



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 01008**

(22) Data de depozit: **29/11/2018**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **29/11/2022** BOPI nr. **11/2022**

(41) Data publicării cererii:
30/01/2020 BOPI nr. **1/2020**

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA "LUCIAN BLAGA" DIN SIBIU, BD.VICTORIEI NR.10, SIBIU, SB, RO**

(72) Inventatori:
• **OANCEA RODICA SIMONA, STR.MIHAIL KOGĂLNICEANU, NR.19, ȘELIMBĂR, SB, RO;**
• **DRĂGHICI OLGA, STR. CENTUMVIRILOR NR. 8, SIBIU, SB, RO;**
• **PERJU MIRABELA, STR.NICOLAE BĂLCESCU, NR.43, AP.4, SIBIU, SB, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
WO 9211768 (A1); R. MOHAMED, J. FERNANDEZ, M. PINEDA, M. AGUILAR, "ROSELLE (HIBISCUS SABDARIFFA) SEED OIL IS A RICH SOURCE OF GAMMA-TOCOPHEROL", <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.01750-3841>, 2007; ZOHREH MOKHTARI NASRABADI, SOHEILA ZARRINGHALAMI, ALI GANJLOO, "EVALUATION OF CHEMICAL, NUTRITIONAL AND ANTIOXIDANT CHARACTERISTICS OF ROSELLE (HIBISCUS SABDARIFFA L.) SEED", NUTRITION AND FOOD SCIENCES RESEARCH, No. 1, VOL. 5, PP. 41-46, 2018

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A ULEIULUI DE CÂNEPĂ, REZISTENT LA DEGRADAREA TERMO-OXIDATIVĂ**



RO 133811 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de îmbunătățire a stabilității termo-oxidative a uleiului de cânepă presat la rece, destinat uzului alimentar ca sursă bogată în acizi grași polinesaturați benefici sănătății umane, având aplicații atât în industria alimentară cât și în cea farmaceutică.

5 Invenția se află la intersecția dintre știința alimentelor și sănătate, asigurând o alternativă netoxică pentru organismul uman privind îmbunătățirea uleiurilor bogate în acizi grași polinesaturați, prin comparație cu aditivii sintetici antioxidanți care se încorporează în prezent în astfel de produse.

9 Studiile de specialitate au evidențiat rolul benefic al acizilor grași polinesaturați, în special acizii omega 3, pentru sănătatea umană, contribuind în principal la reducerea riscului bolilor cardiovasculare [1]. Surse bogate de acizi grași polinesaturați sunt reprezentate de uleiul de pește, dar și de anumite uleiuri vegetale, precum uleiul de in sau de cânepă [2].

13 În forma lor naturală, uleiurile bogate în acizi grași polinesaturați sunt degradate cu ușurință sub acțiunea unor factori externi (temperatură, lumină, catalizatori, enzime), fapt care duce atât la pierderea calității lor nutriționale, dar și la formarea unor produși secundari cu efecte adverse asupra sănătății umane [3]. Procesele degradative din uleiurile alimentare și cele utilizate în scop de suplimente alimentare pot fi prevenite prin adaosul unor compuși cu rol antioxidant. În principal, sunt utilizați aditivii sintetici precum butilhidroxianisolul (BHA), butilhidroxitoluenul (BHT), propil galatul (PG) sau terț-butil hidrochinona (TBHQ).

19 Datorită unor potențiale efecte negative asupra sănătății umane a acestor aditivi sintetici [4], atenția cercetătorilor și procesatorilor din industria alimentară s-a îndreptat spre substituirea lor cu alternative mai sigure - antioxidanți obținuți din diferite surse naturale. Astfel, pentru stabilizarea uleiului de cânepă (*Cannabis sativa*), bogat în acizi grași polinesaturați, în principal acidul linoleic, s-au utilizat antioxidanți precum tocoferoli sau extracte naturale de frunze de măslin, rodie, ceai verde sau uleiuri esențiale [5].

25 **WO 9211768 A1** dezvăluie o compoziție de antioxidanți naturali pentru uleiuri bogate în tocofenoli.

29 “*Roselle (Hibiscus sabdariffa) Seed Oil Is a Rich Source of γ -Tocopherol*” - R. Mohamed, J. Fernández, M. Pineda, M. Aguilar (02 March 2007 - <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2007.00285.x>) reprezintă un studiu asupra proprietăților antioxidante ale uleiului din semințe de *Hibiscus sabdariffa* L..

31 “Evaluation of Chemical, Nutritional and Antioxidant Characteristics of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) Seed” - Zohreh Mokhtari Nasrabadi, Soheila Zarringhalami, Ali Ganjloo - Nutrition and Food Sciences Research Vol 5, No 1, Jan–Mar 2018, pages: 41–46. În această lucrare bazată pe studii este demonstrată activitatea antioxidantă a extractelor de *Hibiscus sabdariffa* L.

37 Invenția de față descrie stabilizarea oxidativă a uleiului de cânepă presat la rece prin valorificarea extractului de *Hibiscus* bogat în compuși cu rol antioxidant, în principal cu structură polifenolică, cunoscut fiind aplicațiile diferitelor compoziții antioxidante pe bază de *Hibiscus* pentru stabilizarea anumitor categorii de alimente [6].

41 Procedeu de obținere a unei compoziții de ulei de cânepă, rezistent la degradarea termo-oxidativă, conform invenției, constă în aceea că: se adaugă 0,5% (m/m) lecitină de soia și 0,5% (m/m) extract natural hidroetanolic de *Hibiscus sabdariffa* L., raportate la cantitatea de ulei de cânepă.

45 Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

47 - obținerea unei compoziții lipidice prin adaosul unui extract natural vegetal cu efecte benefice asupra sănătății umane;

RO 133811 B1

- obținerea unui produs care poate fi avantajos din punct de vedere al costurilor, deoarece s-ar reduce cheltuielile cu importul produselor cu proprietăți similare dar, mai ales, s-ar reduce considerabil perioada de depozitare în timpul transportului pe distanțe mari (crește termenul de valabilitate al produsului);

- permite crearea unui produs de marcă înregistrată românească, valorificând cercetările în domeniu.

Acest procedeu de îmbogățire a uleiului de cânepă cu un extract natural obținut din florile de *Hibiscus sabdariffa* având proprietăți antioxidante, prezintă avantajul de a proteja produsul lipidic, de oxidare, totodată măbind termenul său de conservabilitate, și permite biodisponibilitatea acizilor grași polinesaturați prezenți în ulei.

Un alt avantaj al prezentei invenției constă în valorificarea unor plante bogate în compuși polifenolici (antociani) - *Hibiscus sabdariffa* L.; pentru obținerea de extracte hidrosolubile cu proprietăți biologice deosebite, cât și în aplicarea unor tehnologii sustenabile privind reducerea utilizării substanțelor cu efecte secundare nedorite pentru producerea de compuși cu rol antioxidant destinați produselor alimentare sau medicamentelor. Compoziția antioxidantă astfel obținută nu creează probleme pentru sănătatea umană sau mediu.

Procedeul de obținere a unei compoziții formate din uleiul de cânepă și extractul antocianic de *Hihiscus*, îmbunătățite sub aspectul stabilității termo-oxidative, conform invenției, înlătură dezavantajele deteriorării produsului lipidic, prin aceea că extractul antocianic obținut din *flori de Hibiscus sabdariffa* L se adaugă în proporție de 0,5% (m/m) raportată la uleiul de cânepă (UA), în asociație cu lecitina din soia, obținându-se îmbunătățirea stabilității oxidative în timp, testată prin evaluarea indicelui de peroxid (Ip) și a analizei calorimetrice DSC (differential scanning calorimetry). S-au utilizat ca probe de comparație, proba martor de ulei de cânepă netratat (U), proba de ulei de cânepă cu lecitină (UL) adăugată în proporție de 0,5% (m/m) raportată la ulei și proba de ulei de cânepă cu α -tocoferol (UT) adăugat în proporție de 0,1% (m/m) raportată la ulei.

Se dau în continuare exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1

Procedeul de obținere a extractului natural din petale uscate de *Hihiscus* constă într-o operație de mărunțire, apoi de extracție printr-o operație de macerare la rece (4°C) cu solvent (etanol 80%) peste noapte, urmată de filtrarea și centrifugarea la temperatura de 4°C, supernatantul obținut reprezentând extractul antocianic crud.

Exemplul 2

Procedeul de obținere a unei forme stabilizate a uleiului de cânepă constă în combinarea uleiului cu lecitina de soia adăugată în proporție de 0,5% (m/m) și extractul antocianic crud de *Hihiscus* (conținând 461 mg/L antociani), adăugat în proporție de 0,5% (m/m) față de ulei.

Procedeul de obținere a extractului de *Hibiscus* și a diferitelor forme de ulei de cânepă se prezintă în schema descrisă în fig 1.

Protejarea cu extractul natural din flori de Hibiscus sabdariffa L a uleiului de cânepă supus oxidării accelerate

Metoda de accelerare a procesului de termo-oxidare a uleiului de cânepă a constat în menținerea probelor la întuneric, la temperatura de 30°C timp de 14 zile. Periodic, s-a monitorizat formarea produșilor primari de oxidare prin determinarea titrimetrică a indicelui de peroxid Ip (meq/kg ulei).

RO 133811 B1

1 Rezultatele obținute privind efectul antioxidant al extractului antocianic crud de
2 *Hihiscus* asupra uleiului de cânepă sunt prezentate în fig 2. În timp, valorile Ip cresc pentru
3 toate probele investigate (U, UA, UT și UL), rămânând în limitele sigure, admise, în intervalul
4 de 14 zile cu excepția probei de referință care conține α -tocoferol cu rol antioxidant.
5 Literatura de specialitate menționează situații similare în care concentrații mari de α -tocoferol
6 determină efecte pro-oxidante în locul celor antioxidante [7]. Efectul protector cel mai bun
7 se obține în cazul uleiului de cânepă îmbogățit cu compușii antioxidanți extrași din *Hihiscus*.

9 *Protejarea cu extractul natural de Hihiscus a uleiului de cânepă depozitat în condiții 10 comerciale timp de 3 luni*

11 Prin acest exemplu se urmărește eficiența extractului antocianic de *Hihiscus* asupra
12 uleiului de cânepă păstrat la întuneric în condiții comerciale (depozite răcoroase, 15-17°C)
13 timp de 3 luni de zile.

14 Rezultatele obținute sunt prezentate în fig 3. După 3 luni de depozitare la întuneric
15 valorile Ip cresc pentru toate probele testate. Cea mai mare creștere a valorii Ip s-a
16 înregistrat la proba UT, cu adaos de α -tocoferol. Adaosul extractului natural de antociani a
17 determinat un efect stabilizator mai bun decât cel al probelor U și UT, dar mai scăzut decât
18 cel al probei UL, probabil datorită degradării unor compuși polifenolici din extract.

21 *Investigarea efectului protector al extractului de Hihiscus asupra uleiului de cânepă prin 22 analiza DSC*

23 Stabilitatea termo-oxidativă a uleiului de cânepă și efectul protectiv al compoziției
24 antioxidante pe bază de antociani extrași din *Hibiscus* a fost evidențiată folosind calorimetria
25 cu scanare diferențială (DSC). Cu cât temperatura la care este inițiat procesul de oxidare
26 este mai mare, cu atât proba de ulei este mai stabilă la termo-oxidare, fiind protejată eficient
27 de către antioxidantul adăugat.

28 Rezultatele analizei DSC prezentate în fig. 4 indică valorile temperaturilor la care
29 începe formarea peroxizilor, ca produși primari de oxidare a lipidelor. În mod similar cu
30 experimentele prezentate anterior, cel mai eficient efect de protecție împotriva termo-oxidării
31 s-a obținut pentru proba UA, efectul protectiv al antocianilor fiind evident mai ales după 14
32 zile. Cel mai slab efect a fost înregistrat la proba UT.

33 Invenția permite dezvoltarea unui produs care poate fi utilizat ca supliment alimentar
34 bogat în acizi grași polinesaturați, în sistem de microproducție, contribuind astfel la
35 dezvoltarea întreprinderilor mici și mijlocii și a întreprinderilor familiale.

37 **Bibliografie**

38 1. D. Mozaffarian, R. Micha, S. Wallace, *Effects on coronary heart disease of*
39 *increasing polyunsaturated fat in place of saturated fat: a systematic review and meta-*
40 *analysis of randomized controlled trials.* PloS Med 7: e1000252, 2010.

41 2. W. E. Connor, *Importance of n-3 fatty acids in health and disease.* Am. J. Clin.
42 Nutr. 71, 171 S-175S, 2000.

43 3. E. N. Frankel, Lipid Oxidation, E. N. FRANKEL, ed., *The Oily Press*, Dundee,
44 Scotland, 1998.

45 4. F. Shahidi, *Bailey's industrial oil and fat products.* New Jersey: John Wiley & Sons;
46 2005.

RO 133811 B1

5. K. Aladić, S. Jokić, T. Moslavac, S. Tomas, S. Vidović, J. Vladić, D. Šubarić, *Cold pressing and supercritical CO₂ extraction of hemp (Cannabis sativa) seed oil*, Chem. Biochem. Eng. Q., 28(4)481-490, 2014. 1
3
6. H. Erfurt, R. Schuld, M. Sturtz, C. Wintermeyer, H.-J. Niemeyer, US Patent 9078872 B2, 2015. 5
7. M. Jerzykiewicz, I. Ćwielag-Piasecka, A. Jezierski, *Pro- and antioxidative effect of-tocopherol on edible oils, triglycerides and fatty Acids*, J. Am. Oil Chem. Soc., 90, 803-811, 2013. 7

RO 133811 B1

1

Revendicare

3

Procedeu de obținere a unei compoziții de ulei de cânepă, rezistent la degradarea termo-oxidativă, **caracterizat prin aceea că**, se adaugă 0,5% (m/m) lecitină de soia și

5

0,5% (m/m) extract natural hidroetanolic de *Hibiscus sabdariffa* L., raportate la cantitatea de ulei de cânepă.

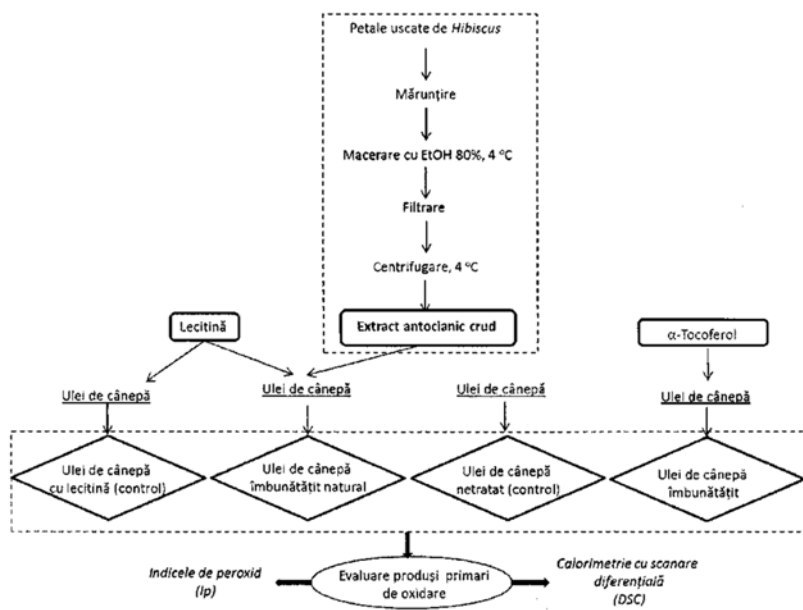


Fig. 1

(51) Int.Cl.

A23L 33/00 (2016.01);

A23L 33/105 (2016.01)

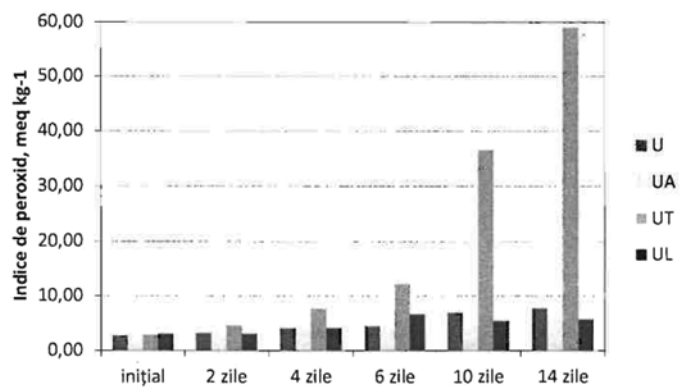


Fig. 2

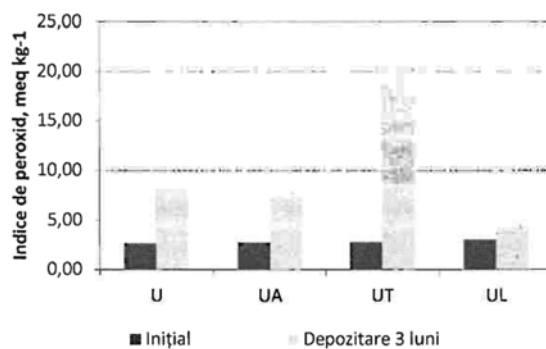


Fig. 3

(51) Int.Cl.

A23L 33/00 (2016.01),

A23L 33/105 (2016.01)

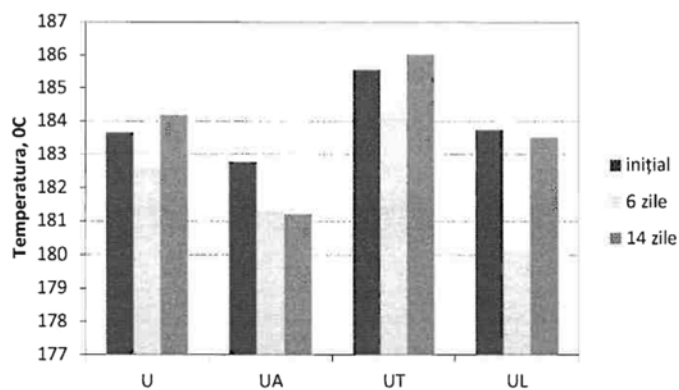


Fig. 4



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 494/2022