



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2009 00271**

(22) Data de depozit: **30.03.2009**

(41) Data publicării cererii:
30.09.2010 BOPI nr. 9/2010

(71) Solicitant:
• **BIȘBOACĂ SIMONA ELENA,**
STR. IULIU MANIU, NR. 8, AP. 2A,
ORADEA, BH, RO

(72) Inventatori:
• **BIȘBOACĂ SIMONA ELENA,**
STR. IULIU MANIU, NR. 8, AP. 2A,
ORADEA, BH, RO

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A POLIFENOLILOR DIN
TESCOVINA DE STRUGURI**

(57) **Rezumat:**

Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a polifenolilor din tescovină de struguri, constând din triturarea și măcinarea, la o granulație mai mică de 500 μ, a tescovinei selecționate care a fost depozitată la temperaturi mai mici de 10°C, uscarea la 25...75°C până la un conținut de umiditate sub 15%, extragerea polifenolilor la 40...80°C, cu soluție apoasă 40...80% de

etanol, timp de 15 min până la 20 h, filtrarea extractului prin filtru presă cu porozitate 25 μ, evaporarea solventului și pulverizarea soluției apoase de polifenoli în atomizor, pentru a se obține un produs sub formă de pulbere cu un conținut de minimum 85% polifenoli.

Revendicări: 14

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



1. 

4

Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri

Invenția se referă la un procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri. Compușii fenolici sunt derivați mono sau polihidroxic ai arenelor în care gruparea hidroxil este legată direct de un radical aril. Dintre compușii fenolici, în struguri, must, reziduuri și vin se întâlnesc: acizii fenolici, substanțele colorate și substanțele tanante. Strugurele conține un număr mare de substanțe fenolice a căror importanță, în metabolismul și dezvoltarea vitei de vie, este egală cu a glucidelor, acizilor organici, substanțelor proteice și a sărurilor minerale. Polifenolii se acumulează în părțile solide ale strugurilor (rahis, pielite, seminte) și prin procesul de macerare-fermentare pe bostina trec în must și vin. Polifenolii totali în struguri au valori cuprinse între: 2,9-5,7 g/kg. În funcție de metoda de vinificație aplicată, trec în must, respectiv în vin, până la 50% din aceștia, restul rămânând în tescovina.

Cantitatea de compuși fenolici din struguri, depinde de soi, de condițiile climatice anuale, de sol și factori agrotehnici. Taninurile catechinice se găsesc în cantitate mai mare în strugurii roșii, comparativ cu cei albi. Acumularea catechinelor este influențată de biotop, cât și soiuri de struguri pentru vin. Taninurile sunt substanțe de origine vegetală constituite din compuși polifenolici care se împart în două grupe principale:

- taninurile catechinice denumite și taninuri condensate sau procianidine (din grupa cărora fac parte și taninurile din struguri);

- taninurile hidrolizabile ce conțin galotaninuri și elagitaninuri.

Taninurile din struguri sunt prezente în special în coaja și sămburele strugurelui.

Aceste două grupe se disting prin natura compușilor polifenolici care le constituie. Taninurile catechinice cuprind derivați catechinici, oligomeri și polimeri procianidolici constituiți din unități de 3-flavanol și 3,4-flavandiol. În mod particular taninurile din sămburele și coaja de struguri sunt constituiți din catehină, epicatehină și epicatehingalat. Polimerii din coaja de strugure sunt mai lungi decât polimerii de tanin din strugure. Galo-taninurile din grupa taninurilor hidrolizabile sunt constituite din polimeri de glucoză și acid galic iar elagitaninurile din aceeași grupă sunt constituiți din polimeri de glucoză și acizi elagic, galic sau hexa-hidroxi-difenolic.

Taninurile au o capacitate puternică de a se combina cu proteinele.

Ele sunt utilizate de asemenea pentru a ameliora calitățile organoleptice și gustative ale vinurilor. Taninurile se mai utilizează în industria alimentară, în domeniul farmaceutic, în cosmetică, în ceramică, în industria textilă.

Taninurile din struguri nu sunt utilizate pe scară industrială în fabricarea vinurilor datorită conținutului scăzut în compuși polifenolici a extractelor obținute.

Procedeele actuale utilizate pentru prepararea taninurilor din struguri determină o degradare importantă a acestor compuși.

Chiar dacă proporția de compuși polifenolici în struguri este mică, se utilizează taninurile din struguri ca medicament în tratarea afecțiunilor cardio-vasculare.

Principiul activ este fracția de oligomeri procianidolici conținuți în tanin.

Dar, datorită degradabilității mărite a acestor taninuri, puritatea acestei fracții în medicamentele actuale nu depășește 20%.

Procedeu clasic de obținere a taninurilor din struguri constă în efectuarea unei extracții solid-lichid într-un solvent apos; eliminarea solventului apos din extractul rezultat pentru a obține un concentrat de tanin brut; purificarea fracției brute de tanin printr-o extracție

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII
Cerere de brevet de invenție
No. <i>a 200900 271</i>
Data depunerii <i>30-03-2009</i>

lichid-lichid; evaporarea solventului în care taninul este solubilizat și apoi o filtrare pe carbon activ.

Extractele polifenolice din struguri au câștigat o atenție specială în industria farmaceutică, alimentară și băuturi datorită proprietăților lor antioxidante.

Studiile epidemiologice au evidențiat efectele consumului de vin roșu în reducerea bolilor cardiovasculare, acest fapt fiind corelat cu prezența polifenolilor în vin.

Este cunoscut în chimia polifenolilor că compușii polifenolici din surse vegetale sunt extrași cu solvenți apoși ca de exemplu: apă-acetonă; apă-alcool etilic; apă-metanol.

Etanolul apos 50-80% este de obicei utilizat pentru aceste extracții. Se cunoaște de asemenea că acetona și alcoolii pot fi utilizați pentru a extrage eficient acizii galici, monomerii catehici și procianidinele oligomerice din sămburi de struguri.

Brevetele US3435407 și US4698360 descriu o metodă de extracție a pro-antocianidinelor din coaja de pin cu excluderea taninurilor condensate polifenolice, prin extracție cu clorură de sodiu și precipitare. Aceste metode necesită extrageri repetate cu acetat de etil. Acetatul de etil este apoi redus prin evaporare și procianidinele polimerice sunt precipitate prin adaos de cloroform. Metodele prezentate de aceste brevete nu sunt aplicabile comercial și nu sunt sigure. Aceste metode necesită procese de partiție solvent-solvent ce presupun procesare specială cu instalații anti-ex. Pe de altă parte extractul nu este comercializabil datorită prezenței reziduurilor de solvenți.

Brevetul US5484594 descrie un proces în mai multe stadii pentru prepararea extractelor din sămburi de struguri bogate în oligomeri procianidolici. Extracția se face cu soluție apoasă de acetonă 80%, evaporarea solventului și concentrarea polifenolilor, urmat de refrigerare 24 de ore pentru precipitarea procianidinelor polimerice și filtrare.

Metoda include ultrafiltrarea extractului pentru înlăturarea substanțelor cu masă moleculară mare și o ultrafiltrare suplimentară pentru a minimiza procianidinele cu masă moleculară mare. Extractul ultrafiltrat este extras repetat cu acetat de etil pentru a extrage toate procianidinele oligomerice. Faza organică este concentrată la vid și oligomerii sunt precipitați prin adăugare de clorură de metilen. Precipitatul este centrifugat și uscat la 50 grade Celsius sub vid 24 de ore pentru a purifica extractul pudră. Utilitatea practică a procesului dependent de solvenți în mai multe faze este limitată datorită extracției cu acetonă necesare pentru a înlătura procianidinele polimerice din sămburii de struguri, înlăturare care necesită membrane selective și solvenți. De asemenea reziduurile de solvenți tind să rămână în extractele uscate.

Brevetul US5912363 descrie o metodă pentru extragerea pro-antocianidinelor din plante prin încălzire în soluții apoase la presiune și temperatură, urmat de filtrare prin filtru membrană și ultrafiltrare. Pro-antocianidinele sunt separate apoi cu o rășină absorbantă. Procesul este caracterizat atât de aplicabilitatea limitată și puritatea nesatisfăcătoare a extractului de proantocianidine. De asemenea utilizarea temperaturilor înalte necesită utilizarea filtrării prin membrane și limitează utilitatea practică a acestei metode.

Problema pe care o rezolvă invenția este asigurarea condițiilor pentru extragerea cu randamente ridicate a polifenolilor din tescovina de struguri prin mărirea suprafeței de contact dintre solvenți și faza solidă.

Procedeul de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri conform invenției înlătură dezavantajele menționate anterior prin aceea că este alcătuit din următoarele faze: recepția și selecția tescovinei de struguri; depozitarea tescovinei la temperaturi mai mici de 10 grade Celsius; triturarea și măcinarea tescovinei de struguri până la o granulație medie mai mică de 500 de microni; uscarea tescovinei măcinate la temperaturi cuprinse

între 25 și 70 grade Celsius până la un conținut de umiditate mai mic de 15%; depozitarea tescovinei uscate până la procesare la temperaturi mai mici de 20 grade Celsius; extracția polifenolilor din tescovină la temperatura de 40-80 grade Celsius timp de 15 minute- 20 de ore cu amestec apă-etanol; filtrare prin filtru presă cu porozitate de 25 microni; recuperarea alcoolului etilic prin evaporarea soluției în rotavapor; pulverizarea soluției apoase în atomizor; ambalarea pudrei rezultate și depozitare în spațiu ferit de raze solare la temperatură și umiditate controlată.

În continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

Exemplul Nr. 1:

500 kilograme de tescovină se recepționează și se selectează de părți cu pământ și mușcăi, după care se depozitează la temperatura de 8 grade Celsius timp de 24 de ore.

Tescovina este supusă unui proces de triturare și măcinare pe o moară cu bile până la o dimensiune medie a particulelor de 400 microni.

Tescovina măcinată este uscată la temperatura de 40 grade Celsius într-un tunel de uscare cu convecție forțată de aer, timp de 20 de ore până la un conținut de umiditate de 10% după care este depozitată în vederea procesării timp de 24 de ore. Rezultă 300 kilograme de tescovină uscată care este supusă procesului de extracție.

Extracția tescovinei se realizează într-un tanc extractor de 100 litri prevăzut cu încălzire și agitare cu 500 litri soluție apoasă de etanol de 50%, timp de 10 de ore la temperatura de 45 grade Celsius.

După extracție suspensia se filtrează printr-un filtru presă cu porozitate de 25 microni.

Soluția rezultată este încărcată într-un rotavapor unde se recuperează alcoolul etilic.

Soluția apoasă de polifenoli este pulverizată într-un atomizor.

Se obțin 5 kilograme de praf ce conțin 93% polifenoli cu următoarea compoziție:

13% monomeri; 75 % oligomeri; 12% polimeri.

Polifenolii rezultați se pot folosi în industria alimentară, farmaceutică, cosmetică etc.

**Revendicări:**

1. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că este alcătuit din următoarele faze: recepția și selecția tescovinei de struguri; depozitarea tescovinei de struguri; triturarea și măcinarea tescovinei de struguri ; uscarea tescovinei; depozitarea tescovinei uscate până la procesare; extracția polifenolilor din tescovină; filtrare prin filtru presă; recuperarea alcoolului etilic prin evaporarea soluției în rotavapor; pulverizarea soluției apoase în atomizor; ambalarea pudrei rezultate și depozitare în spațiu ferit de raze solare la temperatură și umiditate controlată.
2. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 1, depozitarea tescovinei umede se face la temperaturi mai mici de 10 grade Celsius;
3. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 1, triturarea și măcinarea tescovinei de struguri se efectuează până la o granulație medie mai mică de 500 microni;
4. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 1, uscarea tescovinei măcinate se face la temperaturi cuprinse între 25 și 75 grade Celsius până la un conținut de umiditate mai mic de 15%;
5. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 1, extracția polifenolilor din tescovină se face la temperatura de 40-80 grade Celsius timp de 15minute- 20 de ore cu soluție apoasă de etanol 40-80%;
6. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicările 1 și 5, filtrarea soluției cu extract se face prin filtru presă cu porozitate de 25 μm.
7. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 1, recuperarea alcoolului etilic din soluția cu extract se face prin evaporare pe rotavapor.
8. Procedeu de obținere a polifenolilor din tescovina de struguri caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 1, soluția apoasă cu extract de polifenoli este pulverizată în atomizor.
- 9.Extract de polifenoli caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicările 1-8 este un produs pulbere cu conținut de minim 85% polifenoli.
- 10.Supliment alimentar caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 9 conține extract de polifenoli.
- 11.Produs fitochimical caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 9 conține extract de polifenoli.
- 12.Produs cosmetic caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 9 conține extract de polifenoli.
- 13.Produs farmaceutic caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 9 conține extract de polifenoli.
- 14.Aditiv alimentar caracterizat prin aceea că în conformitate cu revendicarea 9 conține extract de polifenoli.