



MD 2796 F1 2005.06.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) 2796⁽¹³⁾ F1
(51) Int. Cl.⁷: C 09 B 61/00

(12) BREVET DE INVENȚIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2004 0172 (22) Data depozit: 2004.07.07	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2005.06.30, BOPI nr. 6/2005
(71) Solicitanți: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD (72) Inventatori: BAERLE Alexei, MD; GUȚANU Vasile, MD (73) Titulari: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD	

(54) Procedeu de obținere a colorantului natural glucozidă de cianidină

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la un procedeu de obținere a colorantului natural glucozidă de cianidină, care poate fi utilizat în industriile alimentară și farmaceutică.

Procedeul, conform invenției, include extragerea colorantului din fructe de scorușe negre cu soluție apoasă conținând 50% vol. etanol și 1,25% mas. HCl, diluarea extractului cu apă, tratarea cu sulfocationit în H-formă la 20°C timp de 90 min, desorbția colorantului din cationit în condiții

2
dinamice cu soluție apoasă conținând 60% vol. etanol și 1,5% mas. HCl la 50...60°C, trecerea eluatului prin coloana cu anionit în OH-formă, distilarea lui în vid, filtrarea, concentrarea în vid la presiunea de până la 100 Pa, diluarea concentratului cu etanol și uscarea lui până la obținerea colorantului cristalin.

Revendicări: 1

5

10

MD 2796 F1 2005.06.30

MD 2796 F1 2005.06.30

Descriere:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a colorantului natural glucozidă de cianidină, care poate fi utilizat în industriile alimentară și farmaceutică.

5 Este cunoscut procedeu de obținere a antocianelor din diferite materii prime [1]. Conform acestui procedeu antocianele se extrag cu un alcool inferior în intervalul de temperaturi de 20...60°C și în intervalul de timp de 10...100 ore. După extracție solventul se distilează, rezidul solid se usucă cu eter dietilic, se dizolvă în metanol, se acidulează cu acid clorhidric, se precipită cu eter dietilic, apoi se filtrează. Precipitatul obținut se usucă și se cristalizează prin dizolvarea în metanol și precipitarea cu eter dietilic.

10 Neajunsurile acestui procedeu sunt folosirea solvenților nocivi (metanol, eter dietilic) în cantități mari și durata îndelungată de realizare.

Este cunoscut, de asemenea, procedeu de extracție a antocinelor naturale [2], care se bazează pe prelucrarea materiei prime cu enzime citolitice, după care urmează extracția cu soluție de etanol 40%, care conține 0,2% trilon B. Extractul obținut se stabilizează cu adăugarea conservantului.

15 Neajunsurile acestui procedeu constau în introducerea substanțelor chimice suplimentare (trilon B, conservant) și obținerea unui amestec de substanțe.

În calitate de cea mai apropiată soluție servește procedeu care constă în extracția dublu repetată din materia primă cu un amestec de acetonă-apă în raportul extractant:materie primă de 10:1 [3]. Extractele obținute se unesc și se filtrează, solventul se distilează. Produsul obținut sub formă de praf conține monoglucozida mirtilidinei ($C_{22}H_{23}O_{12}Cl$).

20 Neajunsurile acestui procedeu sunt folosirea cantităților mari de acetonă costisitoare și nocivă, care contribuie la destabilizarea antocianelor [4]. Produsul final solid conține substanțe-impurități și doar 12% de colorant.

Problema pe care o soluționează prezenta invenție constă în simplificarea procedurii de obținere a colorantului glucozidă de cianidină, folosind doar alcool etilic alimentar și metode eficiente de purificare și separare care sunt bazate pe cromatografiere cu utilizarea schimbătorilor de ioni.

30 Procedeu, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că include extragerea colorantului din fructe de scorușe negre cu soluție apoasă conținând 50% vol. etanol și 1,23% mas. HCl, diluarea extractului cu apă, tratarea cu sulfocationit în H-formă la 20°C timp de 90 min, desorbția colorantului din cationit în condiții dinamice cu soluție apoasă conținând 60% vol. etanol și 1,5% mas. HCl la 50...60°C, trecerea eluatului prin coloana cu anionit în OH-formă, distilarea lui în vid, filtrarea, concentrarea în vid la presiunea de până la 100 Pa, diluarea concentratului cu etanol și uscarea lui până la obținerea colorantului cristalin.

Rezultatul invenției constă în obținerea colorantului glucozidă de cianidină în stare nativă, fapt confirmat de datele spectrale.

35 Determinarea condițiilor optime de efectuare a procesului

Sorbția antocianelor pe cationit. Probe a câte 1g de sulfocationit (Amberlite-1R-120) în H-formă au fost introduse în 100 mL de extract cu conținutul antocianelor de 1 mg/mL și a altor componente conform tabelului 1. Sorbția a avut loc în condiții de agitare. După expirarea timpului de sorbție în soluția supranatantă a fost determinată cantitatea rămasă de coloranți și calculând diferența a fost determinată cantitatea celor reținuți de polimer.

40 Tabelul 1

Sorbția colorantului natural în diferite condiții

Concentrația HCl, %	1,00	0,75	0,50	0,25	0,25
Concentrația etanol, % vol.	45	35	25	10	10
Durata procesului, min	60	60	90	90	120
Temperatura, °C	40	30	30	20	30
Sorbția CyGlu₂ , mg/g	14,3	24,5	31,8	34,4	35,1

45 Conform datelor prezentate conținutul optim de etanol în extractul supus sorbției este de 10%, C(HCl)=0,25%, durata sorbției – 90 min.

Desorbția colorantului de pe cationit. Probele a câte 0,1g de cationit cu conținutul antocianelor de 34,4 mg/g au fost eluate dinamic în diferite condiții (tabelul 2). În eluat a fost determinat conținutul glucozidei de cianidină.

50

MD 2796 F1 2005.06.30

Desorbția antocianelor de pe cationit în diferite condiții

Concentrația HCl, %	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
Concentrația etanol, % vol.	50	55	60	65	70
Viteza eluării, mL/min	2,0	2,0	1,5	1,5	1,0
Temperatura, °C	30	40	50	60	70
Desorbția CyGlu ₂ , mg/g	12,6	16,4	25,9	24,7	19,1

5 Datele prezentate dovedesc că concentrația optimă de etanol este de 60%, C(HCl) = 1,5 %, viteza trecerii – 1,5 mL/min, temperatura – 50°C.

Exemplu de realizare a procedurii

10 O probă de 200 g de fructe coapte de scorușe negre a fost supusă extracției cu 200 mL soluție cu C(C₂H₅OH) = 50% (vol.), C(HCl) = 1,25% (mas.) timp de 24 ore. Extractul obținut a fost diluat cu apă până la volumul de 1 L pentru a-l aduce la condiția necesară (tab. 1). La extract s-au adăugat 15 g de cationit aero-sec Amberlite-IR-120. Sorbția a avut loc la temperatura camerei timp de 90 min la agitare. Cationitul și colorantul absorbiți au fost trecuți în coloana înzestrată cu o manta de încălzire cu diametrul intern de 1,5 cm. Cationitul a fost spălat la temperatura camerei cu 15 mL de etanol. După aceasta a fost efectuată desorbția coloranților cu 150 mL de soluție cu compoziție optimă (tab. 2). Eluatul obținut a fost trecut rapid prin coloana încărcată cu 5 g anionit Varion-AD(OH), apoi a fost supus eliminării etanolului cu utilizarea evaporatorului cu rotor la presiunea de până la 1000 Pa și la temperatura de până la 40°C. Soluția apoasă obținută a fost filtrată pentru înlăturarea rezidului solid hidrofob, apoi din nou distilată în vid la presiunea de până la 100 Pa și temperatura de 40°C până la obținerea unei soluții vâscoase, care apoi a fost diluată cu 3 mL de etanol și trecută într-un vas Petri. După evaporarea etanolului au fost obținute cristale aciforme. Spectrul soluțiilor etanolice acidulate ale acestor cristale conține picuri cu $\lambda_1 = 282$ nm și $\lambda_2 = 536$ nm, care corespund glucozidelor de cianidină.

(57) Revendicare:

25 Procedeu de obținere a colorantului natural glucozidă de cianidină care include extragerea lui din fructe de scorușe negre cu soluție apoasă conținând 50% vol. etanol și 1,25% mas. HCl, diluarea extractului de 5 ori cu apă, tratarea cu sulfocationit în H-formă la 20°C timp de 90 min, adăugat în raport de 1,5 g la 100 ml de extract, desorbția colorantului din cationit în condiții dinamice cu soluție apoasă conținând 60% vol. etanol și 1,5% mas. HCl la 50...60°C, trecerea rapidă a eluatului prin coloana cu anionit în OH-formă, distilarea lui în vid la presiunea de 1 kPa și 40°C, filtrarea, concentrarea în vid la presiunea de până la 100 Pa, diluarea concentratului cu etanol și uscarea lui până la obținerea colorantului cristalin.

(56) Referințe bibliografice:

1. JP 1009271 1989.01.12
2. Кузьмина А.Б., Доронин А.Ф., Кислухина О.В. Пищевая промышленность, М., 1995, № 1, p. 21...22
3. SU 704971 1979.12.25

Director Departament: CRECETOV Veaceslav

Examinator: GUȘAN Ala

Redactor: LOZOVANU Maria