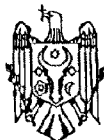




MD 557 Z 2013.06.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **557** (13) **Z**
(51) Int.Cl: *A23P 1/04* (2006.01)
B01J 13/06 (2006.01)
B01J 13/20 (2006.01)
C11B 5/00 (2006.01)
A61K 8/04 (2006.01)
A61K 8/11 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

(21) Nr. depozit: s 2012 0073 (22) Data depozit: 2012.05.11	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2012.11.30, BOPI nr. 11/2012
(71) Solicitanți: BAERLE Alexei, MD; TATAROV Pavel, MD; DIMOVA Olga, MD; COJOHARI Crestina, MD (72) Inventatori: BAERLE Alexei, MD; TATAROV Pavel, MD; DIMOVA Olga, MD; COJOHARI Crestina, MD (73) Titulari: BAERLE Alexei, MD; TATAROV Pavel, MD; DIMOVA Olga, MD; COJOHARI Crestina, MD	

(54) **Procedeu de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase**

(57) **Rezumat:**

1 Invenția se referă la industria alimentară și cosmetică, și anume la un procedeu de micro-
incapsulare a compozițiilor alimentare și cos-
metice uleioase, în scopul protejării de degra-
dări oxidative și menținerii în stare naturală a
substanțelor biologic active liposolubile.

Procedeul, conform invenției, include pre-
pararea compoziției alimentare și cosmetice
uleioase ce conține substanțe liposolubile și
1,0...10,0% de extract uleios de ceai, emulsio-
narea acesteia în soluție apoasă de gelatină de
3,0...4,0% cu pH-ul de 2,5...5,0, la agitare cu

2 viteza de 300...450 rot/min la temperatura de
5 75...90°C, micșorarea temperaturii până la
15...20°C și a vitezei de agitare până la 25...75
rot/min, tratarea cu soluție de sulfat de sodiu
de 12...16% în raport de 1:1, spălarea dublă a
10 microcapsulelor formate cu extract apos de
alge marine și separarea lor ulterioară.

Rezultatul constă în microîncapsularea
completă a fazei uleioase și obținerea micro-
capsulelor cu membrană proteică comestibilă,
15 stabile mecanic, termic și chimic.

Revendicări: 3

MD 557 Z 2013.06.30

(54) Process for microencapsulation of food and cosmetic oil compositions

(57) Abstract:

1 The invention relates to food industry and cosmetics, namely to a process for micro-encapsulation of food and cosmetic oil compositions, in order to protect them from oxidative degradation and to maintain the oil-soluble biologically active substances in the natural state.

The process, according to the invention, comprises the preparation of food and cosmetic oil composition containing oil-soluble substances and 1.0...10.0% of oil extract of tea, its emulsification in 3.0...4.0% aqueous gelatin solution with pH 2.5...5.0 with stirring at a speed of 300...450 rev./min at the

2 temperature of 75...90°C, reduction of temperature up to 15...20°C and stirring speed up to 25...75 rev./min, treatment with 12...16% solution of sodium sulfate in the ratio of 1:1, double washing of formed microcapsules with aqueous extract of marine algae and their subsequent separation.

The result is a complete microencapsulation of oil phase and obtaining of mechanically, thermally and chemically stable microcapsules with edible protein membrane.

Claims: 3

(54) Способ микрокапсулирования пищевых и косметических масляных композиций

(57) Реферат:

1 Изобретение относится к пищевой промышленности и косметике, а именно к способу микрокапсулирования пищевых и косметических масляных композиций, с целью их защиты от окислительной деструкции и сохранения маслорастворимых биологически активных веществ в натуральном состоянии.

Способ, согласно изобретению, включает подготовку пищевой и косметической масляной композиции, содержащей маслорастворимые вещества и 1,0...10,0% масляного экстракта чая, ее эмульгирование в 3,0...4,0% водном растворе желатина с pH 2,5...5,0 при перемешивании со скоростью

2 300...450 об./мин при температуре 75...90°C, уменьшение температуры до 15...20°C и скорости перемешивания до 25...75 об./мин, обработку 12...16% -ным раствором сульфата натрия в соотношении 1:1, двойную промывку образующихся микрокапсул водным экстрактом морских водорослей и их последующее отделение.

Результат состоит в полном микрокапсулировании масляной фазы и получении микрокапсул со съедобной белковой оболочкой, устойчивых механически, термически и химически.

П. формулы: 3

Descriere:

Invenția se referă la industria alimentară și cosmetică, și anume la un procedeu de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase, în scopul protejării de degradări oxidative și menținerii în stare naturală a substanțelor biologice active liposolubile.

5 Este cunoscut un procedeu de obținere a microcapsulelor, care include emulsionarea materialului de microîncapsulare în soluție de gelatină în prezența aditivilor, care micșorează solubilitatea gelatinei în soluții apoase, favorizează condensarea gelatinei pe suprafața picăturilor emulsiei cu formarea ulterioară a membranelor polimerice în stare solidă. În calitate de aditivi se utilizează particule feromagnetice, iar pentru formarea și fortificarea membranelor se utilizează soluții ale sărurilor metalelor polivalente [1].

Dezavantajul procedurii cunoscut constă în necesitatea adăugării substanțelor feromagnetice și a unor cantități esențiale de săruri ale metalelor polivalente, ceea ce nu este binevenit pentru utilizarea ulterioară a microcapsulelor în industria alimentară și cosmetică.

15 Mai este cunoscut un procedeu de microîncapsulare a substanțelor cu gust și aromă pentru obținerea produselor alimentare fără gust și aromă, care include utilizarea laptelui-praf degresat în calitate de agent de microîncapsulare, introducerea dozată a substanțelor cu gust și aromă cu ajutorul unei micropompe, uscarea ulterioară a emulsiei omogenizate prin dispersare cu obținerea unui produs în stare de pulbere [2].

20 Dezavantajele procedurii cunoscut constau în cantitatea mică de substanțe în componența microcapsulelor și stabilitatea scăzută a lor, care se manifestă prin păstrarea aromei substanțelor microîncapsulate în produsul finit, ceea ce confirmă faptul difuziei substanței microîncapsulate prin membranele microcapsulelor.

25 Cea mai apropiată soluție de procedeu propus include emulsionarea substanței încapsulate în soluție de metilceluloză, formarea membranelor microcapsulelor prin condensarea metilcelulozei pe suprafața picăturilor emulsiei, înlăturarea excesului fazei uleioase prin intermediul acetonei. Ca rezultat se obține suspensia apoasă a microcapsulelor [3].

Printre dezavantajele acestui procedeu poate fi menționată utilizarea în calitate de material pentru obținerea membranelor a metilcelulozei și prelucrarea microcapsulelor cu acetonă, care este toxică și inflamabilă.

30 Problema, pe care o rezolvă invenția propusă, este elaborarea unui procedeu de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice liposolubile, care exclude pierderea fazei uleioase biologice active, iar microcapsulele obținute conțin doar substanțe acceptabile în industria alimentară și cosmetică.

35 Procedul de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase include prepararea compoziției alimentare și cosmetice uleioase ce conține substanțe liposolubile și 1,0...10,0% de extract uleios de ceai, emulsionarea acestuia în soluție apoasă de gelatină de 3,0...4,0% cu pH-ul de 2,5...5,0 la agitare cu viteza de 300...450 rot/min la temperatura de 75...90°C, micșorarea temperaturii până la 15...20°C și a vitezei de agitare până la 25...75 rot/min, tratarea cu soluție de sulfat de sodiu de 12...16% în raport de 1:1, spălarea dublă a microcapsulelor formate cu extract apos de alge marine și separarea lor ulterioară.

40 Procedul de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase constă în prepararea fazei uleioase pentru microîncapsulare, care conține extract uleios de ceai, extracția algelor marine, prepararea soluțiilor de gelatină și de sulfat de sodiu, modelarea pH-ului soluției de gelatină cu acid citric, obținerea și stabilizarea emulsiei ulei/apă (U/A), 45 formarea membranelor microcapsulelor prin tratarea cu soluție de sulfat de sodiu, desulfatarea și stabilizarea microcapsulelor cu extract de alge marine, urmată de decantarea sau centrifugarea lor, în care faza uleioasă supusă microîncapsulării conține 1,0...10% de extract uleios de ceai; pH-ul soluției apoase de gelatină se modelează cu acid citric în intervalul 2,5...5,0; emulsia ulei/apă se formează prin agitarea fazei uleioase și a soluției de gelatină la temperatura de 75...90°C cu viteza de 300...450 rot/min; emulsia se stabilizează 50 prin răcirea lentă până la 15...20°C și prin micșorarea vitezei de agitare până la 25...75 rot/min; formarea membranelor microcapsulelor are loc prin adăugarea soluției de sulfat de sodiu de 12...16% în raport de 1:1; desulfatarea și stabilizarea microcapsulelor are loc prin tratarea acestora în două etape cu extract de alge 10% ($\frac{1}{4}$ din volumul total), iar separarea 55 microcapsulelor are loc prin decantare sau centrifugare.

Rezultatul constă în microîncapsularea completă a fazei uleioase și obținerea microcapsulelor cu membrană proteică comestibilă, stabilă mecanic, termic și chimic.

Rezultatul se datorează faptului că faza uleioasă, supusă microîncapsulării, conține 1,0-10,0% de extract uleios de ceai, care inițiază procesul de formare a membranelor proteice; concentrația soluțiilor de gelatină este de 3,0...4,0%, iar pH-ul lor se modelează cu acid citric în limitele 2,5...5,0, în care microcapsulele au stabilitate mecanică înaltă; emulsia U/A se formează prin agitarea compoziției alimentare sau cosmetice uleioase supusă microîncapsulării și a soluției de gelatină la temperatura de 75...90°C cu viteza de 300...450 rot/min, ce asigură mărimea necesară și stabilitatea mecanică ulterioară a microcapsulelor; emulsia se stabilizează prin răcirea lentă până la 15...20°C și micșorarea lentă a vitezei de agitare până la 25...75 rot/min, ce asigură stabilitatea fazelor emulsiei și formarea membranelor microcapsulelor; membranele microcapsulelor se deshidratează prin adăugarea soluției de sulfat de sodiu de 12...16% în raport de 1:1, pentru a asigura formarea membranelor și a evita coagularea prematură a gelatinei; microcapsulele se desulfatează și se stabilizează prin spălarea dublă cu extractul de alge marine de 10% ($1/4$ din volumul total), astfel își pierd gustul amar, caracteristic sulfatului de sodiu.

Faza uleioasă în care extractul uleios de ceai depășește limitele 1,0...10,0% nu se microîncapsulează complet. Concentrațiile de gelatină mai mici de 3,0% nu asigură încapsularea completă, iar la concentrații de gelatină mai mari de 4,0% suspensia se gelifică. La pH < 2,5 a soluției de gelatină membranele microcapsulelor își pierd elasticitatea și se sparg foarte ușor la acțiune mecanică, iar la pH > 5 devin moi și amorfe, ceea ce duce la microîncapsularea incompletă a uleiului. Formarea emulsiei U/A la temperaturi mai mici de 75°C și la viteza < 300 rot/min duce la mărirea dimensiunilor picăturilor de ulei, la temperaturi mai mari de 90°C este posibilă degradarea compoziției alimentare sau cosmetice uleioase supusă microîncapsulării, la viteza > 450 rot/min se formează o spumă stabilă, care împiedică microîncapsularea ulterioară. Scăderea rapidă a vitezei de agitare și răcirea bruscă duc la gelificarea emulsiei, împiedecand procesul de formare a membranelor microcapsulelor. Adăugarea soluției de sulfat de sodiu cu concentrația < 12% nu asigură stabilizarea membranelor gelatinoase, iar la concentrația soluției de sulfat de sodiu > 16% se formează un sediment mărunț nedorit în timpul administrării soluției în reactor, provocând coagularea gelatinei. O singură spălare a microcapsulelor cu extractul de alge marine de 10% ($1/4$ din volumul total) nu asigură desulfatarea lui completă.

Argumentarea necesității respectării condițiilor optime, indicate pentru realizarea procedurii de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase, se ilustrează prin exemple concrete de realizare, unii parametri fiind menționați în tabel.

Exemple de realizare a procedurii

Exemplul 1

Se pregătește mai întâi extractul de alge prin extracția cu apă a algelor uscate (raportul alge : apă de 1 : 9) la 80°C, 1...2 ore, după care reziduul solid se centrifughează, apoi soluțiile apoase de gelatină (2 g gelatină, 98 ml apă) și de sulfat de sodiu (20 g Na₂SO₄, 80 ml apă). Soluția de gelatină se aduce la pH = 5,5 prin acidulare cu acid citric. Faza uleioasă, supusă microîncapsulării, se pregătește prin amestecarea a 9 ml de ulei de floarea-soarelui cu 3,0 ml de concentrat de carotinoide. Soluția de gelatină se agită la temperatura camerei cu viteza de 100 rot/min. În această soluție se adaugă rapid faza uleioasă. Emulsia obținută se amestecă continuu la aceeași viteză și temperatură timp de 2 ore. În emulsie se administrează soluția de sulfat de sodiu cu viteza de debitare de 4,0 ml/min. Pe lângă microcapsulele ca atare în soluție se formează cheaguri de microcapsule. Acestea se înlătură mecanic, apoi în reactor se adaugă 50 ml de extract de alge. Agitarea continuă încă 40 min. La oprirea agitatorului microcapsulele formează un strat superior afânat, care mai conține cca 5...10% de fază uleioasă în stare liberă (neîncapsulată). Produsul se separă prin multiple decantări.

Exemplul 2

Se pregătește extractul de alge marine conform Exemplului 1. Se pregătește extractul uleios de ceai prin extracția cu ulei de floarea-soarelui a frunzelor uscate de ceai în raport de 5 : 1, la 80...90°C, timp de 1...2 ore, apoi urmează filtrarea extractului. Se pregătesc soluțiile apoase de gelatină (3,0 g gelatină, 97 ml apă) și de sulfat de sodiu (10 g Na₂SO₄, 90 ml apă). pH-ul soluției de gelatină se aduce la 2,0 prin adăugarea acidului citric. Faza uleioasă, supusă microîncapsulării, se pregătește prin amestecarea a 9,9 ml de ulei din semințe de struguri cu 0,1 ml de extract de ceai. Soluția de gelatină la temperatura de 95°C se agită la 200 rot/min. În această soluție se adaugă rapid faza uleioasă. Fazele se amestecă continuu, la viteză constantă și temperatură scădentă, timp de 1 oră. În emulsia obținută se administrează soluția de sulfat de sodiu cu viteza de debitare de 10 ml/min. Pe lângă

microcapsule, în soluție mai rămân cca 2% de ulei în stare liberă (neîncapsulat). Agitarea continuă încă 40 min. La oprirea agitatorului microcapsulele formează un strat superior afânat, iar mediul de dispersie, în care se află acestea, se gelifică. În amestecul obținut se adaugă 50 ml de extract de alge, iar peste 30 min microcapsulele se decantează.

5 Exemplul 3

Se pregătește extractul de alge marine conform Exemplului 1, iar extractul uleios de ceai conform Exemplului 2. Se pregătesc soluțiile apoase de gelatină (3,0 g gelatină, 97 ml apă) și de sulfat de sodiu (12 g Na_2SO_4 , 88 ml apă). Soluția de gelatină se aduce la pH = 5,0 cu acid citric. Faza uleioasă, supusă microîncapsulării, se pregătește prin amestecarea a 8 ml de ulei de floarea-soarelui, 2,8 ml de concentrat de carotinoide, 1,2 ml de extract de ceai. Soluția de gelatină se aduce la 75°C și viteza de agitare de 300 rot/min. În această soluție se adaugă cu picătura faza uleioasă, adusă la 75°C. Fazele se amestecă continuu, scăzând viteza de agitare concomitent cu scăderea temperaturii până la 25°C și viteza de 75 rot/min. Apoi viteza de agitare și temperatura emulsiei se mențin constante. În emulsie se administrează soluția de sulfat de sodiu cu viteza de debitare de 2 ml/min. Apoi în reactor se adaugă 50 ml de extract de alge, agitarea continuă încă cca 40 min. La oprirea agitatorului microcapsulele formează un strat superior compact, care se separă prin decantare. Microcapsulele se mai spală cu încă 50 ml de extract de alge, apoi se separă prin decantare.

Exemplul 4

Se pregătește extractul de alge marine conform Exemplului 1, iar extractul uleios de ceai conform Exemplului 2. Se pregătesc soluțiile apoase de gelatină (4,0 g gelatină, 96 ml apă) și de sulfat de sodiu (16 g Na_2SO_4 , 84 ml apă). Soluția de gelatină se aduce la pH = 2,5 prin adăugarea acidului citric. Faza uleioasă, supusă microîncapsulării, se pregătește prin amestecarea a 7 ml ulei de floarea-soarelui, 4,4 ml de concentrat de carotinoide și 0,6 ml de extract de ceai. Soluția de gelatină se aduce la 90°C și viteza de agitare de 450 rot/min. În această soluție se adaugă rapid faza uleioasă, adusă la 90°C. Fazele se amestecă continuu, scăzând concomitent viteza de agitare și temperatura până la 25 rot/min și 15°C. Apoi viteza de agitare și temperatura emulsiei se mențin constante. În emulsia obținută se administrează soluția de sulfat de sodiu cu viteza de debitare de 2,5 ml/min. În sistemul format se adaugă 50 ml de extract de alge; agitarea continuă încă cca 40 min. La deconectarea agitatorului microcapsulele formează un strat superior compact, care se separă ușor prin decantare. Microcapsulele se mai spală o dată cu 50 ml de extract de alge, apoi se separă prin centrifugare.

35 Compararea eficienței exemplurilor, referitoare la realizarea invenției.

Tabel

Exemplul №	Extract uleios de ceai	Gelatină, %	Gelatină, pH	Na_2SO_4	Prezența de ulei neîncapsulat	Formarea sedimentului de Na_2SO_4	Coagularea produsului	Stabilitatea mecanică a produsului	Stabilitatea termică a produsului	Gust amar
1	lipsește	2,0	5,5	20	5%	prezent	puternică	întă	joasă	pronunțat
2	1%	3,0	2,0	11	1%	absent	lipsește	joasă	medie	slab
3	10%	3,0	5,0	12	lipsește	absent	lipsește	satisfăc.	întă	lipsește
4	5%	4,0	2,5	16	lipsește	absent	slabă	întă	întă	foarte slab

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. RU 2147923 C1 2000.04.27
2. RU 2305473 C1 2007.09.10
3. RU 2316390 C2 2008.02.10

(57) Revendicări:

1. Procedeu de microîncapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase, care include prepararea compoziției alimentare și cosmetice uleioase ce conține substanțe liposolubile și 1,0...10,0% de extract uleios de ceai, emulsionarea acesteia în soluție apoasă de gelatină de 3,0...4,0% cu pH-ul de 2,5...5,0 la agitare cu viteza de 300...450 rot/min la temperatura de 75...90°C, micșorarea temperaturii până la 15...20°C și a vitezei de agitare până la 25...75 rot/min, tratarea cu soluție de sulfat de sodiu de 12...16% în raport de 1:1, spălarea dublă a microcapsulelor formate cu extract apos de alge marine și separarea lor ulterioară.

2. Procedeu conform revendicării 1, în care se utilizează extractul uleios de ceai, obținut la extracția frunzelor de ceai uscate cu ulei în raport de 1 : 5 respectiv, în decurs de 1...2 ore la temperatura de 80...90°C.

3. Procedeu conform revendicării 1, în care se utilizează extractul apos de alge marine, obținut la extracția algelor uscate cu apă în raport de 1 : 9 respectiv, în decurs de 1...2 ore la temperatura de 80...90°C.

Șef Secție:

COLESNIC Inesa

Examinator:

DUBĂSARU Nina

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii	
(21) Nr. depozit: s 2012 0073	(32) Data de prioritate recunoscută:
(22) Data depozit: 2012.05.11	Raport de documentare internațională: ☐ da
(54) Titlul: Procedeu de microincapsulare a compozițiilor alimentare și cosmetice uleioase	
(71) Solicitant: BAERLE Alexei, MD; TATAROV Pavel, MD; DIMOVA Olga, MD; COJOHARI Crestina, MD	
(51) (Int.Cl): Int.Cl: A61K 9/50 (2006.01) A23P 1/04 (2006.01) A61K 9/40 (2006.01) C11B 5/00 (2006.01) A01N 25/28 (2006.01) B01J 13/06 (2006.01)	
II. Condiții de unitate a invenției: ☒ satisface ☐ nu satisface	
Note:	
III. Revendicări: claritatea, susținerea de descriere ☒ satisface ☐ nu satisface	
Note:	
IV. Colecții și Baze de date de brevete cercetate (denumirea, termeni caracteristici, ecuații de căutare)	
MD (Documentare Invenții (inclusiv cereri nepublicate)) – A61K 9/50 A61K 9/40 A01N 25/28 A23P 1/04 C11B 5/00 B01J 13/06 gelatină extract uleios extract de alge "Worldwide" (Espacenet) – gelatin microcapsules EA, CIS (Eapatis) – A61K 9/50 A61K 9/40 A01N 25/28 A23P 1/04 C11B 5/00 B01J 13/06 Микрокапсул* SU (nonpublic) – Alte BD –	
V. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate	
http://techlekform.ru/myagkie-lekarstvennyie-formyi/kapsulyi-i-kapsulirovannyye-lekarstva/mikrokap.html http://pharmspravka.ru/farmatsevticheskie-vorosyi-i-otvetyi/cto/cto-predstavlyaet-soboy-metod-	

VI. Documente considerate a fi relevante

Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
D	RU 2147923 C1 2000.04.27	1-3
D	RU 2305473 C1 2007.09.10	1-3
C	RU 2316390 C2 2008.02.10	1-3
A	RU 2122464 C1 1998.11.27	1-3
A	SU 912260 A1 1982.03.15	1-3
A	SU 509289 A1 1976.04.05	1-3
A	GB 2192169 A 1988.01.06	1-3

*** categoriile speciale ale documentelor citate:**

A – document care definește stadiul anterior general	T – document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidență principiul sau teoria pe care se bazează invenția
X – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă când documentul este luat în considerație de unul singur	E – document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta dată
Y – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe documente de aceeași categorie	D – document menționat în descrierea cererii de brevet
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expoziție sau la orice alte mijloace de divulgare	C – document considerat ca cea mai apropiată soluție
	& – document, care face parte din aceeași familie de brevete
P - document publicat înainte de data de depozit, dar după data priorității invocate	L – document citat cu alte scopuri

Data finalizării documentării 2012-08-01

Examinator DUBĂSARU Nina