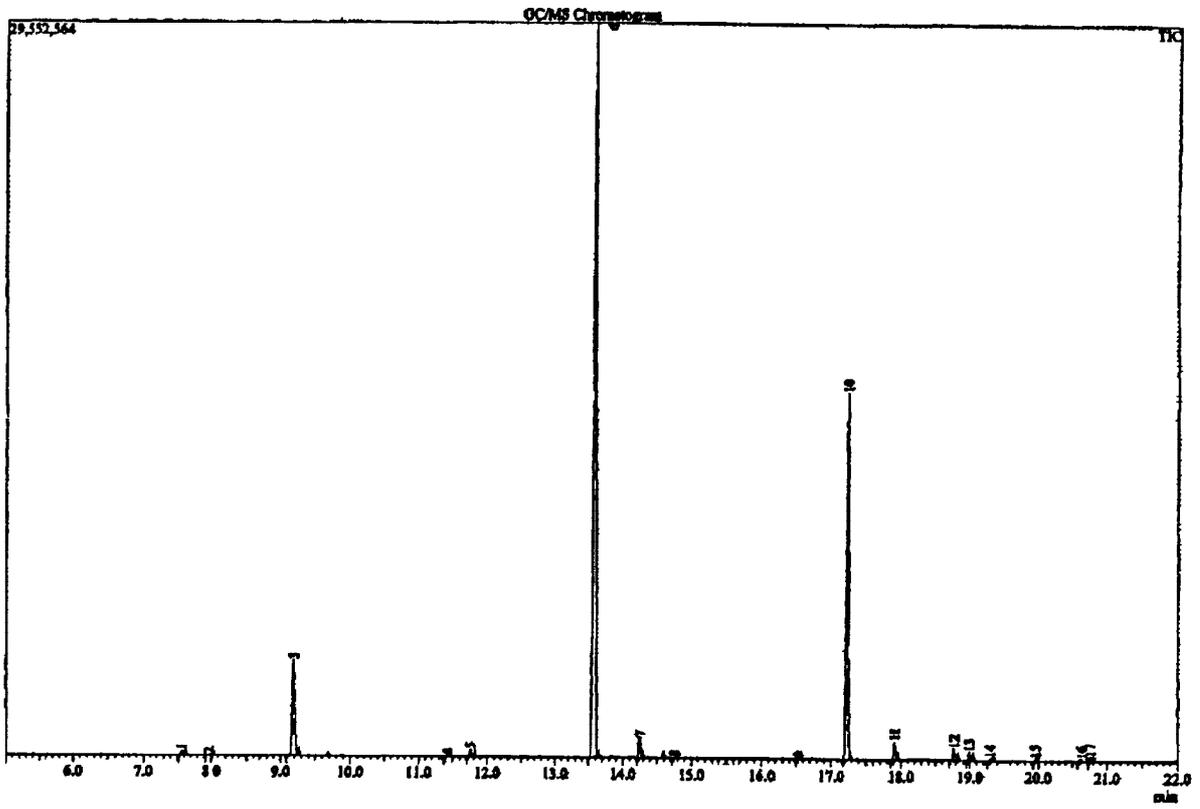
Общество с ограниченной ответственностью  
научно-производственное предприятие  
"АСТРА-ФИТОС" (ООО НПП "АСТРА-  
ФИТОС") (RU)

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ И СОСТАВ ЭФИРНОГО МАСЛА ИЗ ЛОФАНТА АНИСОВОГО**

(57) Реферат:

Изобретение относится к пищевой промышленности. Эфирное масло из лопанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.), полученное обработкой лопанта, собранного в фазу цветения, водяным паром, при этом используют надземную часть лопанта, измельченную до частиц размером 1,0-3,0 мм, а экстракцию водяным паром проводят в

течение 4-6 часов. Изобретение позволяет получить эфирное масло из лопанта, включающее метилхавикол с более высоким выходом с одновременным извлечением 16 других биологически активных компонентов, разработать упрощенный способ его получения, с сохранением его физиологической активности. 2 н. и 1 з.п. ф-лы, 1 ил., 7 табл.



RU 2433166 C2

RU 2433166 C2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,  
PATENTS AND TRADEMARKS

(51) Int. Cl.  
**C11B 9/00** (2006.01)  
**C11B 9/02** (2006.01)

**(12) ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2009143766/13, 27.11.2009**

(24) Effective date for property rights:  
**27.11.2009**

Priority:

(22) Date of filing: **27.11.2009**

(43) Application published: **10.06.2011** Bull. 16

(45) Date of publication: **10.11.2011** Bull. 31

Mail address:

**414011, g.Astrakhan', ul. Saranskaja, 13, OOO  
NPP "ASTRA-FITOS"**

(72) Inventor(s):

**Kovalev Vjacheslav Borisovich (RU),  
Tyrkov Aleksej Georgievich (RU),  
Velikorodov Anatolij Valerievich (RU),  
Nosachev Stanislav Borisovich (RU),  
Degtjarev Oleg Vladimirovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennost'ju  
nauchno-proizvodstvennoe predpriyatje "ASTRA-  
FITOS" (OOO NPP "ASTRA-FITOS") (RU)**

**(54) METHOD FOR PRODUCTION OF ESSENTIAL ANISE HYSSOP OIL AND ITS COMPOSITION**

(57) Abstract:

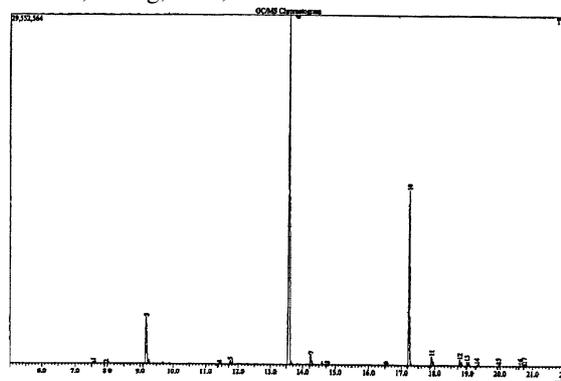
FIELD: food industry.

SUBSTANCE: essential anise hyssop oil (Lophanthus anisatus Benth.) is produced by treatment of hyssop gathered in the period of blossom with water steam, therewith one uses hyssop above-ground part milled till particles size is 1.0-3.0 mm, extracts them with water steam for 4-6 hours.

EFFECT: invention allows to produce hyssop essential oil containing methyl chavicol with higher yield with simultaneous extraction of other 16 biologically active components, to develop a simplified oil production method preserving the oil

physiological activity.

3 cl, 1 dwg, 7 tbl, 14 ex



RU 2 4 3 3 1 6 6 C 2

RU 2 4 3 3 1 6 6 C 2

Изобретение относится к медицине, в частности к фармации, и касается способа получения из растительного сырья эфирного масла, содержащего метилхавикол, и веществ, обладающих противогрибковым, бактерицидным, дезинфицирующим действием.

5 Наиболее близким техническим решением является способ получения эфирного масла [Любченко В.В. «Разработка добычи эфирных масел из нетрадиционного сырья» Автореф. дис. канд. техн. наук. Нац. политех. ин-т. Харьков. 2004, 20 с.].  
10 Способ получения эфирного масла заключается в обработке растительного сырья водяным паром, в качестве растительного сырья используют листья лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.), включающей метилхавикол, а обработку ведут 6-8 часов.

15 Недостатком эфирного масла, полученного по этому способу, является то, что способ его получения отличается повышенной длительностью - 6-8 часов, что приводит к потере метилхавикола, и способ не позволяет получать эфирное масло с более высоким выходом и одновременным извлечением других биологически активных компонентов (количество извлекаемых компонентов 10).

20 Нами было найдено, что измельчение сырья из лофанта, включающего метилхавикол, до частиц размера 1,0-3,0 мм, приводит к увеличению выхода масла, при проведении экстракции водяным паром в течение 4-6 часов (табл.2). При этом увеличивается одновременно извлечение других компонентов, которые способствуют проявлению фармакологического действия полученного масла (табл.4). При  
25 длительном извлечении при перегонке с водяным паром происходят потери ценных соединений, в частности метилхавикола и других компонентов (табл.3).

Потеря части ценных соединений является недостатком способа извлечения эфирных масел из растительного сырья перегонкой с водяным паром в течение более длительного времени.

30 Задачей, решаемой предлагаемым изобретением, является получение простым способом эфирного масла из лофанта анисового, включающей метилхавикол, с более высоким выходом масла и одновременным извлечением кроме метилхавикола 16 других компонентов (чертеж). Поставленная задача решается с помощью эфирного  
35 масла из растительного сырья, представляющего лофанта анисовый, включающего метилхавикол. Масло получено обработкой сырья водяным паром из надземной части лофанта (листья, соцветия), измельченного до частиц размером 1,0-3,0 мм, с последующей экстракцией водяным паром в течение 4-6 часов. Предпочтительно  
40 используют лофанта анисовый (*Lophantus anisatus* Benth.), собранный в фазу цветения. Измельчение сырья из лофанта до размера частиц 1,0-3,0 мм приводит к повышению выхода масла из лофанта. Одновременно с метилхавиколом извлекаются и другие ценные биологически активные компоненты, которые при другом измельчении не  
45 извлекаются в таком количестве. Измельчение сырья менее 1,0 мм (0,7 мм) привело к понижению выхода масла с 2,6% до 2,3% (табл.2, пример 9). Сырье, измельченное до размера частиц 1,0-3,0 мм, при определенном времени экстракции, 4-6 часов, позволяет  
50 получить масло из лофанта с более высоким содержанием и количеством активных компонентов, не нарушая их структуры, и соответственно с сохранением фармакологической активности масел из лофанта, содержащей метилхавикол. При более длительном времени экстракции, более 6 часов, могут проходить нежелательные реакции, что приводит к уменьшению метилхавикола и ряда других компонентов (табл.3, пример 13).

При измельчении сырья до частиц размером 9 мм не достигается высокий выход

эфирного масла (табл.1, выход эфирного масла составляет 1,5-1,8%). При степени измельченности сырья 0,7 мм уменьшается количество метилхавикола с 63,08% (табл.2, пример 8) до 34,1% (табл.2, пример 9).

Ниже показано содержание компонентов в полученном масле по заявляемому способу, фармакологическое действие которых известно из многочисленных литературных источников. Сведения о фармакологическом действии полученных масел из лофанта, содержащих метилхавикол в качестве основного компонента, приведены в таблице 4.

Отличием предлагаемого изобретения от ранее известного заключается в том, что в качестве сырья используют всю надземную часть растения, измельченную до частиц размером 1,0-3,0 мм, экстракцию проводят 4-6 часов. Техническим результатом предлагаемого решения является получение эфирного масла из лофанта, включающего метилхавикол, с более высоким выходом с одновременным извлечением 16 других биологически активных компонентов (табл.5), разработка упрощенного способа его получения, с сохранением его физиологической активности.

Способ получения эфирного масла из лофанта заключается в следующем. Высушенную траву (всю надземную часть) лофанта, собранную в период цветения, так как в этот период содержание эфирного масла и метилхавикола максимально (табл.6, 7), измельченную до необходимого размера частиц, 1,0-3,0 мм, помещают в установку для получения эфирного масла и экстрагируют водяным паром в течение 4-6 часов, с последующим отделением эфирного масла.

Химический состав полученных образцов эфирного масла исследовали методом хромато-масс-спектрометрии на приборе Agilent с библиотекой 40 тыс. химических соединений, количественное определение компонентов эфирного масла проводили методом газожидкостной хроматографии на хроматографе Shimadzu QP 2010 с масс-селективным детектором. Для идентификации использовали библиотеку масс-спектров NIST 02. Хроматографирование осуществляли на колонке MDN-1 (метилсиликон, твердосвязанный) 30 м, диаметр - 0,25 мм. Режим хроматографирования: инжектор - 180°C; детектор - 200°C; интерфейс - 210°C; газ-носитель - гелий 1 мл/мин при делении потока 20:1; термостат 60°C - 1 мин, 2 град/мин - до 70°C, 5 град/мин - до 90°C, 10 град/мин - до 180°C, 20 град/мин - до 280°C, далее изотерма - 1 мин. Содержание компонентов эфирного масла приведено в масс.%.  
35

#### Пример 1.

Точную навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.), измельченную до размера частиц 9 мм, помещают в установку для получения эфирного масла перегонкой с водяным паром. Перегонный куб присоединяют к парообразователю через патрубок, расположенной в нижней части перегонного куба. Горячий водяной пар из парообразователя нагревается и передается в перегонный куб в течение 2 часов и, поднимаясь через сырье, увлекает с собой эфирное масло, при этом происходит экстракция эфирного масла водяным паром. Пары воды и эфирного масла, проходя через холодильник, конденсируются и скапливаются в сборнике. Эфирное масло легче воды, поэтому накапливается на ее поверхности. Эфирное масло отделяют от воды, сушат безводным натрия сульфатом и взвешивают. Эфирное масло представляет собой легкоподвижную жидкость от светло-желтого до желтого цвета, показатель преломления изменялся в незначительных пределах и равен  $n_D^{20}$  1,4700-1,5200. Относительная плотность изменялась в пределах  $d_4^{20}$  0,9360-1,0070. Выход и состав основных компонентов эфирного масла приведены в таблице 1.

## Пример 2.

Аналогичен примеру 1, только экстракцию эфирного масла водяным паром проводят в течение 4 часов (выход и состав приведены в таблице 1).

## Пример 3.

5 Аналогичен примеру 1, только экстракцию эфирного масла водяным паром проводят в течение 6 часов (выход и состав приведены в таблице 1).

## Пример 4.

10 Сырье (*Lophantus anisatus* Benth.) измельчено до частиц размером более 10 мм. Экстракцию эфирного масла водяным паром проводили 6 часов (выход и состав приведены в таблице 2).

## Пример 5.

15 Точную навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.), измельченного до частиц размером 10 мм, помещают в установку для получения эфирного масла перегонкой с водяным паром. Экстракцию водяным паром проводят 6 часов (выход и состав приведены в таблице 2).

## Пример 6.

20 Аналогичен примеру 4, только навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) измельчают до частиц размером 7,0 мм (выход и состав приведены в таблице 2).

## Пример 7.

25 Аналогичен примеру 4, только навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) измельчают до частиц размером 3,0 мм (выход и состав приведены в таблице 2).

## Пример 8.

30 Аналогичен примеру 4, только навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) измельчают до частиц размером 1,0 мм (выход и состав приведены в таблице 2).

## Пример 9.

35 Аналогичен примеру 4, только навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) измельчают до частиц размером 0,7 мм (выход и состав приведены в таблице 2).

## Пример 10.

40 Аналогичен примеру 4, только навеску сырья (100 г) лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) измельчают до частиц размером 1,0 мм. Экстракцию водяным паром проводят 2 часа (выход и состав приведены в таблице 3).

## Пример 11.

Аналогичен примеру 10, только экстракцию водяным паром проводят в течение 4 часов (выход и состав приведены в таблице 3).

## Пример 12.

45 Аналогичен примеру 10, только экстракцию водяным паром проводят в течение 6 часов (выход и состав приведены в таблице 3).

## Пример 13.

Аналогичен примеру 10, только экстракцию водяным паром проводят в течение 8 часов (выход и состав приведены в таблице 3).

50 Таким образом, в процессе поиска оптимальной степени измельченности сырья из наземной части лофанта анисового, содержащей метилхавикол, установлено, что оптимальным для достижения поставленной задачи является использование частиц размером 1,0-3,0 мм, так как при данной степени измельченности более высокий

выход эфирного масла сочетается с более высоким содержанием метилхавикола и других биологически активных компонентов (табл.2).

Эфирное масло из лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) за счет биологически активных компонентов - метилхавикола, изоэвгенилметилового эфира и лимонена оказывает противогрибковое действие (табл.4, пример 14).

#### Пример 14.

Противогрибковую активность эфирного масла лофанта анисового изучали в условиях *in vitro* в соответствии со стандартом М 27 методом серийных разведений NCCLS [Espenel-Ingroft A., Boyle K., Sheehan D.J. *Mycopathologia*, 2001, 150, P.101-115] в жидкой и плотной среде Сабуро [Сергеев Ю.В., Шпигель Б.И., Сергеев А.Ю. Фармакотерапия микозов. Медицина для всех. Москва, 2003, С.199]. В качестве тест-культур использовали микроорганизмы *Candida albicans* шт. 1029/13, *Microsporum canis* шт. 1173 и *Trichophyton rubrum* шт. 1220. Степень чувствительности исследуемых микроорганизмов к данным препаратам определяли визуально по зоне отсутствия роста вокруг носителя исследуемого препарата (фунгистатическое действие) или по подавлению роста микроорганизмов на 50% [Герхард Ф. Методы общей бактериологии. Т.2, Москва, Мир, 1983, С.29] (фунгицидное действие). Препаратом сравнения служил флуконазол, обладающий широким спектром антигрибкового действия. Исследование состояло из пяти серий экспериментов, к серийно разведенному препарату в диметилсульфоксиде в пробирках добавляли микробную взвесь, пробирки термостатировали при 24°C±3°C в течение 7 суток (*Candida albicans*) и 30 суток (*Microsporum canis* и *Trichophyton rubrum*) и определяли минимальную концентрацию вещества, способную задерживать рост тест-культуры. С целью изучения характера действия (фунгистатическое или фунгицидное) производили высевы на чашке Петри с суслон-агаром из всех пробирок. Чашки помещали в термостат на 7 суток (*Candida albicans*) и 30 суток (*Microsporum canis* и *Trichophyton rubrum*) при 24°C±3°C. Результаты действия эфирного масла приведены в таблице 4. Таким образом, оптимальным для достижения поставленной цели является использование частиц размером 1,0-3,0 мм, так как при данной степени измельченности более высокий выход эфирного масла сочетается с более высоким содержанием метилхавикола, изоэвгенилметилового эфира и лимонена. Результаты о содержании метилхавикола и других компонентов в эфирном масле от степени измельченности сырья представлены в таблице 2.

Предлагаемый способ получения эфирного масла из растительного сырья - лофанта анисового, включающего метилхавикол, отличается простотой и позволяет получать эфирное масло с более высоким выходом и одновременным увеличением других биологически активных компонентов с 10 до 16.

#### Приложения

Таблица 1					
Выход эфирного масла из сырья лофанта анисового ( <i>Lophantus anisatus</i> Benth.), измельченного до размера частиц 9 мм и содержания в нем метилхавикола, изоэвгенилметилового эфира и лимонена в зависимости от продолжительности экстракции					
№ примера	Продолжительность экстракции, часы	Выход эфирного масла (в % от воздушно-сухого сырья)	Количество основных компонентов эфирного масла (масс.% от цельного масла)		
			метилхавикол	изоэвгенилметилэфир	лимонен
1	2	1,5	15,8	10,5	4,8
2	4	1,7	31,2	6,9	2,1
3	6	1,8	54,6	5,2	1,7

5

10

Таблица 2  
Выход эфирного масла из сырья лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) и содержание в нем метилхавикола, изоэвгенилметилового эфира и лимонена в зависимости от степени измельченности (время экстракции 6 часов)

№ примера	Степень измельченности, мм	Выход эфирного масла (в % от воздушно-сухого сырья)	Количество основных компонентов эфирного масла (масс.% от цельного масла)		
			метилхавикол	изоэвгенилметилловый эфир	лимонен
4	более 10	0,7	17,1	10,3	4,2
5	10,0	1,2	17,3	10,1	4,3
6	7,0	1,8	22,7	14,1	5,0
7	3,0	2,4	54,2	15,2	4,7
8	1,0	2,6	63,08	24,05	8,15
9	0,7	2,3	34,1	12,8	4,6

15

20

Таблица 3  
Выход эфирного масла из сырья лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.), измельченного до размера частиц 3,0 мм, и содержание в нем метилхавикола, изоэвгенилметилового эфира и лимонена в зависимости от продолжительности экстракции

№ примера	Время экстракции, часов	Выход эфирного масла (в % от воздушно-сухого сырья)	Количество основных компонентов эфирного масла (масс.% от цельного масла)		
			метилхавикол	изоэвгенилметилловый эфир	лимонен
10	2	2,3	35,43	10,28	2,90
11	4	2,6	62,51	22,47	6,12
12	6	2,6	63,08	24,05	8,15
13	8	2,5	61,17	21,16	7,74

25

30

Таблица 4  
Фунгистатическая (ФС), фунгицидная (ФЦ) активность эфирного масла из сырья лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) по отношению к ряду микроорганизмов в сравнении со стандартом флуконазолом

Действие эфирного масла	Микроорганизмы		
	Концентрация, мкг/мл		
	<i>Candida albicans</i> шт. 1029/13	<i>Microsporum canis</i> шт. 1173	<i>Trichophyton rubrum</i> шт. 1220
ФС	40	80	40
ФЦ	80	160	80
Флуконазол (ФС)	40	40	40

35

40

45

50

Таблица 5  
Количественный состав эфирного масла лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) по данным газовой хроматографии

№ пика	Время выхода	Содержание, %	Идентифицированное соединение
1	7,566	0,32	Амилвинилкарбинол
2	7,965	0,06	β-мирцен
3	9,182	8,14	Лимонен
4	11,421	0,07	Линалол
5	11,749	0,50	1-октенилацетат
6	13,584	63,08	Метилхавикол (n-аллилизол)
7	14,246	1,07	1,3,5-триэтильбензол
8	14,749	0,12	Хавикол
9	16,530	0,09	Изоэвгенол
10	17,232	24,01	Изоэвгенилметилловый эфир
11	17,907	0,90	Кариофиллен
12	18,771	0,55	Гермакрен D
13	18,992	0,34	γ-Элемен
14	19,301	0,15	Δ-кадинен
15	19,955	0,12	Гермакрен D-4-ол
16	20,629	0,24	τ-мууролол
17	20,756	0,24	α-кадинол

Таблица 6

Содержание эфирного масла в надземной части лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) в зависимости от фазы развития растения (в % от массы абсолютно сухого сырья)

Номер образца	Фаза развития растения	Содержание масла
1	фаза развития	1,1
2	фаза бутонизации	2,3
3	фаза цветения	2,6
4	фаза плодоношения	0,6

Таблица 7

Содержание эфирного масла в надземных органах лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) в зависимости от фазы развития растения (в % от массы абсолютно сухого сырья)

Фаза развития	Стебель	Листья	Соцветия
Фаза развития	0,03	0,75	-
Фаза бутонизации	0,04	1,54	2,46
Фаза цветения	0,04	1,32	2,81
Фаза плодоношения	0,03	0,66	-

### Формула изобретения

1. Эфирное масло из лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.), полученное обработкой лофанта, собранного в фазу цветения, водяным паром, при этом используют надземную часть лофанта, измельченную до частиц размером 1,0-3,0 мм, а экстракцию водяным паром проводят в течение 4-6 ч.

2. Эфирное масло по п.1, включающее в качестве основного компонента метилхавикол в количестве 63,08 мас.% и дополнительно изоэвгенилметилловый эфир 24,05 мас.%, лимонен 8,15 мас.%.

3. Способ получения эфирного масла из лофанта анисового (*Lophantus anisatus* Benth.) по п.1, характеризующийся тем, что надземную часть лофанта, собранного в фазу цветения, измельчают до частиц размером 1,0-3,0 мм и проводят экстракцию водяным паром в течение 4-6 ч, с последующим отделением эфирного масла.