



(11) RO 135984 A2

(51) Int.Cl.

C07D 311/62 (2006.01),
B01D 11/04 (2006.01),
A61K 8/97 (2006.01)

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2021 00095**

(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 BĂILEȘTI, 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 MAREŞ,
COMUNA ALBOTA, AG, RO;
- DUCU MARIAN CĂTALIN,
STR. ARGEȘULUI NR. 4A, PITEȘTI, AG,
RO;
- SOARE CRISTINA LILIANA,
ALEEA SENESLAU, NR.6A, PITEȘTI, AG,
RO

(54) PROCEDEU PENTRU OBȚINEREA EXTRACTULUI VEGETAL DE ARONIA MELANOCARPA CU UN CONȚINUT RIDICAT DE ANTOCIANI UTILIZÂND ULTRASUNETELE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unui extract vegetal de *Aronia Melanocarpa* cu un conținut ridicat de antociani. Procedeul, conform inventiei, constă în etapele: deshidratare a fructelor de *Aronia Melanocarpa*, macinarea materialului vegetal uscat cu obținerea unei pudre, extracția asistată de ultrasunete în soluție de alcool etilic farmaceutic în raport 1:10, la o

putere netă cuprinsă între 77 și 157 W, la o amplitudine cuprinsă între 40 și 80%, timp de 15 min, rezultând un preparat având conținut ridicat de substanțe active care se utilizează ca atare.

Revendicări: 4

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 INVENTIÎN ȘI MARCĂ
Cerere de brevet de inventie
Nr.
2021 00095
Data depozit 08.03.2021....
Tinut în inventar

16

**PROCEDEU PENTRU OBȚINEREA EXTRACTULUI VEGETAL DE ARONIA
MELANOCARPA CU UN CONȚINUT RIDICAT DE ANTOCIANI UTILIZÂND
ULTRASUNETELE**

Precizarea domeniului de aplicare a inventiei

Invenția se referă la un procedeu de extracție destinat obținerii compușilor activi dintr-un material vegetal. Conform invenției, procedeul constă în extracția asistată de ultrasunete a materialului vegetal deshidratat (uscat) de *Aronia melanocarpa*.

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

Aronia melanocarpa (Michx.) Elliott sau scorușul negru (Fam. Rosaceae) este o specie originară din America de Nord, naturalizat în Europa și în Asia. Se cultivă pe scară largă, ca plantă ornamentală (prin flori, frunze), dar mai ales pentru fructele sale cu utilizări în pomicultură/industria alimentară (sucuri, gemuri, vinuri), dar și ca produs farmaceutic sau cosmetic [Banjari I, Misir A, Šavikin K, Jokić S, Molnar M, De Zoysa HKS, Waisundara VY., 2017. Antidiabetic effects of Aronia melanocarpa and its other therapeutic properties. *Front Nutr*, 4:53; Kokotkiewicz A, Jaremicz Z, Luczkiewicz M., 2010. Aronia plants: a review of traditional use, biological activities, and perspectives for modern medicine. *J Med Food*, 13(2):255–269; Valcheva-Kuzmanova SV, Belcheva A., 2006. Current knowledge of *Aronia melanocarpa* as a medicinal plant. *Folia Med (Plovdiv)*, 48(2):11–17].

Extracția asistată de ultrasunete este o tehnică de extracție „verde” foarte des utilizată în ultimul deceniu. Cu toate acestea, mecanismele de îmbunătățire a acestei metode de extracție nu au fost studiate. În literatura de specialitate există câteva date privind efectul propagării ultrasunetelor în mediile solide sau lichide [Suslick K.S., Price G.J., 1999. Applications of ultrasound to materials chemistry, *Ann. Rev. Mat. Sci.*, 29:295-326; Mason T.J., Lorimer J.P., 2002. General Principles, In: Applied sonochemistry: Uses of power ultrasound in chemistry and processing. Mason T.J. and Lorimer J.P. (Eds.), Wiley-VCH Verlag, Germany, 2002, pp. 25-74]. În aceste medii de extracție fenomenul de cavitație produce forțe de forfecare mari. Microdispersia bulelor de cavitație pe suprafața probei solide determină producerea unor efecte precum exfolierea suprafeței probei, eroziunea și descompunerea particulelor. Implozia bulelor de cavitație într-un mediu lichid conduce la producerea de macroturbulențe determinând obținerea unei microemulsii. De asemenea, mulți

cercetători justifică îmbunătățirea randamentelor prin efectul de cavitație care se produce în procesul de extracție [Chemat F., Rombaut N., Sicaire A.G., Meullemiestre A., Fabiano-Tixier A.S., Abert-Vian M., 2017. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34:540–560].

Ultrasunetele permit solventului să pătrundă prin pereții celulați, iar bulele produse de cavitația acustică favorizează ruperea peretelui celular și eliberarea compușilor activi, determinând astfel creșterea randamentului de extracție. Prin urmare, această metodă are eficiență ridicată, deși necesită energie scăzută, cantități mici de solvent și perioade scurte de timp pentru desfășurarea procesului de extracție [Toma M., Vinatoru M., Paniwnyk L., Mason, T., 2001. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, 8(2):137–142]. Pan și colab. [Pan Z., Qu W., Ma H., Atungulu G.G., McHugh T.H., 2012. Continuous and pulsed ultrasound-assisted extractions of antioxidants from pomegranate peel. *Ultrason. Sonochem.*, 19:365–372] au obținut o cantitate considerabilă de antioxidați din coaja de rodie prin extracția asistată de ultrasunete comparativ cu macerarea. Condițiile optime de extracție asistată cu ultrasunete utilizate de autori au fost: sonotroda de 1.267 cm^2 , frecvență 20 kHz, intensitatea de 59.2 W/cm^2 , timp de 60 minute. Sonicarea în pulsuri (5 secunde cu 5 secunde) a determinat o îmbunătățire a randamentului de extracție cu 22% corelat cu o reducere a timpului de extracție cu 87%, iar sonicarea continuă a determinat creșterea randamentului cu 24% și reducerea timpului de extracție cu 90% comparativ cu metoda clasică de extracție prin macerare. Așadar poate fi concluzionat faptul că ultrasunetele permit atât intensificarea cât și maximizarea randamentului de extracție și a activității antioxidantă, în timp ce se reduc costurile de extracție și energia.

În scopul extracției de antociani din fructele de *Aronia melanocarpa* este cunoscută metoda ce implică extracția în soluție de apă acidă și obținerea unui extract sub formă de pulbere, cu o pregătire minuțioasă în prealabil, după cum este prezentat în patentul **CN107281293B**. În aceeași scop a fost utilizată tehnica de extracție asistată de ultrasunete și sulfatul de amoniu care este toxic, conform patentului **CN105708919A**. Patentul **DE102011101512A1** presupune utilizarea prafului obținut din tescovina de *Aronia* în produsele alimentare sau în cele cosmetice. Patentul **CN104447666B** utilizează tehnica de extracție asistată de ultrasunete în vederea obținerii unei pulberi bogate în antociani. Patentul **KR20140148166A** se referă la o compozиție cosmetică funcțională care cuprinde un extract de *Aronia* ca ingredient activ, precum și metoda de producere a acestuia. Compoziția cosmetică obținută prezintă un efect antioxidant, hidratant și anti-îmbătrânire, reducând considerabil apariția ridurilor. Aceste tehnici nu au fost perfecționate și

rezintă ca principale dezavantaje randamentele mici de extracție a substanței active și utilizarea solvenților toxici.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este de a utiliza un procedeu rapid, cu parametri optimi de pregătire a probelor, cu extracție maximă a antocianilor din materia vegetală și care folosește solvenți netoxici.

Prezentarea soluției tehnice a invenției

Procedeu de extracție a antocianilor din *Aronia melanocarpa* bazat pe un raport apă alcool etilic farmaceutic de 1:3 și pe un raport plantă solvent de 1:10 și pe extracția cu ultrasunete timp de 15 minute la o amplitudine cuprinsă între 40% și 80% pentru o putere netă de ultrasunete cuprinsă între 77W și 156W.

Prezentarea unuia sau mai multor exemple de realizare a inventiei

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură figura 1 în care sunt prezentate etapele de realizare a procedeului de extracție cu ultrasunete a antocianilor din *Aronia melanocarpa*. Prima etapă a procedeului, notată cu 1 în figura 1, constă în deshidratarea și măcinarea fructelor de *Aronia melanocarpa* pentru obținerea unei pulberi. Pregătirea solventului este a doua etapă a procedeului notată cu 2 în figura 1 și constă din amestecul apă și alcool într-o proporție 1 parte apă și 3 părți alcool etilic farmaceutic. În etapa a treia a procedeului, notată cu 3 în figura 1, se amestecă pudra obținută în etapa întâi cu solventul din etapa a doua a procedeului într-un raport plantă: solvent de 1:10. Soluția astfel obținută este supusă ultrasunetelor în etapa a patra, notată cu 4 în figura 1 în următoarele condiții: timpul de expunere a soluției la ultrasunete 15 minute, amplitudinea microundelor cuprinsă între 40% și 80%, puterea netă a ultrasunetelor cuprinsă între 77W și 157W. Preparatul astfel obținut după parcurgerea etapelor este utilizabil direct pentru că nu conține solvenți toxici fiind utilizat alcoolul etilic farmaceutic în compoziția solventului.

Prezentarea avantajelor rezultate din aplicarea invenției

Prin aplicarea invenției se obțin următoarele avantaje:

- Procedeu simplificat, în doar 4 etape principale;
- Procedeul permite obținerea cantității optime de antociani din probele de *Aronia melanocarpa*;



- Procedeul folosește în etapa de extracție ultrasunetele care consumă puțină energie electrică, permit reglarea unor parametri (amplitudine, putere);
- Timpul necesar în etapa de extracție este foarte mic, de doar 15 minute;
- Procedeul se bazează pe un solvent netoxic care poate fi ingerat, nefiind necesară înlăturarea acestuia din preparat, economisindu-se astfel, timp și materiale.

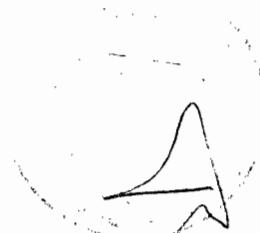
Bibliografie

1. Banjari I, Misir A, Šavikin K, Jokić S, Molnar M, De Zoysa HKS, Waisundara VY., 2017. Antidiabetic effects of Aronia melanocarpa and its other therapeutic properties. *Front Nutr*, 4:53;
2. Kokotkiewicz A, Jaremicz Z, Luczkiewicz M., 2010. Aronia plants: a review of traditional use, biological activities, and perspectives for modern medicine. *J Med Food*, 13(2):255–269;
3. Valcheva-Kuzmanova SV, Belcheva A., 2006. Current knowledge of *Aronia melanocarpa* as a medicinal plant. *Folia Med (Plovdiv)*, 48(2):11–17
4. Suslick K.S., Price G.J., 1999. Applications of ultrasound to materials chemistry, *Ann. Rev. Mat. Sci.*, 29:295-326;
5. Mason T.J., Lorimer J.P., 2002. General Principles, In: Applied sonochemistry: Uses of power ultrasound in chemistry and processing. Mason T.J. and Lorimer J.P. (Eds.), Wiley-VCH Verlag, Germany, 2002, pp. 25-74
6. Chemat F., Rombaut N., Sicaire A.G., Meullemiestre A., Fabiano-Tixier A.S., Abert-Vian M., 2017. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 34:540–560
7. Toma M., Vinotoru M., Paniwnyk L., Mason,T., 2001. Investigation of the effects of ultrasound on vegetal tissues during solvent extraction. *Ultrasonics Sonochemistry*, 8(2):137–142
8. Pan Z., Qu W., Ma H., Atungulu G.G., McHugh T.H., 2012. Continuous and pulsed ultrasound-assisted extractions of antioxidants from pomegranate peel. *Ultrason. Sonochem.*, 19:365-372
9. CN107281293B
10. CN105708919A



11. DE102011101512A1
12. CN104447666B
13. KR20140148166A

12



Revendicări

1. Procedeu pentru obținerea extractului vegetal de *Aronia melanocarpa* cu un conținut ridicat de antociani utilizând ultrasunetele caracterizat prin aceea că este format din 4 etape de lucru: deshidratare-măcinare (1), realizare solvent (2), amestec plantă solvent (3) și extracție cu ultrasunete (4), conform figurii 1.
2. Procedeu pentru obținerea extractului vegetal de *Aronia melanocarpa* cu un conținut ridicat de antociani utilizând ultrasunetele conform revendicării 1, caracterizat printr-un raport apă : alcool etilic farmaceutic de 1:3.
3. Procedeu pentru obținerea extractului vegetal de *Aronia melanocarpa* cu un conținut ridicat de antociani utilizând ultrasunetele, conform revendicărilor 1 și 2, caracterizat prin aceea că soluția din care se extrag antocianii este realizată dintr-o parte plantă realizată în etapa 1 și 10 părți solvent realizat în etapa 2.
4. Procedeu pentru obținerea extractului vegetal de *Aronia melanocarpa* cu un conținut ridicat de antociani utilizând ultrasunetele, conform revendicărilor 1,2 și 3, caracterizat prin aceea că pentru extracția antocianilor se utilizează ultrasunete cu amplitudinea cuprinsă între 40% și 80% și puterea netă cuprinsă între 77W și 156W timp de 15 minute.

DESHIDRATARE
MĂCINARE

REALIZARE
SOLVENT
APĂ : ALCOOL
1 : 3

AMESTEC
PLANTĂ
SOLVENT
1 : 10

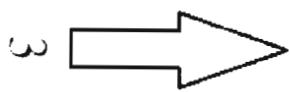
EXTRACTIE
cu ULTRASUNETE



1



2



3



4