



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2018 00841**

(22) Data de depozit: **26/10/2018**

(41) Data publicării cererii:
30/04/2020 BOPI nr. **4/2020**

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

(72) Inventatori:
• **DANIILA ELENA, SAT GHEBOAIA, COMUNA FINTA, DB, RO;**
• **ALBU KAYA MĂDĂLINA GEORGIANA, BDUL. TINERETULUI, NR. 21, BL. Z6, SC. 1, ET. 7, AP. 48, SECTOR 4, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **MARIN ȘTEFANIA, BD. MATEI BASARAB NR. 40, BL. 30, SC. B, AP. 21, ET. 5, SLOBOZIA, IL, RO;**

• **MARIN MARIA MINODORA, SAT PĂUȘEȘTI - OTĂSĂU, COMUNA PĂUȘEȘTI, VL, RO;**
• **BUMBENECI GEORGETA, STR. LT. ILIE CAMPEANU NR. 3, BL. 15A, SC. 2, AP. 16, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ALDEA CORINA, STR. GENERAL ION CULCER, NR. 15, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **GHEORGHE COARA, STR. CAP. PETRE MIȘCĂ, NR. 4, BL. M16, SC. 1, ET. 8, AP. 35, SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;**
• **ALBU LUMINIȚA FLORICA, CALEA FERENTARI NR. 23, BL. 129B, SC. 3, ET. 4, AP. 82, SECTOR 5, O.P. 75, BUCUREȘTI, B, RO**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A HIDROLIZATULUI DE COLAGEN DIN PIELE DE PEȘTE, PENTRU APLICAȚII MEDICALE ȘI COSMETICE**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a hidrolizatului de colagen din piele de pește, pentru aplicații medicale și cosmetice. Procedeu conform invenției constă în tratamentul acid al pielii de pește cu 1...5% un amestec acid de acid lactic și acid citric, urmat de un tratament cu NaOH 0,1...1 M, respectiv, 1...5% apă

oxigenată, raportat la flotă, rezultând hidrolizat de colagen sub formă de pulbere liofilizată având o concentrație de 90...92%.

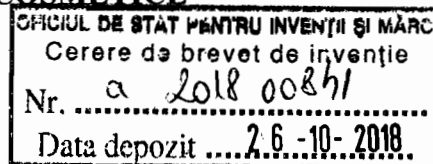
Revendicări: 2

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art. 32 din Legea nr. 64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art. 23 alin. (1) - (3).



21

PROCEDEU DE OBTINERE A HIDROLIZATULUI DE COLAGEN DIN PIELE DE PEȘTE PENTRU APLICAȚII MEDICALE ȘI COSMETICE



Domeniul tehnic în care poate fi folosită invenția:

Invenția se referă la procedeul de obținere a hidrolizatului de colagen de tip I din piele de pește, utilizat în produse cosmetice și medicale.

Descrierea stadiului actual:

Colagenul din pește este considerat cea mai sigură sursă de colagen în prezent, extracția realizându-se din piele, oase, solzi sau aripioare. Un motiv care susține siguranța acestei surse este credința ca „viața” provine din mediul marin. Extracția colagenului marin este însă mai complexă, durează timp îndelungat, randamentul de extracție este unul scăzut și costurile sunt mai ridicate decât în cazul altor surse de extracție a colagenului. Din piele și oase se extrage colagen de tip I, din cartilaj colagen de tip II, iar din bureții de mare se poate extrage colagen de tip IV.

Pe lângă riscul scăzut de alergii, colagenul marin este absorbit de până la 1,5 ori mai eficient de organism față de colagenul animal, ceea ce înseamnă că are o biodisponibilitate superioară. Acest lucru se datorează masei moleculare mai mici a polipeptidelor componente ale acestuia comparativ cu celelalte tipuri de colagen consacrate. Compoziția în aminocizi este diferită, comparativ cu, colagenul animal care are un conținut scăzut de Glicină și Alanină și conținut ridicat de Prolină, cel de origine marină are un conținut ridicat de Glicină și Alanină și conținut scăzut de Prolină.

Colagenul din pește prezintă numeroase aplicații în domeniul medical și cosmetic. Pe lângă produsele anti-îmbătrânire și anti-rid, colagenul marin este utilizat în formulări cosmetice și ca un hidratant și umectant natural, protejând pielea și împotriva radiațiilor UV. Proteinele cu greutate moleculară mai mare, cum este colagenul, nu pot fi absorbite de stratul cornos al pielii, rămânând mai la suprafață și îmbunătățind absorbția de apă prin hidratare, de asemenea protejează împotriva infiltrației microbiene în cazurile de țesut rănit. Astfel, căutarea constantă a unor ingrediente inovatoare, durabile și eficiente pentru a produce noi produse cosmetice, au adus în industria cosmetică colagenul marin ca o componentă nouă, valoroasă și modernă.

În domeniul medical, colagenul marin este folosit pentru vindecarea și regenerare a oaselor, vindecarea ranilor și cicatricilor, reducerea inflamațiilor, creșterea aportului de proteine sau pentru proprietățile antibacteriene.

În prezent, hidrolizatul de colagen se găsește în diferite tipuri de produse:

- suplimente alimentare care conțin fie doar hidrolizat de colagen din pește, de obicei sub formă de pudră sau comprimate (Anthony's Goods –"Hydrolyzed Marine Collagen Peptides", Further Food- "Premium Marine Collagen Peptides", NEOCELL™- "Marine collagen"), fie pe lângă colagen marin mai conțin și alte ingrediente active, de obicei sub forma lichidă (Goson -"Liquid Marine Collagen Drink"cu extract de iasomie, coenzima Q10 și piperină; BEAUTIN™ - „COLLAGEN Advanced” cu Magneziu și acid hialuronic, magneziu, vitaminele A, C, complexul de vitamine B și zinc; Fin “Vi-va HA collagen” cu acid hialuronic și vitamina C).
- produse cosmetice, cum ar fi: creme și seruri (ELEMIS-"Pro-Collagen Marine Cream", Herbagen –"Crema de față cu colagen marin", ELMIPLANT -Multi colagen "Crema anti-rid de zi" și "serum concentrat anti-rid"), fiole (Aslavital -"Fiole cu Colagen", Floritene -"Ser lift fiole cu Colagen"), măști (TONYMOLY -"Masca pentru elasticitate cu colagen", Pilaten -"Masca cu colagen pentru ochi").

Obținerea hidrolizatului de colagen din pește se poate realiza prin diferite metode:

- hidroliză acidă: brevetul CN1749296A descrie obținerea hidrolizatului de colagen din pielea de crap în mai multe etape-procesarea materiei prime (cu NaCl și acetonă), extracția și solubilizarea colagenului (în acid citric și lactic), extragerea sărurilor (cu NaCl), purificare (dizolvare cu acid acetic și dializă) și uscare; invenția CN101628938 se referă la o tehnologie de extracție a colagenului din piele de pește, care cuprinde următoarele etape: curățarea și edulcorarea materiilor prime cu apă limpede, înmuierea materiilor prime curățate într-o soluție de NaOH, adăugarea unei soluții acide la materiile prime pentru tratamentul de umflare, înghețarea materiilor prime, adăugarea soluției de acid, extracția soluției de acid în suspensia de particule, adăugarea de NaCl în soluția de extracție pentru precipitarea sărurilor și în final, congelare și uscare;
- hidroliză enzimatică: brevetul CN101397581 descrie o metodă de extragere a hidrolizatului de colagen din pește care cuprinde mai multe etape: procesare, eliminarea mirosului de pește și dezodorizării (cu n-hexan), scindarea cu enzime (amestec de enzime), decolorarea, desalinizarea și uscarea prin pulverizare; CN102703555A se referă la obținerea hidrolizatului

din pește de apă dulce, etapele procesului include: îndepărtarea proteinei non-colagenate, degresarea, dezodorizarea și măcinarea, în condiții acide, hidroliză enzimatică (cu proteaza), urmată de desalinizarea prin nanofiltrare, decolorare și desorbție cu cărbune activ combinat cu rășină, obținând în final prin uscare și pulverizare, o pulbere de colagen din piele de pește, incoloră și inodoră.

Brevetele descrise mai sus prezintă metode de extracție a hidrolizatului de colagen din piele de pește prin hidroliza enzimatică sau acidă prin mai multe etape, dar au dezavantajul că în etapa de procesare a pielii, rezuurile precum solzi, oase, carne sau grăsime, sunt îndepărtate manual, proces ce poate dura timp și poate fi ineficient în îndepărtarea totală a acestor reziduuri. Un alt dezavantaj al brevetelor descrise constă în faptul că de multe ori agenții de hidroliză folosiți (acizi sau enzime) pot fi destul de greu de eliminați total la finalul procesului de hidroliză, cantitatea care nu este neutralizată putând afecta proprietățile produsului final. În cazul hidrolizei enzimatice, costul enzimelor și timpul îndelungat de hidroliză reprezintă de asemenea dezavantaje.

Invenția propusă înlătură dezavantajele enunțate anterior prin aceea că se utilizează hidroliza neutră, iar îndepărtarea reziduurilor (solzi, oase, carne sau grăsime) se realizează folosind acizi de tip alfa-hidroxi (acid lactic și citric).

Problema tehnică

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în procedeu de obținere a hidrolizatului de colagen din piele de pește cu grad ridicat de puritate, prin hidroliză neutră și utilizând la procesarea materiei prime acizi de tip alfa-hidroxi, hidrolizatului obținut putând fi folosit în siguranță ca ingredient în produsele cosmetice sau suplimente alimentare.

Soluția tehnică

Procedeul de obținere a hidrolizatului de colagen din piele de pește conform invenției, constă în aceea că, materia primă, a fost dezghețată și spălată timp de 2-3 ore. Pielea a fost supusă tratamentului acid cu un amestec de acid lactic și acid citric 1 - 5% , raportat la flotă. Pielea tratată a fost supusă unui tratament alcalin cu NaOH 0.1...1 M, raportat la flotă, timp de 18...24 ore. În continuare pielea tratată cu etanol, raport 1:10 (v:v). După fiecare tratament pielea a fost spălată cu apă, timp de 4 ore. Apoi a fost supusă unui tratament cu apă oxigenată 1...5%, timp de 24 ore, urmând un proces de hidroliză neutră la o temperatură de 120...135°C, obținându-se

hidrolizatul de colagen lichid din piele de pește. În final, hidrolizatul de colagen lichid a fost liofilizat, obținându-se o pulbere de hidrolizat de pește de culoare alb galbui, ușor sidefată.

Avantajele invenției în raport cu stadiul tehnicii

Aplicarea invenției conduce la următoarele avantaje:

- procesarea materiei prime în vederea obținerii unui hidrolizat de colagen din piele de pește, folosind acizi de tip alfa-hidroxi (acid lactic și citric);
- obținerea unui hidrolizat de colagen din piele de pește prin hidroliză neutră, care nu necesită îndepărtarea agenților de hidroliza.

Descrierea detaliată a invenției:

Procedeul conform invenției permite obținerea hidrolizatului de colagen din piele de pește (crap), sub forma de pulbere liofilizată, având o concentrație de 90 ...92% (w/w); cenușă și grasime nedetectabile la analiza calitativă și cantitativă și pH neutru (6.8-7.5).

Invenția este explicată în detaliu prin următoarele exemple:

Exemplul 1

Materia primă, pielea de pește (crap), a fost dezghețată și spălată cu o soluție de detergent bio 1...2 %, timp de 2-3 ore. Pielea a fost supusă tratamentului acid cu un amestec de acid lactic și acid citric 2% , raportat la flotă. În urma tratamentului acid s-au putut îndepărta cu ușurință carnea, solzii și o parte din grăsimea din pielea de pește. Tratamentul acid s-a realizat timp de 18...24 ore, iar probele au fost depozitate la frigider la 4°C pe tot parcursul tratamentului.

Pielea a fost supusă unui tratament alcalin cu NaOH 0.5 M pentru îndepărtarea proteinelor necolagenice, timp de 18...24 ore. În continuare, pielea tratată se supune unui tratament cu etanol, raport 1:10 (v:v), pentru îndepărtarea grăsimilor. După fiecare tratament pielea a fost spălată cu apă, timp de 4 ore. Pentru îndepărtarea pigmentilor, pielea a fost supusă unui tratament cu apă oxigenată 1%, timp de 18...24 ore, urmând un proces de hidroliză neutră la o temperatură de 120...135°C, obținându-se un hidrolizat de colagen lichid. În final, hidrolizatul de colagen lichid a fost liofilizat, obținându-se o pulbere de hidrolizat din piele de pește de culoare alb galbui, ușor sidefată.

Exemplul 2

Procedeul de obținere a fost similar cu cel descris în Exemplul 1, exceptând procentul de amestec de acid lactic și acid citric, care a fost 3% (w/w).

Exemplul 3

Procedeul de obținere a fost similar cu cel descris în Exemplul 1, exceptând concentrația de NaOH, care a fost 1M.

Exemplul 4

Procedeul de obținere a fost similar cu cel descris în Exemplul 1, exceptând procentul de apă oxigenată, care a fost 5% (w/w).

REVEDICARI

1. Procedeu de obținere a hidrolizatului de colagen de tip I din piele de pește, **caracterizat prin aceea că**, utilizează piele de pește, un tratament acid cu un amestec de acid lactic și acid citric 1 - 5% pentru îndepărtarea reziduurilor (solzi, oase, carne sau grăsimi), urmat de un tratament cu NaOH 0.1...1 M, raportat la flotă, pentru îndepărtarea proteinelor necolagenice, iar pentru îndepărtarea pigmentilor folosește un tratament cu apă oxigenată 1...5%.
2. Procedeu de obținere a hidrolizatului de colagen din piele de pește conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că**, utilizează hidroliza neutră, fără adăugarea de acizi sau enzime, care necesită neutralizare la finalul procesului, hidrolizatul obținut putând fi folosit în siguranță ca ingredient în produsele cosmetice sau suplimente alimentare.