



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2011 01120**

(22) Data de depozit: **08.11.2011**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.01.2014** BOPI nr. 1/2014

(41) Data publicării cererii:  
**29.06.2012** BOPI nr. 6/2012

(73) Titular:  
• **INSTITUTUL DE CERCETĂRI ȘI  
AMENAJĂRI SILVICE, BD.EROILOR  
NR.128, VOLUNTARI, IF, RO**

(72) Inventatori:  
• **ȚULUCA ELISAVETA,  
STR.FRAȚII FĂGĂRĂȘANU NR.38,  
SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **BIRIȘ IOVU-ADRIAN, STR.VIDIN NR.12,  
BL.58 BIS, SC.A, ET.3, AP.13, SECTOR 2,  
BUCUREȘTI, B, RO;**

• **ENACHE-PREOTEASA CRISTIAN,  
INTR.BĂDENI NR.12, BL.G 2, SC.1, ET.7,  
AP.80, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO;**  
• **ȘERBĂNESCU OCTAVIAN-VALENTIN,  
STR.IZVORUL OLTULUI NR.2, BL.25, SC.A,  
ET.3, AP.12, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B,  
RO;**  
• **VOICULESCU ION, ȘOS.ȘTEFĂNEȘTI  
NR.128, VOLUNTARI, IF, RO;**  
• **LECA LAURA ANDREEA,  
STR.SLT. PETRE IONEL NR.5, BRĂNEȘTI,  
IF, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**RO 115224 B1; RO 87206; RO 86539**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNUI COLORANT  
NUTRACEUTIC ANTOCIANINIC**



# RO 127476 B1

1 Inventția se referă la un procedeu de obținere a unui colorant nutraceutic antocianinic,  
din fructe de pădure, cu utilizare în industria alimentară, farmaceutică și cosmetică.

3 Se cunosc o serie de coloranți naturali, obținuți prin procesarea integrativă a unor fructe  
de pădure: afin, mur, soc, scoruș, porumbe etc.

5 Antocianii sunt pigmenti vegetali solubili în mediu polar, care imprimă în anumite structuri  
celulare culorile roșu, albastru și violaceu. Sunt prezenți mai ales sub formă de glicozide sau  
7 de acilglicozide conjugate cu agliconii lor antocianinici. Agliconii se regăsesc rareori ca atare  
sub formă liberă în structurile vegetale. Cei mai importanți agliconi sunt cyanidina (Cy),  
9 Delfinidina (Dp), Petunidina (Pt), Peonidina (Pn), Pelargonidina (Pg) și Malvidina (My). Antocianii  
prezintă o puternică acțiune antioxidantă și în prezent s-au evidențiat beneficii relevante pentru  
11 sănătate prin mecanisme de modulare a expresiei unor gene.

De exemplu, modificarea expresiei genetice la nivel hepatic a sintezei acizilor biliari  
13 și a colesterolului, cu potențial de utilizare în afecțiuni complexe, obezitate, hipertensiune,  
hiperlipidemie, arteroscleroză, boli cardiovasculare, diabet de tip II etc. [**Hepatic Gene  
15 Expression Related to Lower Plasma Cholesterol in Hamsters Fed Hig-Fat Diets  
Supplemented with Blueberry Peels and Peel Extracts - Kim H. Bartley GE, Rimando  
17 AM, Yokoiana W, Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2010, 58(7), 3984 - 3991**].

De asemenea, compușii fenolici de tip antocianinic se percep în prezent ca reprezentând  
19 alimente de tip „BRAIN FOOD”, întrucât par a stimula microcirculația cerebrală, capacitatea  
de învățare și de memorie [**BRAIN FOODS: The effects of nutrients in brain function,  
21 Fernando, Pinilla, MacMillan Publishers Limited, 2008**].

Experimentele au demonstrat eficiența extractelor antocianinice în protejarea mem-  
23 branelor celulelor neuronale și creșterea plasticității biocampusului.

Concentratele antocianinice pot, de asemenea, constitui o modalitate de aditivare a  
25 numeroase recepturi de alimente funcționale, atât sub aspectul senzorial de colorare, cât și  
sub aspectul bioprotectiv față de afecțiunile oculare, sau ca adjuvant al curelor de detoxifiere  
27 [**ΔPPH radical inhibition kinetic and antiradical activity of polyphenols from  
chokeberry and elderberry fruits, Lidija Jakohek, Marijan Seruga, Ivana Novak,  
29 Martina Medvidovic, Bernarda Serunga, Pomologia Croatica, volum 14,2008, pp. 101-  
118**]; [**PHENOLICS: Occurence and imunochemical detection in and food, Eline P.  
31 Medenberg, Molecule 14, 2009, pp. 439 - 473**].

RO 115224 B1 se referă la un concentrat antocianic și la procedeul de obținere. Proce-  
33 deul de obținere a concentratului presupune două etape de realizare, în prima etapă,  
efectuându-se extracția principiilor active din turta de afine, prin percolarea turtei de afine cu  
35 o soluție hidroalcolică acidulată, având 70% volum alcool etilic și 3% acid citric, malic sau  
tartaric, raportul de flotă optim, între cantitatea de solvent și de produs vegetal, fiind de  
37 3 : 1...7 : 1, durata extracției de 24...48 h, la temperatura ambiantă sau de 2...3 h, la tempera-  
tura de 70...75°C, cu recircularea forțată a solventului, prin pompare sau refluxare, urmată  
39 de filtrare prin pânză deasă și un strat de vată de 5...10 cm grosime, adăugare de 0,1% sorbat  
de Na/K, iar în a doua etapă, concentrarea extractului prin dezalcolizare la vid, prin încălzire  
41 cu abur, în aparate cu manta dublă, prevăzute cu dispozitiv de agitare, până când concentrația  
alcoolului recuperat scade sub 94% volum și colectarea concentratului antocianic, urmată,  
43 pentru produsul pulverulent, de uscare sau liofilizare. Concentratul antocianic, obținut conform  
procedeului prezentei invenții, poate fi folosit drept colorant alimentar și în produse  
45 farmaceutice, cu efect terapeutic în afecțiunile oftalmologice, capilare, hemoragice.

# RO 127476 B1

<b>RO 87206</b> descrie un procedeu pentru obținerea coloranților antocianinici din fructe.	1
Procedeul revendicat constă în aceea că, fructele se supun operației de presare, obținându-se un suc, la care se adaugă NaOH pentru reglarea pH-ului la 11...11,5, când precipită	3
antocianinele, care se filtrează sub presiune de CO <sub>2</sub> sau azot, iar precipitatul astfel obținut se solubilizează în mediu de acid mineral la pH 1,3...3,0.	5
<b>RO 86539</b> se referă la un procedeu de obținere a unui produs medicamentos destinat tratamentului diareelor și enteritelor nespecifice la animale, ce constă în aceea că fructele	7
de afin se macerează la temperatura camerei, timp de 24...48 h, în prezență de glucoză în cantitate egală și 1/3 în volum apă, se filtrează la o presiune de 0,5 kgf/cm <sup>2</sup> , lichidul obținut	9
putând fi administrat ca atare, iar reziduul de pulpă obținut prin filtrare se usucă până la o umiditate de 10...12%, se amestecă cu glucoză în cantitate egală, se comprimă în prezență	11
de amidon, gelatină și talc, după procedee în sine cunoscute.	
Problema tehnică, propusă spre rezolvare de prezenta cerere, constă în obținerea	13
unui colorant antocianic natural, pentru utilizări alimentare, farmaceutice și cosmetice.	
Soluția constă într-un procedeu prin care se realizează valorificarea integrativă a	15
fructelor de afin.	
Procedeul conform invenției constă în aceea că reziduul umed, constituit din pielețe	17
și sâmburi cu umiditatea de 60...80%, este supus extracției în prezență de soluție etanolică de 95%, într-un raport de 1:6...1:8, timp de 3...4 h, prin percolare și șocuri de presiune la	19
6...8 bari, după care se presează din nou în presa cu șnec, reziduul spălându-se cu același extractant, în două etape consecutive, apoi faza fluidă se supune unei separări centrifugale,	21
din care rezultă un extract limpede și un reziduu epuizat, iar extractul limpede se supune în continuare unei distilări în vid la o temperatură de maximum 45°C, din care rezultă un produs	23
având 62...65% substanță uscată, cu un conținut în antocianine de 28...29 mg/5 g produs, o consistență vâscoasă și o aciditate de 4,6%, care se integrează într-un amestec de ½	25
maltodextrine.	
Procedeul conform invenției prezintă următoarele avantaje:	27
- reprezintă o alternativă la adaosul extrem de extins al „E-urilor” în colorarea produselor alimentare, cu preponderență a băuturilor și a produselor zaharoase din categoria	29
înghețatelor, cremelor, dressingurilor, fursecurilor etc.;	
- colorantul antocianinic în formă concentrată extinde durata de folosință a produselor;	31
- se obține o culoare persistentă în timp a produselor pe care le aditivează, cu volume minimale de colorant.	33
Se prezintă, în continuare, un exemplu concret de realizare a invenției.	
<b>Exemplu.</b> 1 kg afine, ca atare sau congelate, se aduc la temperatura camerei și se	35
presează într-o presă cu șnec. Sucul celular este utilizat pentru obținerea de băuturi sau de alte produse zaharoase, iar reziduul umed, aproximativ 200 g, se introduce la extracție cu	37
etanol de 95%, acidulat cu acid acetic de 0,5%, la un raport de 1 : 6 biomasă umedă/extrac-	
tant, după care urmează o a doua separare, respectiv, a extractului hidroetanolic intens	39
colorat, rezultat după presarea dispersiei și a reziduului epuizat, utilizabil ca furaj sau ca fertilizant natural.	41
Reziduul după presare se spală de două ori consecutiv cu același extractant, adăugat la niveluri de 10% din volumul extractantului inițial, pentru a antrena cât mai bine compușii	43
antocianinici și ceilalți componenți bioactivi solubilizați în etanol din matricea vegetală, fără a utiliza procedee termice. În faza fluidă rezultată din procesarea reziduului după îndepărtarea	45
sucului celular, s-au identificat structuri glicozidice antocianinice conjugate, cu agliconii cianidina, delfinidina, pelargonidina și petunidina.	47

# RO 127476 B1

1 Extractul hidroetanolic diluat se concentrează prin distilare în vid, la temperatura de  
maximum 45°C, pentru a elimina etanolul și o parte din apa existentă în reziduul umed  
3 introdus la extracție.

5 Concentrarea în vid se realizează pentru a minimiza volumul extractului, la niveluri  
care să asigure o capacitate de colorare intensivă, la niveluri reduse de aditivare și pentru  
asigurarea stabilității îndelungate. Se are în vedere realizarea unei concentrații finale de  
7 62...65%.

9 Nivelurile de aditivare la această concentrație a colorantului rezultat din procesarea  
reziduului de afine sunt reduse. Respectiv de aproximativ 2/1000 pentru produse fluide, de  
0,1% pentru creme și înghețate și de 0,5% pentru produse pulverulente.

11 Alături de caracteristicile de colorare, extractul hidroetanolic din pielițele și sămburii  
afinelor reprezintă un cumul de compuși sanogeni, respectiv, de bioflavonoide, acizi fenol-  
13 carboxilici și structuri catechinice oligomerice de tip proantocianinice, astfel încât, utilizările  
de tip terapeutic pot fi deosebit de relevante.

15 Prioritate prezintă totuși structurile antocianinice, respectiv, ale agliconilor glicozilați.  
Conținutul global al antocianinelor, determinat cu metode avansate HPLC - MS, s-a cifrat la  
17 valoarea de 705 mg/100 g produs proaspăt, cu umiditatea de 89% (respectiv cu un conținut  
în s.u. de numai 11%).

19 În cele 200 g de reziduu umed, rezultat după îndepărtarea sucului celular din fructele  
de afin, nivelul substanței uscate a reprezentat 40%, deci 80 g S.U.

21 Din această cantitate, potențialul extractibil a fost de 35%, obținându-se o cantitate  
de aproximativ 28 g compuși solubilizați, care, în acest caz cumulează, 1794,5 mg antocianine.

23 Reziduul umed (200 g) a fost procesat cu 200 ml etanol de 95%, iar, după îndepăr-  
tarea etanolului prin distilare la 45°C, antocianinele solubilizate au fost reținute în volumul  
25 apos de 200 g. Din acest volum apos, după îndepărtarea reziduului insolubil umed de aproxi-  
mativ 110 g, antocianinele se găsesc solubilizate în fracțiunea fluidă finală de aproximativ  
27 90 ml.

29 Această fracțiune fluidă s-a încorporat în final pe 200 g substrat pulverulent de  
maltodextrine, rezultând o cantitate de aproximativ 300 g.

31 Această cantitate, în care s-au încorporat 1794,5 mg antocianine, s-a porționat sub  
formă de comprimate a 5 g, rezultând în final comprimate cu un conținut în antocianine de  
28...29 mg/comprimat.

33 În continuare, se prezintă pe larg invenția.

35 Prin procedeul de obținere conform invenției, se realizează o valorificare integrativă  
a fructelor, întrucât produsul se obține nu din fructele ca atare, ci din reziduul rămas după  
extragerea sucului, care reprezintă circa 20% din fructele ca atare.

37 Sucul celular poate fi folosit direct în prepararea băuturilor răcoritoare sau/și  
alcoolice, ca atare sau după o prealabilă concentrare. Reziduul constituit din pielițe și  
39 sămburi, cu umidități cuprinse între 60 și 80%, este fracționat în continuare prin extracție cu  
etanol de 95%, acidulat cu 0,5% acid acetic.

41 Extracția se realizează într-un extractor automatizat, la temperatura mediului ambiant,  
la 6...8 bari, prin percolare și șocuri de presiune, timp de 2,5...4 . Materialul rezidual este  
43 presat, pentru a colecta extractul antocianinic intens colorat și reziduul este spălat în două  
reprise consecutive, cu același extractant, la volume de 10% din volumul inițial. Frajeciunile  
45 fluide se reunesc și se concentrează prin distilare în vid, la maximum 45°C, pentru a obține  
extractul antocianinic la niveluri de concentrare de 60...65% substanță uscată.

# RO 127476 B1

Din punctul de vedere al conținutului în antocianine, fructele de afin proaspete, cu o umiditate de 89%, au prezentat un nivel global al antocianinelor (agliconi glicozilați) de 705 mg/100 g produs ca atare. Prin extracție cu etanol de 95% acidulat cu acid acetic 0,5%, din 200 g reziduu umed, a rezultat o cantitate de compuși solubili de 28 g, care integrată în 300 g amestec 1:2 de maltodextrine, cumulează în medie 1794,5 mg antocianine.	1 3 5
Această compoziție, porționată în comprimate de 5 g, încorporează în forma stabilizată 28...29 mg antociani/5 g produs.	7
Reziduu umed provenit din 1000 g afine proaspete prin prelucrare, conform procedurii invenției, după obținerea a circa 800 ml suc celular, poate fi valorificat profitabil prin obținerea a încă 60 comprimate antocianine, cu utilizări fitoterapeutice și/sau ca alternativă naturală de colorare față de coloranții de sinteză.	9 11
Concentratul antocianinic final prezintă o capacitate antioxidantă la niveluri de 1200...2500 μmoli TEAC/gr produs, un conținut în fenoli totali de 14,8...18%, în funcție de natura fructelor procesate, zahăr direct reducător 4,2%, structuri oligoglucidice de tip pectinic 14%, proteină brută (azot Kheldahl) 1,6%, cenușă brută 0,8%, aciditate 4,6%.	13 15
Fracțiunea de fenoli totali este reprezentată prioritar de structurile catechinice de tip antocianinic, dar și de bioflavonoidele conjugate glicozidic din pielețe și parțial de proantocianidinele din sămburii zdrobiți prin presare. Prin dizolvare în apă (preferabil slab acidulată la pH = 3,5...4), se obțin colorații intense în nuanțe roșcat - violacee, la diluții minimale de participare în medii fluide, semiapoase sau pulverulente, de 1...5%.	17 19
Etapele de procedeu de obținere, conform invenției, se realizează în următoarea succesiune:	21
- recoltarea fructelor la maturitate și pe timp uscat;	23
- condiționarea fructelor pe timp uscat prin îndepărtarea impurităților organice și minerale;	25
- spălarea fructelor condiționate pe o sită prin pulverizarea apei de robinet;	
- presarea fructelor cu o presă cu șnec pentru a obține suc celular, căruia i se dau alte întrebuințări, de exemplu, în alcătuirea de băuturi răcoritoare și/sau alcoolice ca atare sau printr-o concentrare ulterioară;	27 29
- reziduu umed, care conține pielețele, sămburii, carbohidrații oligomerici de tipul pectinelor și heteropoliozelor, mai puțin solubile în suc celular etc., se introduce la extracție într-un extractor automatizat, care funcționează pe bază de șocuri de presiune și percolare la 6...8 bari, la temperatura mediului ambiant;	31 33
- după extracție, dispersia se separă prin presare într-o presă cu șnec, urmată de spălarea reziduuului cu același extractant, în două etape consecutive, cu volume de circa 10% din nivelul extractantului inițial.	35
În extractor, reziduuului umed i se adaugă o soluție etanolică de 95% v/v în care s-a încorporat 0,5% acid acetic, la un raport biomasă umedă : extractant de 1:6...1: 8.	37
Extracția durează 3,5...4 . Extractul fluid se trece în continuare printr-un separator centrifugal, pentru a îndepărta eventualele microparticule în suspensie, iar reziduuul epuizat după uscare poate fi utilizat în furajarea rumegătoarelor sau ca fertilizant natural.	39 41
Extractul limpede se distilează în vid, la maximum 45°C, pentru a elimina extractantul etanolic și a îndepărta o parte din apa conținută în biomasă umedă introdusă la extracție. Se are în vedere obținerea în final a unei concentrații în substanță uscată la valori cuprinse între 62 și 65%.	43 45
La această concentrație, produsul prezintă o consistență vâscoasă și o aciditate care îi asigură o bună stabilitate.	47

# RO 127476 B1

1           Suplimentar, poate fi porționat în sticle închise cu capac metalic și se pasteurizează  
prin autoclavare la 70...80°C, timp de 30 min.

3           O altă alternativă este încorporarea pe un suport pulverulent, de exemplu, maltodextrină  
sau celuloză microcristalină în proporție de 1:2 extract concentrat de 65% S.U., pentru utilizări  
5 preponderent fitoteraputice, de exemplu, în potențarea funcțiilor cognitive și de memorie, având  
însușiri antioxidante care pot stabiliza fosfolipidele din membranele celulelor neuronale.

7           Reziduul umed (200 g) a fost procesat cu 200 ml etanol de 95%, iar după îndepăr-  
tarea etanolului prin distilare la 45°C, antocianinele solubilizate au fost reținute în volumul  
9 apos de 200 g.

11          Din acest volum apos, după îndepărtarea rezidului insolubil umed de aproximativ  
110 g, antocianinele se găsesc solubilizate în fracțiunea fluidă finală, rezultând o cantitate  
de aproximativ 90 ml.

13          Această fracțiune fluidă s-a încorporat în final pe 200 g substrat pulverulent de  
maltodextrine, rezultând o cantitate de aproximativ 300 g.

15          Această cantitate, în care s-au încorporat 1794,5 mg antocianine, s-a porționat sub  
formă de comprimate a 5 g, rezultând în final comprimate cu un conținut în antocianine de  
17 28...29 mg/comprimat.

# RO 127476 B1

## Revendicare

1

Procedeu de obținere a unui colorant nutraceutic antocianinic, alimentar, din fructe de pădure, în care se recoltează fructele de afin aflate la maturitate, la temperatura de maximum 30°C, apoi se condiționează prin îndepărtarea impurităților organice și minerale, se spală prin pulverizare, după care se presează într-o presă cu șnec și se obține sucul celular fluid, **caracterizat prin aceea că** reziduul umed, constituit din pielițe și sâmburi cu umiditatea de 60...80%, este supus extracției în prezență de soluție etanolică de 95%, într-un raport de 1:6...1:8, timp de 3...4 h, prin percolare și șocuri de presiune la 6...8 bari, după care se presează din nou în presa cu șnec, reziduul spălându-se cu același extractant, în două etape consecutive, apoi faza fluidă se supune unei separări centrifugale, din care rezultă un extract limpede și un reziduu epuizat, iar extractul limpede se supune în continuare unei distilări în vid la o temperatură de maximum 45°C, din care rezultă un produs având 62...65% substanță uscată, cu un conținut în antocianine de 28...29 mg/5 g produs, o consistență vâscoasă și o aciditate de 4,6%, care se integrează într-un amestec de ½ maltodextrine.

3

5

7

9

11

13

15



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM  
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci  
sub comanda nr. 13/2014