



MD 2773 F2 2005.05.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **2773** ⁽¹³⁾ **F2**
(51) **Int. Cl.⁷: C 07 H 1/08**

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2003 0158 (22) Data depozit: 2003.06.26 (41) Data publicării cererii: 2005.01.31, BOPI nr. 1/2005	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2005.05.31, BOPI nr. 5/2005
(71) Solicitant: INSTITUTUL DE CERCETĂRI ȘTIINȚIFICE ȘI PROIECTĂRI TEHNOLOGICE ÎN INDUSTRIA ALIMENTARĂ A REPUBLICII MOLDOVA, MD (72) Inventatori: POPEL Svetlana, MD; PÎRGARI Elena, MD; LEVINȚA Iurii, MD; ANDREEV Vladislav, MD; IORGA Eugen, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE CERCETĂRI ȘTIINȚIFICE ȘI PROIECTĂRI TEHNOLOGICE ÎN INDUSTRIA ALIMENTARĂ A REPUBLICII MOLDOVA, MD	

(54) **Procedeu de obținere a extractului de stevie**

(57) **Rezumat:**

1 Invenția se referă la industria alimentară, și
anume la procedeele de obținere a substanțelor
edulcorante din stevie.

Procedeul conform invenției include extracția
glicozidelor din stevia uscată cu apă la temperatura
de 80...85°C, timp de 1,0...1,5 ore, până la
conținutul fracției masice de substanțe uscate de
8...10%. Extractul obținut se tratează cu acid orto-
fosforic sau cu acid citric la agitare până la pH
3,0...3,4 la temperatura de 60...64°C, timp de o oră.
După filtrarea extractului se efectuează tratarea lui
cu oxid sau hidroxid de calciu la agitare la
temperatura de 50...60°C, timp de o oră până la pH
11,8...12,2. Extractul obținut se filtrează și se

2
tratează cu acid ortofosforic la temperatura de
20...30°C, timp de 2 ore până la pH 8,2...9,0, se
filtrează, se neutralizează cu acid citric până la pH
4,0...4,2 și se sterilizează. Pentru obținerea extrac-
tului concentrat după neutralizarea cu acid citric
până la pH 4,0...4,2 se efectuează răcirea lui până
la temperatura de 2...6°C cu menținerea timp de 2
zile, decantarea sedimentului și concentrarea
extractului până la conținutul fracției masice de
substanțe uscate de 48...58%.

15
Rezultatul invenției constă în obținerea extrac-
tului de stevie cu un înalt grad de purificare fără
utilizarea solvenților organici.

Revendicări: 2

MD 2773 F2 2005.05.31

MD 2773 F2 2005.05.31

3

Descriere:

Invenția se referă la industria alimentară, și anume la procedeele de obținere a substanțelor edulcorante din stevie.

5 Este cunoscut procedeul de obținere a compusului edulcorant sub formă de cristale din stevie prin extragerea glicozidelor cu apă fierbinte, apoi din apă cu alcanol cu cromatografierea ulterioară și separarea sub formă de cristale [1]. Metoda dată necesită utilizarea la limpezire a solvenților organici, precum și a utilajului costisitor pentru separare (cromatografic, cu membrane, cu schimbători de ioni).

10 În calitate de cea mai apropiată soluție servește procedeul de obținere a glicozidelor sub formă de cristale [2], care prevede extracția din frunze mărunțite cu apă fierbinte la temperatura de 50...95°C timp de 2...5 ore, prelucrarea extractului cu acid (citric, acetic ori fumaric) până la pH-ul de 2,0...4,0, adăugarea oxidului sau a hidroxidului de calciu până la pH-ul de 10...13, neutralizarea cu acid (acetic, fumaric sau fosforic) până la pH-ul de 7,0...7,1, prelucrarea extractului cu solvenți organici (n-butanol), separarea lichidelor imiscibile, concentrarea, apoi răcirea extractului apos, separarea și uscarea cristalelor amestecului de glicozide. Pentru înlăturarea sărurilor de calciu cristalele de glicozide se fierb în alcanol (metanol, etanol), se filtrează, se răcesc și se cristalizează a doua oară.

15 Dezavantajul procedeeului descris este utilizarea la etapa finală de limpezire pentru înlăturarea sărurilor de calciu a solventului organic (metanol, etanol), ceea ce duce la scumpirea produsului de bază.

20 Problema pe care o rezolvă invenția este obținerea unui edulcorant sub formă de concentrat, constituit din amestec de glicozide dulci de stevie (cu conținut de substanțe biologice active, vitamine, aminoacizi), fără utilizarea solvenților organici.

25 Problema se soluționează prin aceea că procedeul de obținere a extractului de stevie propus include extracția glicozidelor din stevia uscată cu apă la temperatura de 80...85°C, timp de 1,0...1,5 ore, până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 8...10%; tratarea extractului obținut cu acid ortofosforic sau cu acid citric la agitare la temperatura de 60...64°C până la pH-ul de 3,0...3,4 timp de o oră; filtrarea extractului și tratarea filtratului cu oxid sau hidroxid de calciu la agitare la temperatura de 50...60°C, timp de o oră până la pH-ul de 11,8...12,2; filtrarea și tratarea extractului obținut cu acid ortofosforic la agitare la temperatura de 20...30°C, timp de 2 ore, până la pH-ul de 8,2...9,0; filtrarea, neutralizarea cu acid citric până la pH-ul de 4,0...4,2 și sterilizarea extractului obținut.

30 Procedeul se realizează astfel.

Extractul de stevie după neutralizarea cu acid citric până la pH-ul de 4,0...4,2 se răcește până la temperatura de 2...6°C, menținându-se la această temperatură timp de 2 zile, se decantează sedimentul și se concentrează extractul până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 48...58%.

35 Frunzele de stevie uscate și mărunțite se supun extracției apoase la temperatura de 80...85°C timp de 1,0...1,5 ore până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 8...10%. Pentru înlăturarea impurităților metalice, proteice și colorante valoarea pH-ului se micșorează cu soluție de acid ortofosforic sau citric până la 3,0...3,4, se expune la agitare timp de o oră la temperatura de 62±2°C, extractul se filtrează printr-un strat de materiale de filtrare auxiliare (perlit, kiselgur). Extractul parțial limpezit se prelucrează cu var proaspăt stins, până la pH-ul de 22,8...12,2, se expune la agitare continuă timp de o oră la temperatura de 55±5°C și se filtrează. Pentru înlăturarea surplusului de săruri de calciu extractul se prelucrează cu soluție de acid ortofosforic până la pH-ul 8,2...9,0, se agită minuțios, apoi se expune timp de 2 ore la temperatura 20...30°C și se filtrează. Fosfații greu solubili formați în rezultatul unei asemenea tratări se sedimentează practic pe deplin, sedimentul se înlătură prin decantare cu filtrarea ulterioară printr-un strat de perlit sau kiselgur.

45 Extractul se normalizează cu soluție de acid citric până la pH-ul de 4,0...4,2, se ambalează în recipiente și se sterilizează.

Pentru fabricarea concentratului de extract de stevie, extractul obținut poate fi răcit până la temperatura de 2...6°C cu menținerea timp de 7 zile pentru înlăturarea suplimentară a sărurilor de calciu. Extractul tratat se concentrează până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 48...58%, se ambalează în recipiente și se ermetizează.

50 Particularitatea distinctivă a procedeeului o constituie faptul că substanțele edulcorante din stevie se utilizează sub formă de extract (ce conține în afară de glicozide, care determină gustul dulce, și aminoacizi, vitamine, polifenoli, elemente minerale) și, de asemenea, faptul că surplusul de săruri de calciu se înlătură cu acid ortofosforic la pH-ul de 8,2...9,0.

55 Datele experimentale privind gradul de limpezire a extractului de stevie cu acid ortofosforic la diferite valori ale pH-ului sunt prezentate în tabel.

60

MD 2773 F2 2005.05.31

4

Tipul extractului	pH	Conținutul în extract de stevie, mg-ekv/L de:	
		calciu	calciu+magneziu
Extractul după limpezire cu oxid de calciu	12,0	152	206
Extractul după tratare cu acid ortofosforic	9,5	37	49
	9,2	23	30
	8,9	22	29
	8,3	20	27
	8,0	23	30
	7,6	26	34
	7,1	30	40
	6,5	41,5	54

Din datele prezentate rezultă că gradul de limpezire a extractului de stevie de săruri de calciu depinde de pH, și anume în intervalul declarat al pH-ului conținutul sărurilor de calciu este mai mic.

5 Înlocuirea solvenților organici costisitori și toxici cu H_3PO_4 permite de a ieftini tot procesul tehnologic.

Rezultatul invenției constă în obținerea extractului de stevie cu un înalt grad de purificare fără utilizarea solvenților organici.

Exemple concrete de realizare

10 *Exemplul 1*

Frunzele de stevie uscate și mărunțite, până la fracția cu mărimea de 3...7 mm, sunt supuse extracției cu apă în extractorul cu flux continuu la temperatura de 80°C timp de o oră până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 8%. Extractul obținut de culoare cafenie închisă și netransparent se tratează cu soluție de acid citric cu concentrația de 50% până la pH-ul de 3, 4, se

15 menține la temperatura de 60°C timp de o oră cu agitare continuă, apoi se filtrează. Extractul se tratează cu oxid de calciu până la pH-ul de 12,2 fiind permanent agitat, la temperatura de 50°C timp de o oră.

Filtratul obținut se tratează cu soluție de acid ortofosforic cu concentrația de 3,0 M/dm³ până la pH-ul de 8,2, se amestecă minuțios, se menține timp de 2 ore la temperatura de 20°C, se filtrează prin

20 strat de perlit sau kiselgur. Extractul se normalizează cu soluție de acid citric cu concentrația de 50% până la pH-ul de 4,0, se ambalează în recipiente cu capacitatea de 350 cm³ și 3000 cm³, se sterilizează timp de 12 și respectiv, 60 min, la temperatura de 85°C.

Exemplul 2

25 Frunzele de stevie uscate și mărunțite, până la fracția cu mărimea de 3...7 mm, sunt supuse extracției cu apă în extractorul cu flux continuu la temperatura de 85°C timp de o oră până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 10%. Extractul obținut de culoare cafenie închisă, netransparent se tratează cu soluție de acid citric cu concentrația de 50% până la pH-ul de 3,0, se menține la temperatura de 64°C timp de o oră fiind agitat continuu, apoi se filtrează. Extractul se

30 tratează cu oxid de calciu până la pH-ul de 11,8, fiind permanent agitat, la temperatura de 60°C timp de o oră.

Filtratul obținut se tratează cu soluție de acid ortofosforic cu concentrația de 3,0 M/dm³ până la pH-ul de 9,0, se amestecă minuțios, se menține timp de 2 ore la temperatura de 30°C, se filtrează printr-un strat de perlit sau kiselgur, se normalizează cu soluție de acid citric până la pH-ul de 4,2. Extractul se răcește până la temperatura de 2°C, se menține la temperatura dată timp de 2 zile, se

35 decantează de pe sediment, se concentrează până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 48...58%, se ambalează în recipiente și se ermetizează.

Așadar, procedeul permite obținerea extractului de stevie cu un grad înalt de limpezire, care conține glicozide, ce posedă un gust dulce.

40 Punerea în aplicare a invenției va permite utilizarea extractului nemijlocit în calitate de edulcorant la fabricarea produselor alimentare de larg consum, precum și pentru diabetici.

MD 2773 F2 2005.05.31

5

(57) Revendicări:

- 5 1. Procedeu de obținere a extractului de stevie, care include extracția glicozidelor din stevia uscată cu apă la temperatura de 80...85°C până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 8...10%, tratarea extractului obținut cu acid ortofosforic sau cu acid citric la agitare până la pH 3,0...3,4 la temperatura de 60...64°C, timp de o oră, filtrarea și tratarea filtratului cu oxid sau hidroxid de calciu până la pH 11,8...12,2 la agitare la temperatura de 50...60°C, timp de o oră, filtrarea și
- 10 tratarea filtratului cu acid ortofosforic la agitare până la pH 8,2...9,0 la temperatura de 20...30°C, timp de 2 ore, filtrarea, neutralizarea cu acid citric până la pH 4,0...4,2 și sterilizarea extractului obținut.
- 15 2. Procedeu conform revendicării 1, care include opțional răcirea extractului obținut după neutralizarea cu acid citric până la pH 4,0...4,2 până la temperatura de 2...6°C cu menținerea timp de 2 zile, decantarea sedimentului și concentrarea extractului până la conținutul fracției masice de substanțe uscate de 48...58%.

(56) Referințe bibliografice:

1. US 4082858 1979.04.04
2. US 4599403 1985.10.07

Șef Secție:

GUȘAN Ala

Examinator:

BAZARENCO Tatiana

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2003 0158		
(22) Data depozit: 2003.06.26		
(51) ⁷ : C 07 H 1/08 Titlul : Procedeu de obținere a extractului de stevie (71) Solicitantul : INSTITUTUL DE CERCETĂRI ȘTIINȚIFICE ȘI PROIECTĂRI TEHNOLOGICE ÎN INDUSTRIA ALIMENTARĂ A REPUBLICII MOLDOVA, MD Termeni caracteristici : extractul de stevia, procedeu de obținere		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl. (7)		
(MD, EA, SU) MD 1993-2005; SU – colecția certificatelor de autori; EA 1996-2005 Int. Cl. ⁷ C 07 H 1/08		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate și indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	US 4082858 1979.04.04	6
A	US 4599403 1986.07.08	17
☐ Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		☐ Informația referitoare la brevete paralele se anexează
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
A - document care definește stadiul anterior general		T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidență principiul sau teoria care conține baza invenției
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data		X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă
L - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)		Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă cand documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă		& - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării		2005.0314
Examinatorul		Bayarenco Tatiana

RAPORT DE DOCUMENTARE

Informația referitoare la brevete paralele		(21) Nr depozit:	
Date de identificare ale documentelor citate în raport	Data publicării	Brevete paralele	Data publicării
1	2	3	4