



(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. cerere: <b>93-00533</b>                                                                     | (61) Perfecționare la brevet:<br>Nr.                                           |
| (22) Data de depozit: <b>17.10.1991</b>                                                              | (62) Divizată din cererea:<br>Nr.                                              |
| (30) Prioritate: <b>17.10.1990 GB 9022560.8</b> ;                                                    | (86) Cerere internațională PCT:<br>Nr. <b>GB 91 / 01819 17.10.1991</b>         |
| (41) Data publicării cererii:<br>BOPI nr.                                                            | (87) Publicare internațională:<br>Nr. <b>WO 92/07064 30.04.1992</b>            |
| (42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:<br><b>30.06.1998</b> BOPI nr. <b>6/1998</b> | (56) Documente din stadiul tehnicii:<br><b>US 4810646; 4962094; GB 1144876</b> |
| (45) Data eliberării și publicării brevetului:<br>BOPI nr.                                           |                                                                                |

|                   |                                                                                                    |
|-------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (71) Solicitant:  | <b>GB BIOTECHNOLOGY LIMITED, SKETTY, SWANSEA, GB;</b>                                              |
| (73) Titular:     | <b>CPC INTERNATIONAL INC., ENGLEWOOD CLIFFS, NEW JERSEY, US;</b>                                   |
| (72) Inventatori: | <b>GREESHIELDS RODERICK NORMAN, SKETTY SWANSEA, GB;</b>                                            |
| (74) Mandatar:    | <b>ROMINVENT S.A. (AGENȚIE PENTRU BREVETE, DESENE, MĂRCI ȘI TRANSFER<br/>TEHNOLOGIE) BUCUREȘTI</b> |

(54) **PROCEDEU DE TRATARE A MATERIALULUI DERIVAT DIN  
CELULE DE DROJDIE, PRODUSE CU CONȚINUT DE BETA-GLUCAN  
ASTFEL OBTINUTE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A PRODUSELOR  
ALIMENTARE DEGRESATE**

(57) **Rezumat:** Procedeul de tratare a materialului derivat din celule de drojdie, conform invenției, prevede realizarea tratării cu o sare alcalină, pentru extracția produsului pe bază de *beta*-glucan, care se supune albirii și, eventual, unei condiționări suplimentare enzimatică. Produsul cu conținut de *beta*-glucan, conform invenției, ce rezultă din proces, în prima variantă de realizare, cuprinde în structură resturi de celule sau coji cu pereți celulari de drojdie, nespați, având dimensiunea maximă cuprinsă între 5 și 20  $\mu$ . În a

doua variantă de realizare, produsul cu conținut de *beta*-glucan, conform invenției, conține fibre funcționale fiziologic, un conținut foarte redus de celule de drojdie, nedegradate, și prezintă calități lipomimetice. Procedeul de obținere a produselor alimentare degresate, conform invenției, prevede folosirea, în compoziția acestora, a produsului pe bază de *beta*-glucan, în a doua variantă de realizare, ca înlocuitor total sau parțial de grăsime.

Revendicări: 17  
Figuri: 5





(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. cerere: <b>93-00533</b>                                                                     | (61) Perfecționare la brevet:<br>Nr.                                           |
| (22) Data de depozit: <b>17.10.1991</b>                                                              | (62) Divizată din cererea:<br>Nr.                                              |
| (30) Prioritate: <b>17.10.1990 GB 9022560.8;</b>                                                     | (86) Cerere internațională PCT:<br>Nr. <b>GB 91 / 01819 17.10.1991</b>         |
| (41) Data publicării cererii:<br>BOPI nr.                                                            | (87) Publicare internațională:<br>Nr. <b>WO 92/07064 22.09.1992</b>            |
| (42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:<br><b>30.06.1998</b> BOPI nr. <b>6/1998</b> | (56) Documente din stadiul tehnicii:<br><b>US 4810646; 4962094; GB 1144876</b> |
| (45) Data eliberării și publicării brevetului:<br>BOPI nr.                                           |                                                                                |

- |                   |                                                                                                    |
|-------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (71) Solicitant:  | <b>CPC INTERNATIONAL INC., ENGLEWOOD CLIFFS, US;</b>                                               |
| (73) Titular:     | <b>CPC INTERNATIONAL INC., ENGLEWOOD CLIFFS, US;</b>                                               |
| (72) Inventatori: | <b>GREENSCHILDs RODERICK NORMAN, SKETTY SWANSEA, GB;</b>                                           |
| (74) Mandatar:    | <b>ROMINVENT S.A. (AGENȚIE PENTRU BREVETE, DESENE, MĂRCI ȘI TRANSFER<br/>TEHNOLOGIE) BUCUREȘTI</b> |

(54) **PROCEDEU DE TRATARE A MATERIALULUI DERIVAT DIN  
CELULE DE DROJDIE, PRODUSE CU CONȚINUT DE BETA-GLUCAN  
ASTFEL OBTINUTE ȘI PROCEDEU DE OBTINERE A PRODUSELOR  
ALIMENTARE DEGRESATE**

(57) **Rezumat:** Procedeul de tratare a materialului derivat din celule de drojdie, conform invenției, prevede realizarea tratării cu o sare alcalină, pentru extracția produsului pe bază de *beta*-glucan, care se supune albirii și, eventual, unei condiționări suplimentare enzimatică. Produsul cu conținut de *beta*-glucan, conform invenției, ce rezultă din proces, în prima variantă de realizare, cuprinde în structură resturi de celule sau coji cu pereți celulari de drojdie, nespartiți, având dimensiunea maximă cuprinsă între 5 și 20  $\mu$ . În a

doua variantă de realizare, produsul cu conținut de *beta*-glucan, conform invenției, conține fibre funcționale fiziologic, un conținut foarte redus de celule de drojdie, nedegradate, și prezintă calități lipomimetice. Procedeul de obținere a produselor alimentare degresate, conform invenției, prevede folosirea, în compoziția acestora, a produsului pe bază de *beta*-glucan, în a doua variantă de realizare, ca înlocuitor total sau parțial de grăsime.

Revendicări: 17  
Figuri: 5

RO 113369 B1



Invenția se referă la un procedeu de tratare a materialului derivat din celule de drojdie, la produse cu conținut de *beta*-glucan astfel obținute și la un procedeu de obținere a produselor alimentare degresate, folosind produsele cu conținut de *beta*-glucan menționate.

După cum se știe, extractul de drojdie de bere se produce pe scară largă prin piroliză (de exemplu, prin hidroliză, autoliză, plasmoliza) drojdiei de brutărie, a drojdiei de bere, sau a altor drojdii de fermentare, care conduce la formarea unui material solubil și a unui material bogat în coji, cu pereți celulari intacti. Acest ultim produs se separă, în mod normal, de materialul solubil prin centrifugare. Liza conduce inevitabil la o afărâmare parțială a pereților celulari, astfel încât, deși pereții celulari sunt în cea mai mare parte practic intacti, au cel puțin o zonă de discontinuitate pe suprafața exterioară, respectiv apar găuri în pereții celulari exteriori. Materialul ce conține produsele din pereții celulari, (denumit deșeu de drojdie sau reziduu), care are o culoare maro-închis, un miros neplăcut și tendință de putrefacție rapidă, conține o serie de materiale nedorite, cum sunt urmele de elemente, agenți coloranți, extracte de hamei, tartrați, microorganisme, bacterii, șlam proteinic și o cantitate mare de componente insolubile, cum sunt produsele din pereții celulari ai drojdiei, cât și o anumită cantitate de celule întregi care nu au reacțioant. Asemenea deșeuri sunt în mod normal aruncate.

Materialul solubil din care s-a separat deșeul este utilizat, după cum se știe, pentru extracția materialelor utile, cum este extractul de drojdie.

Restul de drojdie corespunde din punct de vedere morfologic cu materialele care au reacționat prin efectul lize, dar care se deosebesc de celulele de drojdie întregi. Resturile de drojdie, în esență, sunt constituite din **beta**-glucan de drojdie.

**Beta**-glucani de drojdie sunt produse cunoscute. Astfel, în brevetul **US 4810646**, este descris un procedeu de

obținere a *beta*-glucanilor ce prevede separarea drojdiei *Saccharomyces cerevisiae* în dezvoltare, din mediul său de fermentare, supunând corpurile celulare întregi de drojdie la macerarea alcalină, pentru solubilizarea părții proteice a celulei, urmată de tratarea glucanului insolubil cu acid acetic pentru ruperea legăturilor *beta* (1-6). Particulele de glucan întregi care rezultă dintr-un asemenea procedeu sunt descrise în brevetul **US4962094** și se precizează că ele sunt indicate pentru a fi utilizate în regimul alimentar și sunt condiționate de menținere *in vivo*, într-o mare măsură, a structurii moleculare tridimensionale a glucanului din celulele de drojdie din care provin. Prin procedeul descris, pereții celulei sunt efectiv distruși. Trebuie precizat că, resturile de drojdie care rezultă din proces sunt obținute din deșeurile de drojdie, fără distrugerea structurii peretelui celular.

Problema pe care o rezolvă invenția de față, constă în stabilirea condițiilor de prelucrare a deșeului de drojdie și de utilizare a produselor rezultate din această prelucrare.

Procedeul de tratare a materialului derivat din celulele de drojdie, conform invenției, prevede prelucrarea deșeului de drojdie, ce conține maximum 20 % și de preferință 2...12% substanță solidă și are de preferință viscozitatea în domeniul 5...15 cp prin:

- aducere în contact, pentru extracție, cu o sare alcalină de calitate, alimentară,

- separarea din deșeul extras a produsului cuprinzând în structură pereți celulari nespați,

- tratarea produsului separat cu un agent alcalin de extracție, eliminarea produșilor colorați și reglarea pH-ului de preferință în intervalul 12...12,5,

- albirea materialului separat, cu un agent de albire sau de oxido-reducere, de calitate alimentară, fie înainte, fie după faza de separare prin centrifugare,

- reducerea pH-ului materialului albit, prin tratare cu un acid de calitate

alimentară, rezultând un produs pe bază de *beta*-glucan, care poate fi utilizat ca a-tare, sau supus centrifugării, înainte de uscare,

- eventuala condiționare, enzimatică sau cu lecitină, a produsului pe bază de *beta*-glucan albit, pentru a i se conferi calități îmbunătățite.

Produsul, pe bază de *beta*-glucan, în prima variantă de realizare, obținut prin procedeul conform invenției, cuprinde în structură, în proporție predeterminată, o multitudine de resturi de celule sau coji, conținând pereți celulari de drojdie nespărți, având dimensiunea maximă situată în domeniul cuprins între 5 și 20 microni și o cantitate mai mică de celule integrale, decât deșeul de drojdie.

Produsul, pe bază de *beta*-glucan, comestibil, obținut prin procedeul conform invenției, prezintă următoarele caracteristici:

- culoare crem- pal sau albă;
- un conținut foarte redus de celule de drojdie nedegradată;
- conține o fibră funcțională fiziologic;
- are calități lipomimetice;
- se poate folosi în formă vâscoasă, semisolidă sau solidă.

Procedeul de obținere a produselor alimentare degresate prevede introducerea în compoziția acestora, alături de alți ingrediente specifici structurii, produsul pe bază de *beta*-glucan, comestibil, conform invenției, ca înlocuitor total sau parțial de grăsime.

Invenția de față prezintă următoarele avantaje:

- se realizează în condiții optimizate tratarea deșeului de drojdie,
- se obține ca rezultat al procedeului produsul pe bază de *beta*-glucan în două variante de realizare, dintre care una cu caracteristici comestibile,
- produsul pe bază de *beta*-glucan, comestibil, se poate folosi în industria produselor alimentare degresate.

În continuare, se prezintă invenția în detaliu, cu referire și la fig. 1 la 5, care se referă:

- fig.1: schema fluxului tehnologic a procedeului convențional, utilizat pentru producerea extractului de drojdie și care indică faza de producere a deșeului de drojdie (materie primă în cazul invenției).

-fig.2:schema fluxului tehnologic al procedeului conform invenției.

- fig.3:microfotografia structurii produsului cu conținut de *beta*-glucan, obținut prin procedeul conform invenției.

- fig.4: microfotografia structurii *beta*-glucanului, obținut în condițiile descrise în brevetul **US 4810646**.

- fig.5: microfotografia structurii produsului cu conținut de *beta*-glucan, obținut prin procedeul conform invenției, prezentată comparativ cu particule de *beta*-glucan.

Procedeul conform invenției folosește ca materie primă deșeul de drojdie, având un conținut de substanțe solide, care nu depășește 20% în greutate, și include următoarele faze:

- aducere în contact pentru extracție cu o sare alcalină de calitate alimentară,
- separarea celulelor întregi din deșeul extras, astfel încât să se obțină un material bogat în pereți celulari spărți, dar cu structura practic intactă,
- tratarea respectivului material, cu un agent alcalin de extracție,
- albirea materialului, cu un agent de albire sau de oxido-reducere, de calitate alimentară (cum sunt acidul ascorbic sau peroxidul de hidrogen), fie înainte, fie după faza de separare respectivă, și
- scăderea pH-ului acestui material, folosind un acid de calitate alimentară (cum sunt acidul citric, acidul ortofosforic și acizii clorhidric și sulfuric diluați).

Deșeul de drojdie care se supune tratării, are de regulă un conținut de solide cuprins între aproximativ 2 și 12 %, de exemplu 4 la 8% (în general 5%) în greutate și viscozitate în domeniul 5...15 cP (5% suspensie apoasă).

Sărurile alcaline, care se folosesc în prima fază a procesului, sunt bicar

bonații sau carbonații de sodiu, potasiu și calciu, bicarbonatul de sodiu fiind preferat. Tratarea alcalină, în prima fază a procesului, se realizează în general la temperatură foarte apropiată de cea a mediului ambiant, timp de aproximativ 1 oră. Sarea alcalină (de preferință bicarbonatul de sodiu, așa cum s-a specificat mai sus) se introduce într-o cantitate, de regulă, de până la 2,5% (preferabil circa 1%), în greutate, din volumul total de deșeuri de drojdie (lichid și solid), astfel încât, de regulă, amestecul extras rezultat să aibă un pH situat în domeniul 8 până la 12 și, de preferat, între 8 și 9. Separarea celulelor întregi nereacționate, din materialul extras, pentru a se obține un material îmbogățit în produși cu pereții celulari spărți, se realizează cu mijloace mecanice, dintre care se preferă centrifugarea. Centrifugarea diferențială se realizează cu centrifuge care funcționează cu o viteză de circa 5000 rot/minut, iar centrifugarea statică, cu centrifuge care funcționează cu o viteză de circa 2500 rot/minut. În acest context, s-a constatat că folosirea unui bicarbonat, în prima fază a procesului, ușurează procesul de separare, se poate presupune datorită degajării de gaze, care facilitează scăderea greutății specifice a deșeurilor de drojdie.

După centrifugare, materialul este tratat cu un agent de extracție alcalin, care poate să fie hidroxidul de potasiu, hidroxidul de sodiu sau hidroxidul de calciu. Această tratare, cu un agent de extracție alcalin (operație similară cu mercerizarea) implică în mod obișnuit tratarea cu o soluție alcalină, având un pH cuprins între 8 și 14, de preferință între 12 și 12,5. Această tratare ajută la eliminarea produșilor coloranți, a materialelor dizolvate nedorite, cum sunt proteinele, rupând structura pereților celulari și facilitând faza de albire, prin aceasta. În continuare, amestecul este încălzit, de preferință la o temperatură cuprinsă între aproximativ 65 și 85°C, timp de cel puțin 1 oră.

De precizat că, dacă se are în vedere ca produsul final ce rezultă din

proces să aibă o culoare crem-pal, se preferă utilizarea hidroxidului de sodiu sau potasiu, ca agent alcalin. În situația în care se are în vedere ca respectivul produs final să aibă o culoare albă, se preferă utilizarea hidroxidului de calciu, ca agent alcalin.

Faza de albire se efectuează, de preferință, cu peroxid de hidrogen sau un agent de oxido-reducere de calitate alimentară, cum este acidul ascorbic, dacă produsul cu conținut de *beta*-glucan rezultat din proces urmează să fie folosit în scopuri alimentare. Faza de albire se efectuează, de preferință, într-un reactor, și cantitatea de material îmbogățit în produși celulari cu pereții spărți introdusă în reactor se determină astfel încât să ocupe de preferință mai puțin de jumătate din volumul reactorului. Această condiție se impune prin faptul că faza de albire caracteristică implică o spumare, care produce o creștere substanțială a volumului materialului ce urmează să fie supus tratării. De preferință, spumarea se combate folosind pale spărgătoare de spumă sau agenți antispumanti.

Dacă produsul final rezultat din proces trebuie să fie comestibil, respectiv să poată fi utilizat ca ingredient pentru produse alimentare, materialul albit se aduce în contact, de preferință, cu o soluție tampon, fosfat/citrat, având un pH cuprins între 5 și 6 și se supune tratării cu o enzimă cu acțiune de liză asupra drojdiei, ca de pildă Novozym 234 (care acționează asupra *beta*-glucanazei) timp de circa 6 ore, la o temperatură situată în domeniul 55 la 75°C. Condițiile de reacție sunt reglate, astfel încât să intensifice activitatea endo-*beta* glucanazei și să inhibe substanțial activitatea exo-*beta* glucanazei Novozyme 234. Tratarea mai intensă a endo-*beta* glucanazei conduce la reducerea proprietăților lipofice și la creșterea proprietăților elastice ale produsului.

Materialul supus tratării cu enzimă se încălzește, de regulă, în continuare, la aproximativ 70 la 90°C, timp

de cel puțin 30 minute, după care se centrifughează, se lasă să se reformeze starea de suspensie și de preferință materialul se supune unei noi centrifugări înainte de uscare.

Opțional, materialul albit poate să fie tratat cu un acid de calitate alimentară (de regulă cu acid clorhidric sau acid ortofosforic) centrifugat și tratat apoi cu lecitină (produsul rezultat nu poate să fie folosit ca ingredient). În continuare materialul poate să fie centrifugat înainte de uscare. Tratarea materialului albit cu lecitină este avantajoasă, prin faptul că lecitina ajută la mascarea aromei sau mirosului corespunzător deșeului de drojdie.

Reducerea pH-ului cu un acid de calitate alimentară se poate realiza prin spălarea materialului în timpul centrifugării sau se poate efectua ulterior. Reducerea pH-ului se realizează de regulă până la valoarea cuprinsă între 5 și 6, fie într-o singură treaptă, fie prin scăderea inițială până la valoarea cuprinsă între circa 6 și 7,5 (ca de exemplu 7), urmată de o fază ulterioară de reducere a pH-ului la valoarea cuprinsă între 5 și 6.

În condițiile conform invenției, se obține un produs cu conținut de *beta*-glucan, în două variante de realizare, a cărui caracteristică principală este faptul că nu conține celule de drojdie întregi, ci în măsură preponderentă resturi de drojdie sau coji, noțiuni prin care se înțeleg pereți celulari de drojdie nesfărâmați, respectivele resturi de drojdie sau coji cuprinzând o cantitate mult mai mică de substanțe din celulele de drojdie, comparativ cu celulele întregi din respectivul deșeu. Caracteristic, resturile de drojdie au o dimensiune maximă cuprinsă în domeniul situat între 5 și 20 microni, având în principal aceeași formă și dimensiune, cu cea a celulelor originale. Produsul cu conținut de *beta*-glucan, conform invenției, este caracterizat de asemenea printr-o stabilitate mărită, în comparație cu deșeul de drojdie care se descompune rapid, această stabilitate constituind un avantaj, când materialul este destinat

obținerii unui produs comestibil.

Invenția se referă de asemenea la produsul cu conținut de *beta*-glucan în varianta de produs comestibil, stabil la depozitare, având culoarea crem-pal sau albă și care nu conține cantități de celule întregi de drojdie. În varianta de produs comestibil, produsul conform invenției conține fibre fiziologice funcționale și se poate prezenta în formă vâscoasă, semi-solidă sau uscată (de regulă uscarea se poate realiza prin înghețare sau prin pulverizare, conducând la formarea unui material pulverulent). În forma de realizare preferată, produsul comestibil conform invenției se presupune că este lipofilic, motiv pentru care el poate să fie folosit ca înlocuitor de grăsime, eventual în amestec cu alți ingrediente alimentare. Este posibil de asemenea ca produsul comestibil să fie tratat în continuare, pentru obținerea unui material de forma cauciucului natural sau este mai vâscos, având, în mod obișnuit, viscozitatea de ordinul a cel puțin 300 cp (5% suspensie apoasă). În unele cazuri, produsul conform invenției este foarte indicat să fie utilizat ca agent de transfer biologic corespunzător.

Trebuie precizat că resturile de drojdie sau cojile, ce constituie produsul conform invenției pot constitui un mediu de transfer corespunzător, care permite ca substanțele utile (cum sunt preparatele farmaceutice, farmacologice sau sursele de hrană) să fie administrate unor animale bolnave.

Produsul conform invenției poate să fie utilizat și pentru alte scopuri decât cele alimentare și, în acest caz, el poate să fie purificat în continuare, de exemplu prin extracție cu solvenți, folosind pentru aceasta acetona, sau alți solvenți adecvați.

Respectivul produs poate de asemenea să fie supus unei albiri ulterioare, folosind ca agent de albire, un hidroxid sau un hipoclorit alcalin, cu ajutorul cărora se poate obține un produs alb. Produsul conform invenției poate să fie, de asemenea, utilizat, în rețetele curente (tratamentul pielii) care pot să fie active,

respectiv fie cosmetic, fie farmacologic.

Invenția se referă de asemenea la un procedeu de obținere a produselor alimentare degresate, care prevede introducerea în compoziția acestora, ca înlocuitor total sau parțial de grăsimi, produsul pe bază de *beta*-glucan, comestibil, conform invenției, în esență lipsit de celule de drojdie întregi, alături de alți ingrediente specifici structurii respectivelor produse alimentare, cât și, eventual, de alți ingrediente, cum sunt vitamine, arome, aminoacizi, medicamente etc.

Pentru susținerea expunerii invenției în detaliu, se prezintă în continuare opt exemple concrete de realizare a invenției.

**Exemplul 1.** Se prezintă o formă de realizare preferată a invenției.

Conform schemei de flux din fig. 1, drojdia de bere **A**, după amestecare eventuală **B** cu alte tipuri de drojdii **C** și **D**, sau direct este trimisă spre faza de liză (reacție enzimatică) pentru ruperea membranelor celulare. Faza de liză **E** trebuie astfel condusă încât să se distrugă celulele fără inhibarea echilibrului osmotic între conținutul celular și vecinătatea lor, prin aplicare în afara pereților celulari a unei soluții, cum este soluția de clorură de sodiu **F** sau prin hidroliză **G**, folosind pentru aceasta de regulă un acid, cum este acidul clorhidric. În continuare, produsul supus reacției de liză se separă de regulă prin centrifugare **H**. Fracția **J**, conținând resturile celulelor care constituie deșeurile de drojdie, reprezintă materia primă pentru procedeul conform invenției. Fracția **K** este dirijată spre tratarea corespunzătoare, în vederea extracției drojdiei prin tehnici convenționale. Deșeurile de drojdie - fracția **J** - are în mod obișnuit vîscozitatea cuprinsă între 5 și 15 cp (5% suspensie apoasă).

Conform schemei de flux tehnologic din fig. 2, deșeurile de drojdie **J** (având în mod obișnuit un conținut de substanțe solide de aproximativ 5%), rezultat printr-un procedeu convențional de extracție a drojdiei **X** (conform fluxului din

fig. 1), se tratează cu  $\text{NaHCO}_3$ , de regulă o cantitate de aproximativ 1% în greutate, luând ca bază volumul de deșeu **J**, astfel încât amestecul rezultat să aibă un pH cuprins între 8 și 9. Amestecul este apoi supus agitării, în faza **L**, de regulă în intervalul de timp de 1 oră, la temperatura camerei, după care se supune unei faze de separare **M**, care implică în mod obișnuit un tratament alcalin și extracție (mercerizare) folosind un agent de extracție alcalin, cum este hidroxidul de potasiu. Faza de separare **M** conduce la formarea a două produse și anume:

- Produsul **N**, constituit din pereți celulari spărți, și

- Produsul **P**, format din celule nedegradate.

În continuare, procedeul conform invenției cuprinde două variante de flux tehnologic, în funcție și de forma produsului finit care urmează a se obține.

*Prima variantă.* Produsul **N** se tratează după separare cu un agent de albire sau cu un oxidant de calitate alimentară sau cu un agent reducător, în faza de albire **Q**. Agentul de albire preferat este peroxidul de hidrogen sau un agent de oxidare/reducere de calitate alimentară folosit, cum este acidul ascorbic, deși pentru unele utilizări finale nealimentare, agentul de albire poate să fie un hipoclorit alcalin sau un produs similar. Faza de albire **Q** implică controlul spumării, de preferință prin utilizarea unei palete de spargere a spumei. Spuma poate să ocupe peste 60 % din volumul de reacție, dar ea poate să fie redusă cu agenți antispumanti. Materialul albit este tratat în continuare cu o soluție tampon de fosfat/citrat, și pH-ul amestecului se reglează la aproximativ 5,5. Produsul albit a fost apoi încălzit până la aproximativ 65°C și adus în contact cu o enzimă litică de drojdie (de obicei Novo 234 *beta*-glucanaza) timp de 6 ore. Materialul tratat cu enzimă este introdus apoi într-un vas de reacție și încălzit în direct utilizând fie o baie de apă, fie o manta cu apă, la temperatura de 80°C, timp de 30 minute. Materialul

este apoi centrifugat, menținut în repaus pentru reformarea suspensiei și apoi supus centrifugării finale - faza **R**. Compoziția care rezultă este produsul cu conținut de *beta*-glucan comestibil **S**, ce conține fibre funcționale de calitate alimentară. Acest produs se poate utiliza ca atare, sau se poate usca - prin pulverizare sau înghețare - pentru producerea unei pulberi. Materialul uscat care rezultă poate să fie reconstituit cu apă, rezultând produsul corespunzător, având în principal aceleași caracteristici cu cele avute înainte de uscare.

A doua variantă: Faza de separare **M** implică o centrifugare, într-un separator centrifugal, (de regulă timp de 10 minute, cu 2500 rotații/minut în caz de centrifugare statică sau 5000 rotații/minut în caz de centrifugare diferențială) și spălarea materialului cu apă. Materialul centrifugat este separat în două fluxuri, unul cuprinzând produsul **N**, format din pereți celulari și al doilea cuprinzând produsul **P**, format din celule neatacate. Produsul **N** este trecut într-o soluție diluată de reactiv alcalin, pentru formarea suspensiei. Reactivul alcalin menționat poate să fie o soluție de hidroxid de sodiu sau potasiu, de concentrație 0,5...5% gr/v (pentru obținerea unui produs crem) sau hidroxidul de calciu (pentru obținerea unui produs alb). În continuare se reglează pH-ul cu soluție de hidroxid de sodiu sau potasiu 40% concentrație, astfel încât produsul **N** să aibă pH-ul cuprins între 12 și 12,5. Produsul **N** este apoi încălzit indirect (așa cum s-a descris mai sus), până la cel puțin 70°C, timp de aproximativ 1 oră, înainte de a fi dirijat spre faza de albire **Q**, unde materialul este omogenizat timp de aproximativ 1 oră și încălzit din nou la cel puțin 70°C, în timp ce este tratat cu un agent de albire.

Agentul de albire folosit este de preferință peroxidul de hidrogen, sau un agent de oxidare reducere de calitate alimentară (deși pentru unele produse finale nealimentare, albirea se poate realiza cu un hipoclorit alcalin, sau cu

alte produse similare). În materialul albit, se adaugă apoi acid clorhidric concentrat, pentru atingerea unui pH aproape neutru, după care materialul este supus centrifugării în faza **R**. Faza **R** include în continuare reformarea stării de suspensie a materialului albit, folosind ca mediu de suspendare apă și lecitină, urmată de încă o centrifugare, după care, pH-ul este redus până la aproximativ 5,0. Compoziția care rezultă este materialul **S** constituit din fibre funcționale de calitate alimentară, care poate să fie folosită ca atare sau uscată (de regulă prin pulverizare sau înghețare) pentru obținerea unei pulberi. Materialul rezultat prin uscare poate să fie reconstituit cu apă, pentru formarea unui produs având în esență aceleași proprietăți pe care le-a avut înainte de uscare.

Celulele nedegradate **P** sunt macerate cu o enzimă litică de drojdie (cum este Novo 234 beta-glucanaza), în faza de macerare **T**, de obicei timp de circa 30 minute la 30°C. Materialul macerat de enzimă este trecut în faza de centrifugare **U**, de unde rezultă o fază predominant lichidă, care este recirculată în treapta de extracție **X** și o fază predominant solidă, care se amestecă cu restul de deșeu de drojdie **J**.

Produsul cu conținut de *beta*-glucan ce poate fi văzut pe microfotografia din fig.3, structural este, în principal, lipsit de celule întregi de drojdie și cuprinde predominant o multitudine de resturi de drojdie sau coji. Resturile de drojdie sau cojile cuprind pereți celulari de drojdie, care au rămas practic intacti și conțin o cantitate mult mai redusă de material intracelular, față de cantitatea prezentată inițial în celulele întregi din deșeu de drojdie. Microfotografia din fig.4, (pentru comparație) prezintă particule de *beta*-glucan obținute prin procedeul descris în brevetul **US 4810646**. După cum se poate vedea, particulele de *beta*-glucan cuprind, structural, particule întregi de *beta*-glucan conglomerate. Respectivetele particule de

glucan prezentate pe fig.4 sunt mult diferite de resturile de drojdie sau de cojile prezentate pe fig.3.

Pe microfotografia din fig.5 este prezentată structura - resturile de drojdie și cojile - produselor cu conținut de *beta*-glucan conform invenției, și la subsolul microfotografiei, în zona centrală, sunt prezentate la aceeași scară de mărime particule întregi de *beta*-glucan, conglomerate, produse prin procedeul din brevetul **US 4810646**. După cum se poate vedea, particulele de *beta*-glucan din resturile de drojdie sau coji sunt substanțial mai mari decât particule de *beta*-glucan conglomerate.

**Exemplul 2.** Drojdia de bere a fost supusă autolizei, pentru spargerea membranelor celulelor. Produsul rezultat prin reacție a fost supus centrifugării, pentru separarea deșeurilor de drojdie, o fracție conținând corpii celulari și având o viscozitate de 10 cP (5% suspensie apoasă). Deșeurul de drojdie menționat a fost tratat în continuare cu bicarbonat de sodiu, pentru extracția unui amestec având pH-ul de 8,5. Amestecul a fost omogenizat prin agitare timp de 1 oră, la temperatura camerei, și supus unei noi centrifugări, pentru realizarea unei separări mai avansate. Materialul centrifugat, se separă în două fluxuri, dintre care unul cu conținut preponderent de pereți celulari spărți, iar al doilea cuprinzând celule nedegradate. Materialul bogat în produși cu pereți celulari spărți a fost suspendat în soluție de hidroxid de sodiu 2,5% și tratat cu soluție de hidroxid de sodiu 40%, pentru reglarea pH-ul materialului la valoarea 12,5. În continuare respectivul material a fost încălzit indirect, pe baie de apă la 65°C, timp de aproximativ 1 oră, și apoi albit prin tratare cu peroxid de hidrogen, sub agitare, timp de 1 oră. S-a adăugat apoi materialul de albit acid clorhidric, astfel încât pH-ul acestuia să scadă la

7,0 după care, materialul a fost centrifugat și în continuare pH-ul a fost redus până la valoarea 5,0.

Produsul cu conținut de *beta*-glucan, rezultat din proces (produsul **A**) a prezentat un conținut foarte redus de celule de drojdie întregi și un conținut predominant de resturi de drojdie sau coji, având pereții celulari practic intacti. Resturile de drojdie, au prezentat o cantitate mai redusă de conținut celular de drojdie, în comparație cu celulele întregi. Produsul A a fost folosit în rețete cosmetice (așa cum se prezintă în exemplul 3), în rețete farmaceutice, (așa cum se prezintă în exemplul 4), în rețetele reactivilor de curățire (așa cum se prezintă în exemplul 5), în compoziția preparatelor comestibile (cum se prezintă în exemplul 6) sau în compoziții care pot fi utilizate ca mediu de transfer pentru pesticide (așa cum se prezintă în exemplul 7).

**Exemplul 3.** Pentru obținerea unei creme cosmetice, se folosește următoarea rețetă:

| Componente           | Concentrație %<br>(greutate/volum) |
|----------------------|------------------------------------|
| Produs A             | 10 %                               |
| Acid boric           | 10 %                               |
| Glicerină            | 14 %                               |
| Ulei brut de migdale | 5 %                                |
| Gliconină            | 5 %                                |
| Ulei de lavandă      | 0,05 %                             |

Se poate introduce în amestecul de mai sus cantitatea necesară de apă distilată.

**Exemplul 4.** Pentru obținerea unui produs farmaceutic, care se utilizează frecvent, se folosește următoarea rețetă:

| Componente                        | Concentrație %<br>(greutate/volum) |
|-----------------------------------|------------------------------------|
| Produs A                          | 10 %                               |
| Fenoxietanol (bază emulsionată)   | 1 %                                |
| Acetat de hidrocortizonă          | 0,01...2,5 %                       |
| Clorocrezol (în bază emulsionată) | 0,1 %                              |

În mediu emulsionat (în acest caz fenoxietanolul) care conține în mod obișnuit urme (1-2 ppm) de metil-*p*-hidroxi-benzoat, se poate adăuga apă distilată în cantitatea necesară.

**Exemplul 5.** Pentru fabricarea unui dezinfectant casnic, se poate folosi următoarea rețetă:

| Componente                                                     | Concentrație %<br>(greutate/volum) |
|----------------------------------------------------------------|------------------------------------|
| Frakții acide de gudron cu pct, fierbere ridicat - 220...325°C | 40 %                               |
| Produs A                                                       | 5...8 %                            |
| Ulei de ricin sulfonat 50 %                                    | 0...4 %                            |

În amestecul de mai sus, se poate adăuga cantitatea necesară de apă distilată.

**Exemplul 6.** Următoarea rețetă

poate fi folosită pentru obținerea unui produs comestibil, în care produsul A conform invenției formează agentul aromatizat:

| Componente             | Concentrație % (greutate/volum) |
|------------------------|---------------------------------|
| Produs A               | 98,45 %                         |
| Extract gras de brânză | 1,0 %                           |
| Sare                   | 0,5 %                           |
| Lecitină               | 0,05 %                          |

Lecitina se introduce în rețetă pentru ca să ajute la mascarea aromelor sau mirosurilor reziduale legate de deșeurile de drojdie. În amestecul de mai sus, se poate adăuga, de asemenea, cantitatea necesară de apă potabilă.

**Exemplul 7.** Rețeta ce urmează, se poate folosi pentru realizarea unui mediu de transfer, care să permită dispersia lentă a pesticidelor:

| Componente        | Concentrație %<br>(greutate/volum) |
|-------------------|------------------------------------|
| Produs A          | 2...4%                             |
| Lecitină          | 0,1 %                              |
| Piretrină         | 0,4 %                              |
| Piperonil butoxid | 1,0 %                              |

În amestecul de mai sus, se poate adăuga cantitatea necesară de apă. De precizat că produsele obținute în condițiile prezentate în exemplele 3 și 7 au viscozitățile situate în domeniul 30 până la 50 cP (soluție apoasă 5%).

**Exemplul 8.** Pentru fabricarea produselor alimentare fără grăsimi, se realizează amestecul:

| Componente              | Concentrație %<br>(greutate/volum) |
|-------------------------|------------------------------------|
| Apă                     | 76,4 %                             |
| Gălbenuș de ou          | 4,9 %                              |
| HPC <sup>*)</sup>       | 4,9 %                              |
| Sucroză                 | 3,2 %                              |
| Oțet (12 % acid acetic) | 3,1 %                              |
| Sare                    | 1,5 %                              |
| Făină/muștar            | 0,1 %                              |
| Sorbat de potasiu       | 0,1 %                              |
| Gumă de xantant         | 0,1 %                              |
| Produs A                | 6,0 %                              |

<sup>\*)</sup>HPC = amidon extras din porumb.

Toți ingredientii uscați au fost omogenizați într-un vas, în care s-au introdus cantitățile necesare de apă și oțet și amestecul a fost încălzit la 90°C și menținut la această temperatură 30 secunde, după care, amestecul a fost răcit la 20°C și vasul împreună cu conținutul sau au fost recântărite. Pierdere în greutate care s-a datorat evaporării a fost compensată prin adăugare de apă. Gălbenușul de ou s-a introdus treptat în pasta de amidon, sub agitare cu un

agitator cu paletă, cu forfecare înaltă. Agitarea a mai continuat timp de 3 minute, după introducerea în amestec a întregii cantități de ou și de ingrediente. A rezultat un produs comestibil foarte bun, care a prezentat o durată bună de conservare a proprietăților prin depozitare în borcane sterile la 4°C.

Pentru comparație, s-a elaborat un produs similar introducând în amestec 32,5 % ulei și 49,9 % apă, în loc de 76,4 % apă și 6 % produs A. Caracteristicile de conservare și organoleptice ale produsului nedegresat au fost similare cu cele ale produsului degresat, atestând prin aceasta că produsul lipsit de grăsimi este un produs comestibil foarte bun.

## Revendicări

1. Procedeu de tratare a materialului derivat din celulele de drojdie, prin extracție alcalină, separarea mecanică a produsului pe bază de *beta*-glucan ce rezultă și condiționarea acestuia, în vederea utilizării în domeniul prestabilit, **caracterizat prin aceea că**, se supune tratării deșeurilor de drojdie ce conține maximum 20 % și, de preferință, 2...12% substanță solidă și are, de preferință, viscozitatea în domeniul 5...15 cP prin:

- aducere în contact, pentru extracție, cu o sare alcalină de calitate alimentară,

- separarea din deșeurile extras a produsului cuprinzând în structură pereți celulari nespați,

- tratarea produsului separat cu un agent alcalin de extracție, eliminarea produselor colorați și reglarea pH-ului, de preferință, în intervalul 12...12,5,

- albirea materialului separat, cu un agent de albire sau de oxidoreducere, de calitate alimentară, fie înainte, fie după faza de separare prin centrifugare,

- reducerea pH-ului materialului albit, prin tratare cu un acid de calitate alimentară, rezultând un produs pe bază de *beta*-glucan, care poate fi utilizat ca atare, sau supus centrifugării, înainte de uscare,

- eventuala condiționare, enzimatică sau cu lecitină, a produsului pe bază de *beta*-glucan albit, pentru a i se conferi calități îmbunătățite.

2. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, în prima fază de extracție alcalină, se adaugă bicarbonat de sodiu, în proporție de 2,5% în greutate, raportată la volumul total al deșeului supus tratării.

3. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, în faza de albire se folosesc agenți uzuali, aleși dintre peroxidul de hidrogen și acidul ascorbic, albirea realizându-se în condiții uzuale.

4. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, produsul separat prin centrifugare, este tratat cu soluție de hidroxid de sodiu sau de potasiu, de concentrație 0,5...5 % g/v, în varianta obținerii, după albire, a unui produs final, de culoare crem-pal.

5. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, produsul separat prin centrifugare, este tratat cu soluție de hidroxid de calciu, de concentrație 0,5...5 % g/v, în varianta obținerii, după albire, a unui produs final, de culoare albă.

6. Procedeu, conform revendicărilor 1, 4 și 5, **caracterizat prin aceea că**, reglarea pH-ului la valoarea predeterminată se realizează prin adăugarea cantității necesare de soluție de hidroxid de sodiu, de concentrație 40 %.

7. Procedeu, conform revendicărilor 1, 3, 4 și 5, **caracterizat prin aceea că**, se utilizează ca agent de albire, de preferință, peroxidul de hidrogen, cu obținerea unui material albit, de culoare crem-pal sau albă.

8. Procedeu, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, acidul de calitate alimentară, folosit pentru reducerea pH-ului la valoarea prestabilită a produsului albit, este ales dintre acizii clorhidric, ortofosforic, citric sau sulfuric.

9. Procedeu, conform revendicărilor 1 la 8, **caracterizat prin aceea că**,

produsul pe bază de *beta*-glucan albit, poate să fie tratat cu un acid de calitate alimentară, de preferință acid clorhidric sau fosforic, separat prin centrifugare, suspendat în soluție de apă și lecitină, pentru dezodorizare suplimentară și din nou centrifugat, în vederea uscării.

10. Procedeu, conform revendicărilor 1 la 8, **caracterizat prin aceea că**, produsul pe bază de *beta*-glucan albit poate să fie contactat cu o soluție tampon, de preferință fosfat/citrat și tratat cu o enzimă cu acțiune de liză, asupra drojdiei, cum este Novozym 234, în condiții uzuale, timp de 6 ore, la 55 ... 75°C, după care se încălzește la 70 ... 90°C, timp de cel puțin 30 minute, și se separă prin centrifugare, acest tratament enzimatic, conducând la reducerea proprietăților elastice ale produsului pe bază de *beta*-glucan.

11. Produs pe bază de *beta*-glucan, cu structură în esență menținută *in vivo*, a produselor celulare, din deșeul de drojdie, obținut prin procedeul din revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că**, cuprinde în structură, în proporție predominantă, o multitudine de resturi de celule sau coji, conținând pereți celulari de drojdie nespartiți, având dimensiunea maximă situată în domeniul cuprins între 5 și 20 micrometri și o cantitate mai mică de celule integrale, decât deșeul de drojdie.

12. Produs, conform revendicării 11, **caracterizat prin aceea că**, cuprinde resturi de celule sau coji, cu conținut redus de substanțe din celule de drojdie, având material activ fiziologic, încapsulat în acesta.

13. Produs, conform revendicării 11, **caracterizat prin aceea că**, poate fi folosit ca purtător, în compoziții farmaceutice și alimentare și în medii de transfer, în proporție de până la 10 % în greutate.

14. Produs pe bază de *beta*-glucan, comestibil, obținut prin procedeul definit în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că**,

- are culoare crem-pal sau albă;
- prezintă un conținut foarte redus

de celule de drojdie nedegradată;

- conține o fibră funcțională fiziologic,

- are calități lipomimetice;

- se poate folosi în formă vâscoasă, semisolidă sau solidă. 5

15. Produs, conform revendicării

14, **caracterizat prin aceea că**, se poate folosi ca purtător în produse alimentare, într-o concentrație de până la 98 % g/v. 10

16. Produs, conform revendicărilor 11, 13, 14, și 15, **caracterizat**

**prin aceea că**, este utilizat în compozițiilor produselor alimentare, pentru îmbunătățirea caracteristicilor fibrelor funcționale ale acestora.

17. Procedeu de obținere a produselor alimentare degresate, **caracterizat prin aceea că**, se introduce în compoziția acestora, alături de alți ingrediente specifici structurii, produsul pe bază de beta-glucan comestibil, definit în revendicarea 14, ca înlocuitor total sau parțial de grăsime.

Președintele comisiei de examinare : **ing. Marin Elena**

Examinator: **ing. Panin Elena**

Fig. 1

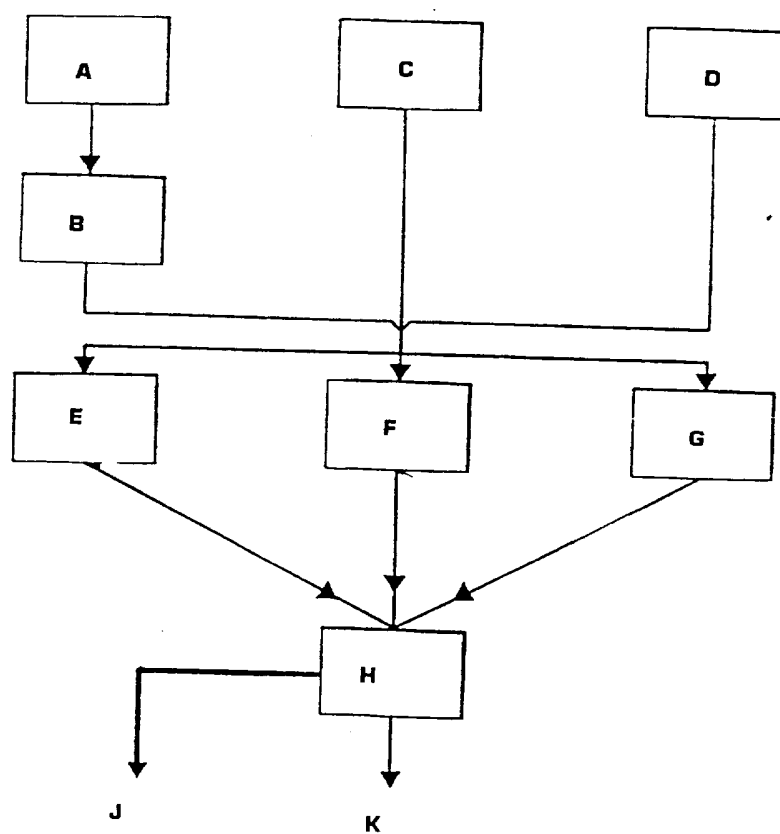


Fig. 2

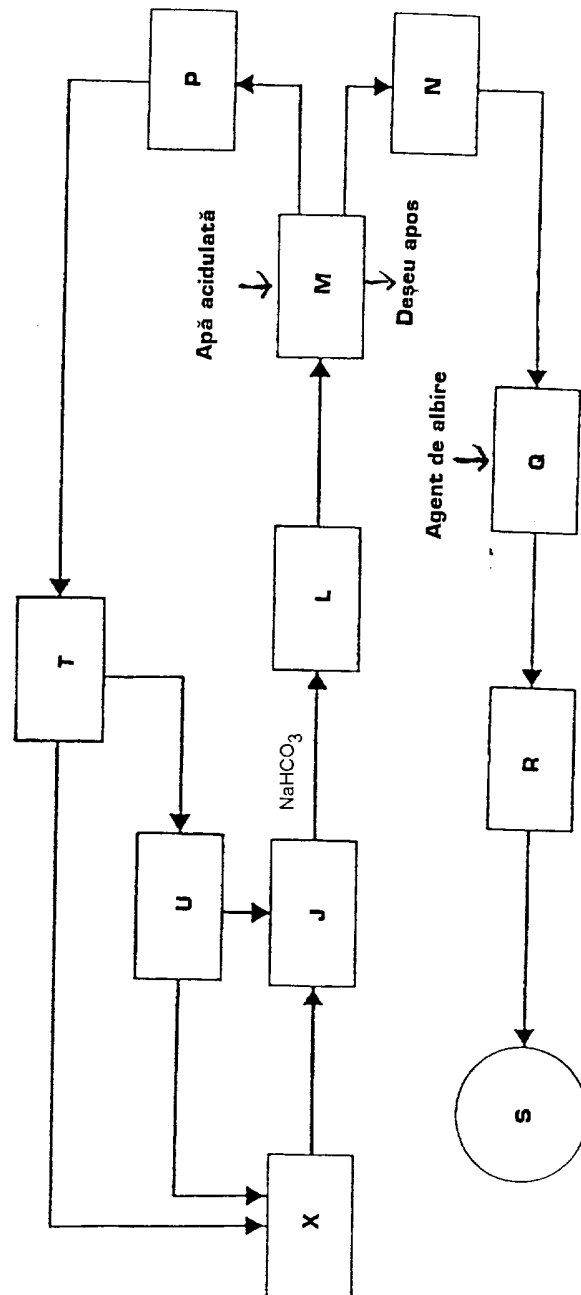


Fig. 3



Fig. 4

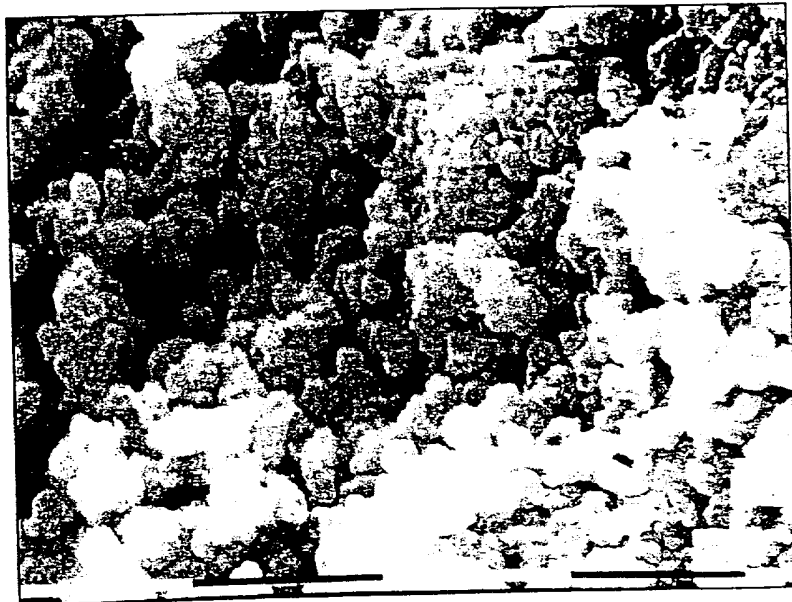


Fig. 5

