



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00096**

(22) Data de depozit: **08/03/2021**

(41) Data publicării cererii:
30/09/2022 BOPI nr. **9/2022**

(71) Solicitant:

• UNIVERSITATEA DIN PITEȘTI,
STR.TÂRGUL DIN VALE NR.1, PITEȘTI,
AG, RO

(72) Inventatori:

• ȘUȚAN NICOLETA ANCA,
STR.BRADULUI NR.9, BL.40, SC.E, AP.5,
PITEȘTI, AG, RO;
• NEGREA AURELIAN DENIS,
STR.BOBOCILOR, NR.61, SAT BĂRĂŞTII
DE CEPTURI, COMUNA BĂRĂŞTI, OT, RO;

• ȘUȚAN CLAUDIU, STR.BRADULUI NR.9,
BL.40, SC.E, AP.5, PITEȘTI, AG, RO;
• VÎLCOCI DENISA ȘTEFANIA,
STR.PRINCIPALĂ, NR.22, SAT POIENIȚA,
COMUNA BĂLILEȘTI, AG, RO;
• MOGA SORIN GEORGIAN,
STR. FRAȚII GOLEȘTI, NR. 108, BL.S4,
SC.B, AP.26, PITEȘTI, AG, RO;
• DIN ALIN CONSTANTIN,
STR.PRINCIPALĂ, NR.62, SAT MAREȘ,
COMUNA ALBOTA, AG, RO;
• DUCU MARIAN CĂTĂLIN,
STR. ARGEȘULUI NR. 4A, PITEȘTI, AG,
RO;
• SOARE CRISTINA LILIANA,
ALEEA SENESLAU, NR.6A, PITEȘTI, AG,
RO

(54) PROCEDEU DE OBȚINERE A EXTRACTELOR VEGETALE CU UN CONȚINUT RIDICAT DE POLIFENOLI DIN DIFERITE SOIURI DE VITIS VINIFERA UTILIZÂND TEHNOLOGIA ASISTATĂ DE ULTRASUNETE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor extracte vegetale cu un conținut ridicat de fenoli din diferite soiuri de *Vitis Vinifera*. Procedeul, conform inventiei, constă în prelucrarea materialului vegetal uscat tescovină provenit de la trei soiuri de viață de vie prin etapele: uscare până la o umiditate relativă de 7%, separare pielite, măcinare, amestec pulbere plantă cu solvent apă alcool etilic farmaceutic, extractie asistată

de ultrasunete a amestecului plantă: solvent în raport 1:10, la o putere netă de 120 W, amplitudine 50%, timp de 15 min, sub agitare magnetică permanentă, rezultând un extract cu conținut ridicat de compus bioactiv, resveratrol, ca polifenol principal.

Revendicări: 5

Figuri: 1

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 inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENTII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de inventie
Nr. <u>A 21 000 96</u>
Data depozit ..08.-03.-2021....
<i>Titlul inventiei</i>

PROCEDEU DE OBȚINERE A EXTRACTELOR VEGETALE CU UN CONȚINUT RIDICAT DE POLIFENOLI DIN DIFERITE SOIURI DE *VITIS VINIFERA* UTILIZÂND TEHNOLOGIA ASISTATĂ DE ULTRASUNETELE

Precizarea domeniului de aplicare a inventiei

Invenția se referă la folosirea unui procedeu destinat extracției polifenolilor (resveratrol) din material vegetal uscat folosind un extractor cu ultrasunete. Conform inventiei, procedeul constă în prelucrarea materialului vegetal uscat (tescovină) provenit de la trei soiuri de viță-de-vie: Burgund, Cabernet Sauvignon și Merlot folosind următorul protocol experimental: raport plantă:solvent 1:10, timp: 15 minute, amplitudine 50%.

Precizarea stadiului cunoscut al tehnicii în domeniul obiectului inventiei, cu mentionarea dezavantajelor soluțiilor tehnice cunoscute

Se cunoaște faptul că cea mai mare cantitate de resveratrol se găsește în *Polygonum cuspidatum*, însă această plantă nu poate fi consumată ca atare. Atât pieliță cât și sămburii de struguri roșii (*Vitis vinifera*), murele (*Rubus hirtus*), afinele (*Vaccinium myrtillus*) sunt surse importante de resveratrol, însă cantitatea optimă necesară presupune consumarea unei cantități mari din aceste fructe, motiv pentru care se recurge la obținerea extractelor și concentrarea acestora în diverse suplimente alimentare.

Resveratrolul este un antioxidant polifenolic care se găsește în special în plantele cu fructe închise la culoare (afinele, murele, struguri negri, zmeură, roșii). Studiile privind proprietățile benefice ale resveratrolului au început în Franța la începutul anilor 1980, care au demonstrat de-a lungul timpului rolul antioxidant al acestuia dar și efectele pe care le poate produce în organism, de la încetinirea procesului de îmbatrâniere a pielii la protejarea sistemului circulator, a creierului și a funcțiilor cognitive. Eficiența procesului de extracție este influențată de interacțiunile dintre matricea probei, moleculele bioactive și difuzia solventului prin materialul vegetal

Brevetul CN102070410/2011 descrie o metodă enzimatică combinată cu microunde pentru extragerea resveratrolului din rizomul de *Polygonum cuspidatum*. Metoda presupune utilizarea unei soluții de 80% etanol ca solvent de extracție, într-un raport masic solvent-material de 20:1, adăugarea a 10 mg de celulază pentru enzimoliză în condițiile de extracție enzimatică optimă și anume la temperatura de 50°C și valoarea pH-ului 5, timp de 30 de minute, prin tratare cu microunde. Metoda prezintă avantajul scurtării timpului de extracție,

însă tratamentul cu microunde afectează activitatea enzimei, care nu se mai poate recupera astfel.

O metoda de creștere a randamentului de extracție a resveratrolului din plantele *Polygonum cuspidatum* este descrisă în **Brevetul CN1513822A/2004**. Metoda presupune utilizarea unor microorganisme special adăugate pentru a îmbunătăți bioconversia conținutului de resveratrol. Extracția are loc prin metoda asistată de microunde, folosind ca și solvent de extracție un amestec de 40% etanol și 4-metil-2-pentanol. Deși prezenta inventie își propune simplificarea procesului de operare, scurtarea ciclului de producție și reducerea costurilor, totuși tehnologia de extracție cu microunde este limitată la operațiile la nivel de laborator.

Brevetul CN 102320934/2012 descrie o metodă de extracție a resveratrolului din *Polygonum cuspidatum*, prin extracție cu amestec de solvenți apă:etanol (metanol) la un raport materie primă: solvent de 1:8-1:20 (m/v). Extracția s-a realizat în 3 trepte, timp de 1-2h la temperatură de 50-85 °C. Extractul concentrat, prin îndepărțarea solventului prin distilare la vid, s-a supus hidrolizei acide, timp de 3 h la 50-80 °C. Peste amestecul hidrolizat răcit, s-a adăugat soluție alcalină până la pH neutru. Puritatea resveratrolului extras a fost între 50,5-52,3%. Procedeul de extracție este unul simplu însă dezavantajul constă în utilizarea unei cantități mari de solvent și utilizarea acizilor pentru realizarea hidrolizei.

Problema tehnică pe care o rezolvă inventia

Problema tehnică pe care o rezolvă inventia constă în creșterea randamentului de extracție a resveratrolului din tescovină și înlăturarea solvenților toxici utilizați în proces.

Prezentarea soluției tehnice a inventiei

Procedeul descris a fost obținut în urma cercetărilor care au condus la identificarea parametrilor optimi de pregătire a probelor cât și de extracție propriu-zisă, care să permită obținerea unei cantități optime de antociană din eșantionul de probă.

Astfel, în procesul de obținere a extractelor vegetale din cele trei specii de *Vitis vinifera* îmbogățite în polifenoli, pe lângă utilizarea tehnicii de extracție cu ultrasunete, s-a ales și utilizarea solventului alcool etilic farmaceutic. Tescovina deshidratată a fost măcinată și supuse extracției asistate de ultrasunete.

Parametrii de lucru utilizați (raport diferit de apă:alcool) precum și utilizarea solventului alcool etilic farmaceutic, înălță dezavantajul de înălțare a solventului prin aceea că solventul utilizat nu este toxic și poate fi ingerat. Mai mult, prin variația raportului de



apă:alcool și a amplitudinii se obțin cantități notabile de antociani chiar și cu utilizarea unor cantități reduse de alcool.

Prezentarea unuia sau mai multor exemple de realizare a invenției

Se dă în continuare un exemplu al procedeului de obținere a resveratrolului în legătură cu figura 1 care reprezintă etapele acestuia. Cu cifra 1 este notată prima etapă a procedeului prin care tescovina este uscată timp de 48h la temperatura de 60°C, până când umiditatea relativă, măsurată cu termobalanță, este mai mică de 7%. În etapa a doua a procedeului, notată cu 2 în figura 1, pielile din tescovină au fost separate de semințe, iar apoi, în etapa a treia a procedeului, notată cu 3 în figura 1, au fost măcinate cu moara de laborator.

Pudra astfel obținută a fost pregătită de amestecare cu solventul. Aceasta, conform invenției, constă dintr-un amestec apă alcool etilic farmaceutic într-un raport apă : alcool de 30:70. Această etapă este notată cu 4 în figura 1. În următoarea etapă a procedeului, 5, solventul preparat în etapa anterioară este amestecat cu pudra realizată în etapa 3. Raportul, conform invenției este o parte pudră și 40 părți solvent.

Ultima etapă a procedeului este notată cu 6 în figura 1 și constă în extracția resveratrolului cu microunde în următoarea configurație experimentală:

- Putere netă ultrasunete 120W;
- Amplitudine 50%;
- Timp de extracție 15%;
- Agitare magnetică permanentă pe durata extracției.

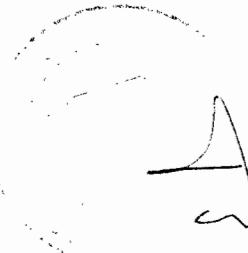
Prezentarea avantajelor rezultate din aplicarea invenției

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- Utilizare superioară a unui produs secundar din industria viticolă, tescovina;
- Procedeu simplu, în doar 6 etape, realizabil la scară industrială;
- utilizarea unui solvent netoxic care poate fi ingerat, nefiind necesară înlăturarea acestuia din preparat, economisindu-se astfel, timp și materiale;
- utilizarea microundelor este o tehnică modernă, verde și care economisește energie electrică.

Bibliografie

1. CN1513822A/2004
2. CN102070410/2011
3. CN 102320934/2012



A handwritten signature or mark consisting of a stylized, looped line that forms a partial circle on the left and a sharp, upward-pointing peak on the right.

Revendicări

1. Procedeu de obținere a extractelor vegetale cu un conținut ridicat de polifenolidin din diferite soiuri de *Vitis vinifera* utilizând tehnologia asistată de ultrasunetele caracterizat prin 6 etape de lucru: etapa 1- uscare tescovină (1), etapa 2 – separare pielite (2), etapa 3- măcinare (3), etapa 4 – amestec solvent (4), etapa 5 – amestec plantă solvent (5), etapa 6- extracție cu ultrasunete (6).

2. Procedeu de obținere a extractelor vegetale cu un conținut ridicat de polifenolidin din diferite soiuri de *Vitis vinifera* utilizând tehnologia asistată de ultrasunetele, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că tescovina este uscată (1) înainte de separarea pielitelor până la o umiditate relativă maximă de 7%.

3. Procedeu de obținere a extractelor vegetale cu un conținut ridicat de polifenolidin din diferite soiuri de *Vitis vinifera* utilizând tehnologia asistată de ultrasunetele, conform revendicărilor 1 și 2, caracterizat prin aceea că se utilizează un solvent (4) realizat din apă și alcool etilic farmaceutic într-o proporție de apă:alcool 30:70.

4. Procedeu de obținere a extractelor vegetale cu un conținut ridicat de polifenolidin din diferite soiuri de *Vitis vinifera* utilizând tehnologia asistată de ultrasunetele, conform revendicărilor 1, 2 și 3, caracterizat prin aceea că pentru extracție se folosește un amestec (5) plantă:solvent de 1:10.

5. Procedeu de obținere a extractelor vegetale cu un conținut ridicat de polifenolidin din diferite soiuri de *Vitis vinifera* utilizând tehnologia asistată de ultrasunetele, conform revendicărilor 1, 2,3 și 4, caracterizat prin aceea că în ultima etapă a procedeului (6) se utilizează ultrasunete cu următoarele setări pentru obținerea resveratrolului: Putere netă ultrasunete 120W, Amplitudine 50%, Timp de extracție 15%, Agitare magnetică permanentă pe durata extracției.

