



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2015 00469**

(22) Data de depozit: **03/07/2015**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/03/2020** BOPI nr. **3/2020**

(41) Data publicării cererii:
30/01/2017 BOPI nr. **1/2017**

(73) Titular:
• **NUTRACEUTICAL S.R.L.**,
STR. GEORGE MOROIANU NR. 176,
SĂCELE, BV, RO

(72) Inventatori:
• **LAZURCA DUMITRU**,
BD. GEORGE MOROIANU NR.176,
SĂCELE, BV, RO;

• **LAZURCA MĂDĂLINA**,
STR. GEORGE MOROIANU NR. 176,
SĂCELE, BV, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
EP 0616821 (B1); CN 102311880 (A);
CN 101812370 (A)

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNOR METABOLIȚI
SECUNDARI DIN PLANTE AROMATICE, MEDICINALE
ȘI FRUCTE DE PĂDURE**



RO 131622 B1

1 Inventția de față se referă la un procedeu de obținere a unor metaboliți secundari din
2 plante aromatice, medicinale și fructe de pădure, ce conțin atât componente volatile și
3 lipoide, cât și componente hidrofile, importante din punct de vedere fitoterapeutic.

4 Până în prezent, în literatura de specialitate nu s-a semnalat folosirea
5 1,1,1,2-tetrafluoroetan, la sterilizarea și extragerea componentelor volatile și lipoid ceroase
6 ce pot da un "aftertaste" nedorit produsului finit din materiile prime vegetale uscate provenite
7 de la plantele aromatice, de pădure, ce conțin atât componente volatile și lipoide, cât și com-
8 ponente hidrofile, importante din punct de vedere fitoterapeutic și care urmează a fi folosite
9 la fabricarea unor suplimente alimentare de tipul infuziilor, decocturilor sau extractelor
hidrolitice, hidroetanolice, hidroglicolice etc.

11 Brevetul European **EP 061616821 B1** protejează un procedeu de extragere a compo-
12 nentelor parfumate, aromatizante sau farmacologic active din materii vegetale, utilizând
13 solvenți ne-clorurați de hidrocarburi. Procedeu revindică utilizarea 1,1,1,2-tetrafluoroetanului
14 ca solvent de extracție a componentelor menționate mai sus, dar nu face referire la faptul că
15 în reziduu rămas după extracție rămân componentele active hidrosolubile care nu sunt valo-
16 rificate (dacă o materie vegetală conține vitamina E și vitamina C, prin utilizarea 1,1,1,2-tetra-
17 fluoroetanului ca solvent se extrage doar vitamina E).

18 Cererea de brevet **CN 102311880 A** descrie o metodă de extracție a uleiurilor volatile
19 din plante pornind de la flori uscate și mărunțite, utilizând ca solvent tetrafluoroetanul în
20 amestec 3:1 cu etanolul, reacția având loc la temperatură cuprinsă în intervalul 35...40°C și
21 la presiunea de 1...1,5 MPa. Extractul se supune vaporizării tetrafluoroetanului la temperatură
de 40...50°C și o presiune de 1...1,2 MPa, ulterior având loc vaporizarea etanolului.

22 Cererea de brevet **101812370 A** prezintă o metodă de extracție a uleiurilor din
23 semințele de bujor sub influența tetrafluoroetanului, la o presiune de 1...1,2 MPa și o tempe-
24 ratură de 40...50°C timp de 30...45 min.

25 Brevetul **CN 103450139 B** protejează o metodă de extractive de înaltă puritate a pro-
26 cianidinelor din *Aronia melanocarpa*. Metoda precizează ca primă etapă congelarea
27 materialului vegetal cu obținerea unei pudre uscate înghețate, urmată de extracția cu CO₂
28 supercritic și, în final, purificarea pe rășini adsorbante macroporoase. Avantajele metodei
29 constau în creșterea eficienței de extractive, păstrarea activității biologice a proantocianidi-
30 nelor și creșterea procentului purității acestora la 98,6%.

31 Cererea de brevet **WO2014097319 A1** descrie o metodă de extracție a steviozidelor
32 din pudra frunzelor uscate de ștevie fără a rezolva diminuarea gustului residual neplăcut al
33 extractului.

34 Problema tehnică pe care își propune să o rezolve prezenta invenție o constituie
35 extracția componentelor hidrosolubile din material vegetal reprezentat de plante aromatice,
36 medicinale și fructe de pădure ce conțin atât componente volatile și lipoide, cât și compo-
37 nente hidrofile, rămase neexploatate după o primă extracție cu solvenți neclorurați de hidro-
38 carburi.

39 Procedeu conform invenției este caracterizat prin aceea că biomasa uscată din
40 plante cum ar fi: aronia, cătina, ștevia dulce, levănțica etc. este mărunțită printr-o moară cu
41 ciocănele cu sită de 4 mm, apoi se trece printr-o ploaie de 1,1,1,2-tetrafluoroetan într-un vas
42 de extracție, sub agitare intermitentă de 2 min agitare și 2 min pauză, la temperatura de
43 5...10°C, se evaporă solventul prin încălzire la 30...35°C, cu obținerea extractului E1 repre-
44 zentat de componentele volatile și lipoid ceroase, și a biomasei sterilizate M1 ce poate fi cali-
45 brată și folosită ca atare la fabricarea unor suplimente alimentare de tipul infuziilor și decoc-
46 turilor sau poate fi folosită la extracția rapidă, în câmp ultrasonic sau sub presiune, a compo-
47 nentelor hidrosolubile în solvenți lichizi, în raportul 1:2...1:10, formați din apă sau soluții

RO 131622 B1

apoase cu etanol, glicol, propilenglicol în diferite concentrații, cu formarea unui extract E2 ce conține substanțe bioactive hidrosolubile, și un material M2, steril și umed utilizabil la fabricarea compostului sau a substraturilor pentru cultivarea ciupercilor. 1
3

Avantajele procedurii la care face referire prezenta invenție sunt reprezentate de utilizarea în primă fază a unui solvent la presiune subcritică, neinflamabil, neexploziv, netoxic, prietenos mediului, acceptat ca solvent pentru extracția aromelor de uz alimentar de către FDA și Comitetul Științific pentru Alimentație al Comisiei Europene, capabil să extragă atât componentele foarte ușor volatile care se pierd la extragerea uzuală cu abur, cât și unele componente lipoide ceroase care pot da uneori un gust nedorit, iar în faza a doua a solventului reprezentat de apă sau de soluții apoase cu etanol, glicol, propilenglicol în diferite concentrații, în câmp ultrasonic sau sub presiune, la temperatura camerei sau la temperatură controlată. 5
7
9
11

Procedul conform invenției permite, în primă fază, realizarea unui extract E1 reprezentat de componentele volatile și lipoid ceroase utilizabil în industria farmaceutică, cosmetică și alimentară sau la separarea și encapsularea componentelor bioactive utilizabile în aceleași industrii și a unui material M1 sterilizat, care în faza a doua este calibrat și utilizat ca atare la fabricarea unor suplimente alimentare de tipul infuziilor și decocturilor sau poate fi folosit la extracția rapidă, în câmp ultrasonic sau sub presiune, a componentelor hidrosolubile în solvenți lichizi, cu formarea unui extract E2 ce conține substanțe bioactive hidrosolubile, și un material M2, steril și umed, utilizabil la fabricarea compostului sau a substraturilor pentru cultivarea ciupercilor, permițând astfel o utilizare mai completă a materiilor prime vegetale uscate provenite de la plantele aromatice, medicinale și fructele de pădure care au în compoziția lor atât componente volatile și lipoid ceroase, cât și componente hidrosolubile. 13
15
17
19
21
23

Exemplul 1

Fructele de aronia (*Aroniae melanocarpae*) uscate cu un conținut de substanță uscată de 90%, mărunțite prin moara cu ciocănele cu sită de 4 mm, cu un conținut ridicat de polifenoli, flavonoizi, antocianine și alte componente fitochimice cu mecanism potențial de reducere a tensiunii arteriale, a colesterolului din sânge, a bolilor cardiovasculare, a cancerului colorectal etc., au fost trecute printr-o ploaie de 1,1,1,2-tetrafluoroetan într-un vas de extracție, sub agitare intermitentă (2 min agitare, 2 min pauză) la o temperatură de 5...10°C, după care solventul, împreună cu extractul, a fost trecut într-o cameră de recuperare extract, unde, prin încălzire la 30...35°C, solventul se evaporă și se recuperează prin filtrare, răcire și pompare în vasul de stocare, iar în camera de recuperare extract rămâne extractul E1 ce se recuperează cu ajutorul unor pipete cu pară de cauciuc. În cilindrul vasului de extracție rămâne, la umiditatea inițială, materialul sterilizat M1, format din fructele de aronia mărunțite care sunt supuse calibrării și utilizate fie la realizarea unor formule de ceaiuri bogate în antioxidanți, polifenoli, flavonoizi, antociani și alte componente fitochimice cu mecanism potențial de reducere a tensiunii arteriale, a colesterolului din sânge, a bolilor cardiovasculare, a cancerului colorectal, fie la extracția rapidă, în câmp ultrasonic sau sub presiune, a componentelor hidrosolubile în solvenți lichizi, cu formarea unui extract E2 ce conține substanțe bioactive hidrosolubile cu proprietăți asemănătoare celor menționate, și un material M2 ce se folosește ca atare la realizarea unor composturi sau se usucă și se introduce în rețete furajere. 25
27
29
31
33
35
37
39
41
43

Exemplul 2

Fructele de cătină (*Hippophae rhamnoides*) uscate cu un conținut de substanță uscată de 90%, mărunțite prin moara cu ciocănele cu sită de 4 mm, cu un conținut ridicat de acid ascorbic, acid linoleic, acid malic, acid oleic, acid palmitic, acid stearic, acid succinic, fibre, pectină, quercetină, sucroză, tanin și alte componente fitochimice cu proprietăți 45
47

RO 131622 B1

1 antioxidantă, anticarcinogenă, antiaging, antiinflamatoare etc., au fost trecute printr-o ploaie
2 de 1,1,1,2-tetrafluoroetan într-un vas de extracție, sub agitare intermitentă (2 min agitare,
3 2 min pauză) la o temperatură de 5...10°C după care solventul împreună cu extractul a fost
4 trecut într-o cameră de recuperare extract, unde prin încălzire la 30...35°C solventul se eva-
5 poră și se recuperează prin filtrare, răcire și pompare în vasul de stocare iar în camera de
6 recuperare extract rămâne extractul E1, de culoare portocaliu închis, ce se recuperează cu
7 ajutorul unor pipete cu pară de cauciuc. În cilindrul vasului de extracție rămâne, la umiditatea
8 inițială, materialul sterilizat M1 format din fructele de cătină mărunțite care sunt supuse
9 calibrării și utilizate fie la realizarea unor formule de ceaiuri bogate în antioxidanți, acid
10 ascorbic, pectine, tanin și alte componente fitochimice cu proprietăți antioxidante, anticar-
11 cinogene, antiaging, antiinflamatoare, fie la extracția rapidă, în câmp ultrasonic sau sub
12 presiune, a componentelor hidrosolubile în solvenți lichizi, cu formarea unui extract E2 ce
13 conține substanțe bioactive hidrosolubile cu proprietăți asemănătoare celor menționate, și
14 un material M2 ce se folosește ca atare la realizarea unor composturi sau se usucă și se
15 introduce în rețete furajere.

Exemplul 3

17 Frunzele de ștevie dulce (*Stevia rebaudiana*) uscate cu un conținut de substanță
18 uscată de 87%, mărunțite prin moara cu ciocanele cu sită de 4 mm, cu un conținut ridicat de
19 steviol glicozide (în principal steviozide și glicozide) și cu o putere de îndulcire de 10...15 ori
20 mai mare ca a zahărului dar fără aport caloric, fibre, bor, calciu, fosfor, magneziu, seleniu,
21 ulei esențial și alte componente fitochimice, au fost trecute printr-o ploaie de 1,1,1,2-tetra-
22 fluoroetan într-un vas de extracție, sub agitare intermitentă (2 min agitare, 1 min pauză) la
23 o temperatură de 5...10°C după care solventul împreună cu extractul a fost trecut într-o
24 cameră de recuperare extract, unde prin încălzire la 30...35°C solventul se evaporă și se
25 recuperează prin filtrare, răcire și pompare în vasul de stocare solvent iar extractul verde
26 închis, foarte amar și vâscos la temperatura camerei se recuperează cu ajutorul unor pipete
27 cu pară de cauciuc. În cilindrul vasului de extracție rămâne, la umiditatea inițială, materialul
28 sterilizat M1 format din frunzele de stevie dulce mărunțite care sunt supuse calibrării și
29 utilizate fie la realizarea unor formule de ceaiuri pentru diabetici, supraponderali sau per-
30 sonae ce folosesc diete hipocalorice, acestea prezentând avantajul că nu au un gust amar
31 pronunțat (aftertaste), nedorit de consumatori, fie la extracția rapidă, în câmp ultrasonic sau
32 sub presiune, a componentelor hidrosolubile în solvenți lichizi, cu formarea unui extract E2
33 ce conține steviol glicozide fără gustul amarului residual pronunțat caracteristic (aftertaste)
34 extractelor realizate prin alte metode și substanțe bioactive hidrosolubile și un material M2
35 ce se folosește ca atare la realizarea unor composturi sau se usucă și se introduce în rețete
36 furajere. Extractul E2 este supus floculării, filtrării, concentrării și, fie se amestecă în proporție
37 de 10...60% cu glycol obținându-se un îndulcitor natural lichid, hipocaloric, fără gust residual
38 specific amarului pronunțat, fie se usucă și se obține un îndulcitor natural tara calorii, fără gust
39 residual specific amarului pronunțat sub formă de pulbere cu putere de îndulcire de peste 100
40 de ori mai mare ca a zahărului.

Exemplul 4

41 Inflorescențele de levănțică (*Lavandula angustifolia*) uscate cu un conținut de
42 substanță uscată de 87%, mărunțite prin moara cu ciocanele cu sită de 4mm, cu un conținut
43 ridicat de ulei esențial, 1,8-cineol, camfor, cariofilenă, citronelol, geraniol, limonen și alte
44 componente fitochimice, au fost trecute printr-o ploaie de 1,1,1,2-tetrafluoroetan într-un vas
45 de extracție, sub agitare intermitentă (2 min agitare, 1 min pauză) la o temperatură de
46 5...10°C după care solventul împreună cu extractul a fost trecut într-o cameră de recuperare
47 extract, unde prin încălzire la 30...35°C solventul se evaporă și se recuperează prin filtrare,

RO 131622 B1

răcire și pompare în vasul de stocare solvent iar extractul verzui deschis, uleios cu miros caracteristic se recuperează cu ajutorul unor pipete cu pară de cauciuc. În cilindrul vasului de extracție rămâne, la umiditatea inițială, materialul sterilizat M1 format din inflorescențele de levănțică mărunțite care sunt supuse calibrării și utilizate fie la realizarea unor formule de ceaiuri fie la extracția rapidă, în câmp ultrasonic sau sub presiune, a componentelor hidrosolubile în solvenți lichizi, cu formarea unui extract E2 ce conține substanțe bioactive hidrosolubile și un material M2 ce se folosește ca atare la realizarea unor composturi sau se usucă și se introduce în rețete furajere. Extractul uleios E1 obținut prin această metodă are culoare verzui deschis și este mai vâscos decât uleiul incolor obținut prin antrenare cu vapori de apă.

Revendicări

1

3

1. Procedeu de obținere a unor metaboliți secundari din plante aromatice, medicinale și fructe de pădure, **caracterizat prin aceea că**, biomasă uscată din plante cum ar fi aronia, cătina, ștevia și levănțica este mărunțită printr-o moară cu ciocănele cu sită de 4mm, se trece printr-o ploaie de 1,1,1,2-tetrafluoroetan într-un vas de extracție, sub agitare intermitentă de 2 min agitare și 2 min pauză, la temperatura de 5...10°C, se evaporă solventul prin încălzire la 30...35°C, cu obținerea unui extract E1 reprezentat de componentele volatile și lipoid ceroase, și a unei biomase sterilizată M1, care ulterior este supusă unei extracții rapide în câmp ultrasonic sau sub presiune cu solvenți lichizi cum sunt apa sau soluțiile apoase de etanol, glicol, propilenglicol, în raport de 1:2...1:10, cu formarea unui extract de substanțe bioactive hidrosolubile E2 și a unui material M2 utilizat la realizarea unor composturi sau a unor rețete furajere.

5

7

9

11

13

15

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, biomasa uscată este reprezentată de fructe de aronia (*Aronia melanocarpa*).

17

3. Extract uleios de aronia obținut prin procedeul conform revendicărilor 1 și 2.

19

4. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, biomasa uscată este reprezentată fructele de cătină (*Hippophae rhamnoides*).

21

5. Extract uleios de cătină obținut prin procedeul conform revendicărilor 1 și 4.

23

6. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, biomasa uscată este reprezentată de inflorescențe de levănțică (*Lavandula angustifolia*).

25

7. Extract uleios de levănțică obținut prin procedeul conform revendicărilor 1 și 6.

27

8. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, biomasa uscată este reprezentată de frunze de ștevie dulce (*Stevia rebaudiana*).

29

9. Procedeu de obținere a unui îndulcitor hipocaloric din ștevie, **caracterizat prin aceea că**, extractul de substanțe bioactive hidrosolubile E2 obținut prin procedeul definit în revendicarea 1 se floculează, se filtrează, se concentrază și se amestecă în proporție de 10...60% cu glicol.

10. Îndulcitor hipocaloric de ștevie obținut prin procedeul conform revendicării 9.

