



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2014 00730**

(22) Data de depozit: **30/09/2014**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2019** BOPI nr. **8/2019**

(41) Data publicării cererii:
30/03/2016 BOPI nr. **3/2016**

(73) Titular:
• **INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
TEXTILE ȘI PIELĂRIE - SUCURSALA
INSTITUTUL DE CERCETARE PIELĂRIE,
ÎNCĂLȚĂMINTE, STR.ION MINULESCU
NR.93, SECTOR 3, BUCUREȘTI, B, RO**

(72) Inventatori:
• **ALBU MĂDĂLINA GEORGIANA,
BD. TINERETULUI NR. 21, BL. Z6, SC. 1,
ET. 7, AP. 48, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B,
RO;**
• **KAYA DURMUS ALPASLAN,
STR. ADNAN MENDERES, BL. NUR NR. 35,
AP.15, ET. 3, ANTAKYA-HATAY, TR;**
• **RAMAZAN MAHANOGLU,
STR. TURUNCLU MH. MAHAN NR. 2,
DEFNE, HATAY, TR, TR;**

• **ALBU FLORICA- LUMINIȚA,
CALEA FERENTARI NR. 23, BL. 129B,
SC. 3, ET. 4, AP. 82, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;**
• **COARA GHEORGHE, STR.MISCA PETRE
NR.4, BL.M16, SC.A, ET. 8, AP.35,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **BUMBENECI GEORGETA,
STR.LT.ILIE CAMPEANU NR.3, BL.15A,
SC.2, AP.16, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B,
RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**ANTON FICAI, ECATERINA
ANDRONESCU, VIORICA TRANDAFIR,
CRISTINA GHITULICA, GEORGETA
VOICU, "COLLAGEN/HYDROXYPATITE
COMPOSITE OBTAINED BY ELECTRIC
FIELD ORIENTATION", MATERIALS
LETTERS, VOL. 64 (4), PP. 541-544, 2010;
EP 1855991 B1**

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A MICROCAPSULELOR
DIN HIDROLIZAT DE COLAGEN, ȘI MICROCAPSULELE
OBTINUTE PRIN ACEST PROCEDEU**



RO 130962 B1

1 Invenția se referă la obținerea de microcapsule din hidrolizat de colagen cu uleiuri
esențiale utilizate în domeniul cosmetic și medical, care pot fi încorporate/impregnate în
3 diferite structuri textile, și la un procedeu de obținere a acestora.

5 Microîncapsularea este cea mai importantă formă de eliberare controlată a unei
substanțe care permite utilizarea chiar și în unele domenii în care acest procedeu nu era
7 fezabil. Tehnica de microîncapsulare a fost implementată în mai multe domenii industriale,
cum ar fi industria alimentară (compuși funcționali, aditivi, coloranți, arome), industria
9 farmaceutică pentru eliberarea componentelor activi sau vaccinurilor, industria cosmetică,
industria textilă și în agricultură. Microîncapsularea poate fi definită ca procesul de acoperire
11 a unei substanțe cu altă substanță (solidă, lichidă sau gazoasă) la o scară foarte mică,
rezultând capsule variind de la mai puțin de 1 μm la câteva sute de micrometri. Formele
13 specifice microcapsulelor, în diferite sisteme, sunt influențate de tehnologiile și de materialele
de umplutură și acoperire din care sunt făcute. Obiectivul principal al încapsulării este de a
15 proteja materialul de umplutură de condiții adverse de mediu, cum ar fi efectele nedorite ale
luminii, umidității și oxigenului contribuind astfel la creșterea duratei de viață a produsului,
furnizând o eliberare controlată a materialului încapsulat.

17 Substanțele încapsulate - "CORE" - pot fi substanțe pure sau amestecuri de
substanțe, care se numesc materiale acoperite, miez, principiu activ, umplutură sau fază
19 internă. Pe de altă parte, materialele care acoperă substanțele - "SHELL" - se numesc
materiale de acoperire, perete al capsulei, membrane, și pot fi produse din zaharuri, proteine,
21 polizaharide naturale sau modificate sintetic, lipide și alți polimeri sintetici.

23 Compoziția produselor micro-încapsulate poate fi foarte diferită, deoarece acestea
pot avea substanță activă și materialul de acoperire foarte diferite. Până în prezent, s-au
utilizat ca substanțe active pentru micro-încapsulare următoarele: solvenți (benzen,
25 ciclohexan, fenil-clorinați, parafine, esteri, eteri, alcooli, apă); plastifianți (ftalat, adipat, silicon,
hidrocarburi clorinate); acizi și baze (acid boric, alcalii caustice, amine); catalizatori (agenți
27 de curățare, oxidanți, inițiatori de radicali liberi și agenți de reducere); coloranți (pigmenți și
vopsele); adezivi (polisulfide, cianoacriilați și izocianați); parfumuri (mentol, esențe și
29 compoziții speciale); alimente (uleiuri, grăsimi, condimente și arome); chimicale agricole
(ierbicide, insecticide, pesticide); farmaceutice (aspirină, vitamine și aminoacizi); materiale
31 de înregistrare (tonere, agenți de cuplare, agenți de fixare, de dezvoltare, compuși
fotocromatici, cristale lichide); inhibitori de rugină (cromat de zinc); altele (detergenți,
33 înălbitori).

35 În procesul de micro-încapsulare s-au utilizat până în prezent mai multe tipuri de
materiale de acoperire - naturale: gelatină, agar, gumă, alginat de sodiu, alginat de calciu,
37 dextran, acizi grași, amidon, chitosan, sucrază și ceară; semi-sintetice: acetat de celuloză,
nitrat de celuloză, etilceluloză și hidroxipropilceluloză, multigeluloză, sodiu carboximetil-
celuloza, miristil alcool, dipalmitat, 12-hidroxistearil alcool; sintetice: polimeri și copolimeri
39 acrilici. Până în prezent, cele mai multe aplicații ale colagenului în microcapsule și-au găsit
utilizarea în biologie moleculară ca transportori pentru celule, farmacie ca transportor pentru
41 medicamente și aplicații nutraceutice. Sistemele microsferice, în care colagenul a fost
material de acoperire, au avut la bază celule stem mesenchimale umane (hMSC), factori
43 neutrofili derivați din celule gliale (GDNF) sau nucleu pulpos (NP) din iepure pentru creșterea
celulelor din spațiul discului intervertebral. Aplicațiile farmaceutice ale microcapsulelor
45 colagenice au utilizat ca substanță activă medicamente lipofile: retinol, tretionina, tetracaina
și lidocaina.

47 Brevetul **TW 201420013** descrie o compoziție pentru microcapsule cu următoarele
ingrediente: chitosan, alginat, acid hialuronic ca material de acoperire și uleiuri esențiale de
49 mentă, eucalipt, lămâie, adiroba ca material de umplutură. Aceasta este utilizată ca repelent

RO 130962 B1

1 pentru țânțari, nu și pentru funcționalizarea textilelor. Extracte din plante conținute în granule
formate printr-o dispersie a extractului într-o matrice, în special o proteină hidrolizată din
2 colagen, gelatină sau plante, prezentate în brevetul **US 5401502 (A)** și-au găsit aplicarea în
3 domeniul cosmetic sau farmaceutic. Brevetul **US 5169631 (A)** prezintă o compoziție
antimicrobiană topică ce conține un agent antimicrobian ca material de umplutură și colagen
4 sau glicozaminoglican ca material de acoperire a microcapsulelor utilizate pentru obținerea
5 unor deodorante sau dezinfecțanți topici. Microcapsule care încorporează celule vii sunt
6 descrise în brevetul **US 20140127290** și au ca material de umplutură colagenul. Acestea
7 sunt destinate culturilor de celule și ingineriei tisulare. Brevetul **CN 102864016 (B)** descrie
8 microcapsule pe bază de ulei esențial de trandafir cu utilizări în obținerea foilțelor de acoperit
9 țigările. O altă inovație descrie o metodă de obținere pentru uleiuri esențiale încorporate în
10 microcapsule din dioxid de siliciu. Brevetele descrise mai sus au avantajul de a dezvolta
11 microcapsule obținute din diverse compoziții utilizate în domenii, cum ar fi medicina,
12 cosmetica, obținerea de noi materiale, dar în comparație cu prezenta invenție, nu sunt
13 obținute din hidrolizat de colagen și uleiuri esențiale pentru a fi încorporate/impregnate în
14 structuri textile.

15
16 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în prezentarea unui procedeu
17 pentru realizarea unor microcapsule din ingrediente naturale cu material de acoperire hidro-
18 lizat de colagen și material de umplutură uleiuri esențiale antimicrobiene care, încorporate/
19 impregnate într-o structură textilă, să asigure la nivel topic pe de-o parte tratamentul -
20 profilaxia celulitei piciorului diabetic și pe de altă parte regenerarea țesutului conjunctiv.

21
22 Procedeu de obținere a microcapsulelor din hidrolizat de colagen și uleiuri esențiale,
23 conform invenției, înlătură dezavantajele de mai sus prin aceea că acest colagen hidrolizat,
24 obținut din derma pielii de vițel cu un conținut de 1,5%...10% colagen substanță uscată,
25 peste care se adaugă 0,1...2,0% ulei esențial în 10...20% etanol, se amestecă cu hidrolizatul
26 de colagen și cu 0,1%...5% agent de reticulare, acid tanic/glutaraldehydă și apă distilată până
27 la 100%. Soluția de microcapsule astfel obținută este uscată fie prin atomizare la temperatura
28 de intrare de 210...230°C și temperatura de ieșire de 90...110°C, fie prin liofilizare la o
29 temperatură de congelare/condensare de -35...-95°C, timp de 48 h, și temperatura de uscare
30 de 35...37°C, obținându-se pulberi de culoare albă până la maron deschis, cu formă sferică
31 cu diametrul de 2...30 μm.

32 Prin aplicarea invenției se obțin avantajele obținerii unor microcapsule naturale,
33 antimicrobiene, având în compoziție în principal proteină (colagen) și extracte vegetale
34 (uleiuri esențiale), care au capacitatea de a funcționaliza materiale inerte (textile, mase
35 plastice, metale) și pot constitui ingrediente active în industria cosmetică, farmaceutică,
36 alimentară, în medicină și agricultură.

37 Microcapsulele obținute conform invenției înlătură dezavantajele menționate prin
38 aceea că sunt constituite din următoarele componente, exprimate în procente gravimetrice
39 raportate la 100% soluție de microcapsulă înainte de uscare: a) un polimer natural, colagen
40 hidrolizat obținut din derma pielii de vițel, cu un conținut de 1,5...10% colagen substanță
41 uscată, b) 0,1...2,0% ulei esențial în 10...20% etanol, care se amestecă cu hidrolizatul de
42 colagen, și c) 0,1...5,0% agent de reticulare, acid tanic sau glutaraldehydă care se adaugă
43 la sfârșit, în compoziția finală, și până la 100% apă distilată.

44 Procedeu de obținere a microcapsulelor din hidrolizat de colagen și uleiuri esențiale
45 constă în aceea că, în prealabil, hidrolizatul de colagen se amestecă cu soluția de alcool
46 etilic cu ulei esențial, se omogenizează, se ajustează la pH 7,4 cu hidroxid de sodiu 1M și
47 se adaugă apă distilată până ce compoziția finală conține 1,5...10% colagen substanță
48 uscată și se adaugă agentul de reticulare. Compoziția obținută sub formă de microemulsie
49 se liofilizează sau se atomizează, obținându-se microcapsule sub formă de pulberi cu
50 dimensiuni de 2...30 μm.

RO 130962 B1

1 Descrierea detaliată a invenției:

3 În această invenție este utilizat ca material de acoperire pentru microcapsule
hidrolizatul de colagen obținut din derma de vițel, sub formă de pulbere atomizată, având o
concentrație de 1,5...10,0% (w/v). Cenușa și grăsimea trebuie să fie nedetectabile la analiza
5 calitativă și cantitativă, iar pH-ul hidrolizatului este acid, 2...5.

7 Uleiurile esențiale sunt obținute din *Laurus Nobilis*, *Rosmarinus officinalis*, *Myrtus communis*
și *Origanum syriacum* prin hidrodistilare în apă.

Alcoolul etilic trebuie să fie de concentrație 70%.

9 Agentul de reticulare este glutaraldehidă care trebuie să fie 0,1...1,0% (v/v) sau acidul
tanic care trebuie să fie 0,1...5% (w/v) în soluția de microcapsule.

11 Invenția este explicată în detaliu prin următoarele exemple:

Exemplul 1

13 În această invenție a fost utilizat un hidrolizat de colagen atomizat cu o concentrație
de 5,7%, 99,01 substanța proteică, fără cenușă sau grăsimi și un pH de 4,15. 1 ml ulei de
15 dafin a fost solubilizat într-o soluție de 70% etanol. O cantitate de 20% (v/v) din amestecul
de ulei/etanol a fost adăugată peste hidrolizatul de colagen și omogenizată cu un agitator
17 mecanic (2000 rot/min) timp de 1 h la temperatura de 60°C. A fost adăugată apoi apa până
la 99,8%.

19 O soluție de 0,2% acid tanic (w/v) în apă distilată a fost adăugată ca agent de
reticulare.

21 Soluția astfel obținută a fost uscată prin atomizare cu o temperatură de intrare de
230°C și temperatura de ieșire de 110°C. S-a obținut o pulbere alb-crem de microcapsule
23 sferice din colagen și ulei de dafin, cu dimensiuni de 2...20 μm.

Exemplul 2

25 Hidrolizatul de colagen și uleiul esențial au fost cele descrise în exemplul 1,
exceptând agentul de reticulare care a fost glutaraldehidă, 1% (v/v) și apa a fost adăugată
27 până la 99,0%.

29 Procesul de atomizare a fost similar cu cel descris în exemplul 1. Pulberile de
microcapsule sferice obținute au culoarea cafeniu închis și dimensiuni de 2...20 μm.

Exemplul 3

31 Hidrolizatul de colagen a fost cel descris în exemplul 1, iar uleiul esențial a fost
1% (v/v) ulei de rozmarin. Procedul de obținere a fost cel descris în exemplul 2, utilizând
33 1% glutaraldehidă (v/v) și până la 99% apă. Procedul de uscare a microcapsulelor a fost
cel de liofilizare cu o temperatură de congelare/condensare -35...-90°C, timp de 48 h și
35 temperatura de uscare 35...37°C. S-au obținut microcapsule în formă de granule sub formă
poroasă de culoare gălbui.

Exemplul 4

37 Hidrolizatul de colagen, agentul de reticulare, procedul de obținere a micro-
39 capsulelor au fost cele descrise în exemplul 3, exceptând uleiul esențial, care a fost ulei de
oregano. S-au obținut microcapsule în formă de granule sub formă poroasă de culoare
41 galben-verzui.

Exemplul 5

43 Hidrolizatul de colagen, agentul de reticulare, procedul de obținere a micro-
capsulelor au fost cele descrise în exemplul 3, exceptând uleiul esențial, care a fost ulei de
45 mirt. S-au obținut microcapsule în formă de granule sub formă poroasă de culoare cafenie.

47 Microcapsulele obținute în această invenție sunt sisteme naturale din hidrolizat de
colagen și ulei esențial, sferice, de dimensiuni micrometrice, antimicrobiene, și pot fi utilizate
49 în funcționalizarea unor structuri textile, pentru realizarea ciorapilor anticelulitici și ciorapilor
pentru piciorul diabetic cu scopul de tratament/prevenție.

RO 130962 B1

Revendicări

1. Procedeu de obținere a microcapsulelor din hidrolizat de colagen și uleiuri esențiale, **caracterizat prin aceea că** acest colagen hidrolizat, obținut din derma pielii de vițel cu un conținut de 1,5...10% colagen substanță uscată, peste care se adaugă 0,1...2,0% ulei esențial în 10...20% etanol, se amestecă cu hidrolizatul de colagen și cu 0,1...5% agent de reticulare, acid tanic/glutaraldehidă și apă distilată până la 100%, iar soluția de microcapsule astfel obținută este uscată fie prin atomizare la temperatura de intrare de 210...230°C și temperatura de ieșire de 90...110°C, fie prin liofilizare la o temperatură de congelare/condensare de -35...-95°C, timp de 48 h, și temperatura de uscare de 35...37°C, obținându-se pulberi de culoare albă până la maron deschis, cu formă sferică cu diametrul de 2...30 μm. 1
2. Procedeu de obținere a microcapsulelor din hidrolizat de colagen și uleiuri esențiale conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** uleiurile esențiale pot fi alese dintre ulei de dafin, mirt, oregano, rozmarin, cimbru, mentă, cuișoare și fenicul. 3
3. Microcapsule din hidrolizat de colagen și uleiuri esențiale obținute prin procedeul definit în revendicarea 1. 13
- 15
- 17



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 338/2019