



MD 3125 G2 2006.08.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **3125** ⁽¹³⁾ **G2**
(51) Int. Cl.: *C08H 5/00* (2006.01)
C07D 311/30 (2006.01)
C08F 8/06 (2006.01)
C07C 37/60 (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

<p>(21) Nr. depozit: a 2005 0360 (22) Data depozit: 2005.12.06</p>	<p>(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2006.08.31, BOPI nr. 8/2006</p>
<p>(71) Solicitant: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD (72) Inventatori: LUPAȘCU Tudor, MD; LUPAȘCU Lucian, MD (73) Titular: INSTITUTUL DE CHIMIE AL ACADEMIEI DE ȘTIINȚE A REPUBLICII MOLDOVA, MD</p>	

(54) **Procedeu de obținere a enotaninurilor hidrosolubile**

(57) **Rezumat:**

<p>1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a enotaninurilor hidrosolubile care pot fi utilizate în medicină, medicina veterinară și în agricultură. Procedeul, conform invenției, include tratarea enotaninurilor cu peroxid de hidrogen în raport masic de respectiv 1:(3...6), timp de 7...15 min, la</p>	<p>5 2 temperatura de 70...100°C, evaporarea și uscarea la temperatura de 40...65°C până la o masă constantă a produsului obținut. Revendicări: 1</p>
<p>10</p>	

MD 3125 G2 2006.08.31

MD 3125 G2 2006.08.31

3

Descriere:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a enotaninurilor hidrosolubile care pot fi folosite în medicină, medicina veterinară și în agricultură.

5 Este cunoscut faptul că semințele de struguri în funcție de soi, grad de coacere și zonă geografică de creștere a viței de vie conțin de la 3 până la 15% de enotaninuri, care reprezintă produse condensate, obținute în urma polimerizării moleculelor elementare de flavoni, flavonoli-3 (catehină) sau flavandioli-3,4 (leucoantocianidine).

Enotaninurile constituie un amestec de polimeri cu diverse proprietăți. În marea lor parte ele nu sunt solubile în apă. Doar cca 10% de enotaninuri se dizolvă în apă.

10 Este cunoscut procedeu de obținere a enotaninurilor prin extragere din semințe de struguri, ce constă în aceea că semințele se macină într-o moară cu cuțite până la fracțiuni mai mici de 1,5 mm, după care cu ajutorul solvenților organici (hexan, eter de petrol etc.) se extrage uleiul vegetal, șrotul rămas se tratează cu alcool etilic concentrat la temperatura camerei pentru a se extrage enotaninurile. Soluția alcoolică de enotaninuri se concentrează în vid până la densitatea de 1,10...1,12 g/cm³, după
15 aceasta la soluția concentrată de enotaninuri se adaugă eter dietilic în raportul masic de 2:1. Conținutul se lasă în repaus timp de 20 min pentru sedimentarea enotaninurilor. Precipitatul de enotaninuri se separă prin filtre și se usucă la temperatura de 40...50°C până la masă constantă [1].

Dezavantajul acestui procedeu constă în aceea că enotaninurile obținute nu sunt solubile în apă.

20 Mai este cunoscut procedeu de extragere a enotaninurilor din semințe de struguri, ce constă în măcinarea semințelor până la dispersitatea de 0,5...2 mm, amestecarea cu cretă sau cu alt carbonat cu suprafața specifică de 35...40 m²/g la un raport de masă (0,05...0,17):1 și extragerea enotaninurilor cu solvent organic timp de 10...24 ore [2].

Dezavantajul acestui procedeu constă în aceea că, de asemenea, se obțin enotaninuri insolubile în apă.

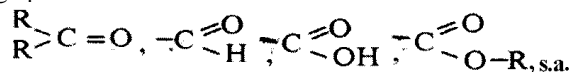
25 Mai este cunoscut procedeu de obținere a polimerilor hidrosolubili, care constă în hidroliza alcalină a poliacionitrilului, care preventiv este încălzit la temperatura de 160...210°C timp de 1...4 ore [3]. Însă acest procedeu nu poate fi aplicat pentru obținerea enotaninurilor hidrosolubile.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în elaborarea unui procedeu de obținere a enotaninurilor hidrosolubile.

30 Problema se soluționează prin introducerea în structura polimerică a enotaninului a unor grupe polare care conferă solubilitate în apă. Introducerea acestor grupe s-a realizat prin oxidarea enotaninurilor cu peroxid de hidrogen.

35 Procedeu de obținere a enotaninurilor hidrosolubile, conform invenției, include tratarea enotaninurilor cu peroxid de hidrogen în raport masic de, respectiv, 1...(3...6), timp de 7...15 min, la temperatura de 70...100°C, după care soluția se evaporă la temperatura de 40...65°C, iar produsul obținut se usucă la aceeași temperatură până la o masă constantă.

40 Rezultatul invenției constă în aceea că peroxidul de hidrogen rupe lanțul polimeric al enotaninurilor formând compuși noi care conțin grupe funcționale carboxilice, peroxidice, alcoolice, fenolice, aldehydice, cetonice, esterice. La realizarea acestui procedeu se obțin compuși organici solubili în apă cu gust astringent. Soluția apoasă de enotaninuri de 2% are pH = 2,1...2,4. Prezența grupelor carboxilice au fost demonstrate prin titrări bazice. Prezența grupărilor polare acide, peroxidice, alcoolice, fenolice, aldehydice, cetonice, esterice în enotaninurile solubile în apă modificate au fost demonstrate și prin spectroscopia IR. Astfel, în rezultatul procesului de oxidare, conform benzilor de absorbție ν(CH) ale grupelor CH₃ – și CH₂ – din componența preparatului inițial (neoxidat) practic
45 dispar, oxidându-se în grupele



50 Aceasta se confirmă prin lărgirea considerabilă a benzii de absorbție ν(CH) cu maximumul de absorbție ~ 1744 cm⁻¹, având și 3...4 umere (1650...1750 cm⁻¹): este evident că se formează aldehide, cetone, acizi carboxilici și/sau esteri.

Odată ce această bandă de absorbție în spectrul IR are și umere, se lărgiște în intervalul de la 1750 până la 1800 cm⁻¹. Aceasta se explică, probabil, prin faptul că în zona respectivă se manifestă peroxizi alchilici : ν(C-O-O-) ~ 1795 și ~ 1820 cm⁻¹ (Δν = 25 cm⁻¹) și/sau peroxizi aromatici : ν(C-O-O-) ~ 1755 și ~ 1780 cm⁻¹ (Δν = 25 cm⁻¹). În favoarea acestei presupuneri indică atât apariția benzilor de absorbție (O - O) : ν(O - O) ~ 880 cm⁻¹, precum și referitoare la grupa peroxidică la ~ 600 și 470 cm⁻¹, cât și dispariția benzilor de absorbție ν(CH) ale grupelor CH₃, CH₂ etc. Spectrele IR măsurate pentru

MD 3125 G2 2006.08.31

4

enotaninurile modificate mai indică benzi la valoarea de 3425 cm^{-1} care corespund grupelor OH parțial asociate.

De asemenea se manifestă benzi la valoarea de 1196 cm^{-1} , care corespund grupelor OH aromatice.

Exemplu de realizare

- 5 O cantitate de 5 g de enotaninuri solubile în alcool se tratează cu 15 g de peroxid de hidrogen. Amestecul se încălzește la temperatura de 80°C timp de 10 min, până la solubilizarea completă a enotaninurilor. Soluția obținută se evaporă, iar produsul obținut se usucă la temperatura de 60°C până la o masă constantă. Produsul final prezintă un praf de culoare galbenă-brună, solubil în apă (30 g/100 ml), cu proprietăți caracteristice enotaninurilor.

10

(57) Revendicare:

- 15 Procedeu de obținere a enotaninurilor hidrosolubile care include tratarea enotaninurilor cu peroxid de hidrogen în raport masic de respectiv 1:(3...6), timp de 7...15 min, la temperatura de $70\text{...}100^{\circ}\text{C}$, evaporarea și uscarea la temperatura de $40\text{...}65^{\circ}\text{C}$ până la o masă constantă a produsului obținut.

20

(56) Referințe bibliografice:

1. SU 1286621 A1 1987.01.30
2. MD 869 F1 1997.11.30
3. SU 717069 A 1980.02.25

Director Departament:

JOVMIR Tudor

Examinator:

GUȘAN Ala

Redactor:

LOZOVANU Maria