

ROMÂNIA



OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI

Brevet de invenție

Nr. 128468

Acordat în temeiul Legii nr.64/1991 privind brevetele de invenție, republicată în Monitorul Oficial al României, Partea I, nr.613, din 19 august 2014.

Titular: UNIVERSITATEA "ALEXANDRU IOAN CUZA" DIN IAȘI, IAȘI, IS, RO

Titlul invenției: PROCEDU DE OBTINERE A UNOR FRAȚII FARINICE DE ÎNALTĂ CALITATE BIOLOGICĂ SAU INDUSTRIALĂ DIN PORUMB NORMAL

Inventatori: DROCHIOIU GABI, TÂRGU FRUMOS, IS, RO

Descrierea invenției, revendicările și desenele la care se face referință în acestea, fac parte integrantă din prezentul brevet de invenție.

Durata brevetului de invenție este de 20 ani, cu începere de la data de 22/10/2010, cu condiția plății taxelor anuale de menținere în vigoare a brevetului.

Confirm cele de mai sus prin
semnarea și aplicarea sigilului

Director General

Alexandru - Ioan Andrei

București, Data eliberării 30/12/2015



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 01006**

(22) Data de depozit: **22/10/2010**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/12/2015** BOPI nr. 12/2015

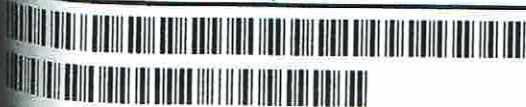
(41) Data publicării cererii:
28/06/2013 BOPI nr. 6/2013

(73) Titular:
• **UNIVERSITATEA**
"ALEXANDRU IOAN CUZA" DIN IAȘI,
BD. CAROL I NR. 11, IAȘI, IS, RO

(72) Inventatori:
• **DROCHIOIU GABI, STR. PETRU RAREȘ**
NR. 19, C 15, TÂRGU FRUMOS, IS, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 122527 B1; WO 97/01389 A1;
WO 2006/074727 A1

(54) **PROCEDEU DE OBTINERE A UNOR FRAȚII FARINICE DE**
ÎNALTĂ CALITATE BIOLOGICĂ SAU INDUSTRIALĂ DIN
PORUMB NORMAL



1 Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor fracții farinice de înaltă calitate
biologică sau industrială din porumb normal.

3 Cercetările anterioare au arătat că duritatea semințelor variază, fiind diferită în endos-
perm față de embrion sau alte părți ale acestora și că duritatea influențează atât rezistența la
5 infecțiile fungice, cât și calitățile culinare (Chandrashekar, A. and Mazhar, H. The biochemical
basis and implications of grain strength in sorghum and maize, J. Cereal Sci., 30. pp. 193-207,
7 1999; Adetunji, J. F. A study of the resistance of some sorghum seed cultivars to *Sitophilus*
oryzae (L), J. Stored Proci. Res., 24, pp. 67-71, 1988). Compoziția chimică diferă, de aseme-
9 nea, astfel încât embrionul, care este mai puțin dur, este mai bogat în ulei, proteine și amino-
acizi esențiali de tipul lizinei și triptofanului. Totodată, embrionul este mai sărac în zeină, o frac-
11 ție proteică săracă în lizină și triptofan. Făinurile de porumb normal au în general o calitate bio-
logică redusă, datorită conținutului redus în aminoacizi esențiali, mai ales lizină și triptofan
13 (Shihshieh, H., Frizzi, A., Florida, C. A., Kruger, D. E., Luethy, M. H. High lysine and high
tryptophan transgenic maize resulting from the reduction of both 19- and 22-kDa α -zeins, Plant
15 Molec. Biol., 61, pp. 525-535, 2006; Shukla, R., Cheryan, M. Zein: the industrial protein from
corn. Ind. Crop. Prod., 13, pp. 171-192, 2001). Calitatea biologică a făinei de porumb normal
17 este scăzută, deoarece gradul său de asimilare de către organismul uman și cel uman este
redus tocmai datorită conținutului mic în acești aminoacizi esențiali. Pe de altă parte, endosper-
19 mul seminței de porumb este mai dur, iar duritatea sa este asociată cu un conținut mai ridicat
de amidon și zeină și cu un nivel mai scăzut de aminoacizi esențiali și uleiuri vegetale. Astfel, frac-
21 ția proteică solubilă în alcool numită prolamină, iar în cazul porumbului zeină cuprinde de fapt
mai multe tipuri de proteine cu caracter acid, cunoscute sub numele de α - β - și γ -zeine. În
23 porumb, α -prolaminele sunt localizate în interiorul masei proteice, iar β - și γ -prolaminele la
suprafața acesteia, între diferitele tipuri de prolamină formându-se legături disulfhidrice care
25 conferă duritate seminței de porumb (Lending, C. R., Kriz, A. L., Larkins, B. A. and Bracker, C.
E. Structure of maize protein bodies and immunocytochemical localization of zeins,
27 Protoplasma, 143, pp. 51-62, 1988; Lending, C. R. and Larkins, B. A. Changes in the zein
composition of protein bodies during maize endosperm development, Plant Cell, 1, pp.
29 1011-1023, 1989). Prolaminele sunt rezistente și la atacul enzimelor proteolitice.

31 **RO 122527 B1** se referă la un procedeu de obținere a unei făini de panificație integrale,
în care grâul se supune unei faze de curățire, apoi acesta intră într-o fază de șrotuire, având
33 un grad de umiditate 12...17%, respectiv, o primă treaptă de șrotuire urmată de o sitare a șrotu-
lui rezultat, de unde, în funcție de granulație, o parte trece la o omogenizare cu făina rezultată
35 din următoarele faze, o parte către o măcinare, iar refuzul merge spre o șrotuire, apoi spre o
sitare, rezultând mai multe categorii de semiprodus care, în funcție de granulație, se
37 direcționează o parte către faza de omogenizare a făinii, o parte către măcinare, iar refuzul
merge către următoarele șrotuiri, numărul acestora stabilindu-se în funcție de capacitatea morii
39 în care se desfășoară procedeul, semiprodusul rezultat din treapta de măcinare anterioară este
supus unui tratament mecanic pentru sfărâmarea eventualelor cruste, apoi se sitează și, în
41 funcție de granulație, se distribuie o parte către omogenizarea cu făinare rezultată din celelalte
faze și o parte către următoarele trepte de măcinare, numărul acestora stabilindu-se în funcție
43 de capacitatea morii în care se desfășoară procedeul, semiprodusul rezultat din aceste trepte
de măcinare, ajungând la antepenultima măcinare, este supus unui tratament mecanic pentru
45 sfărâmarea eventualelor cruste și unei sitări, apoi, în funcție de granulație, o parte merge la
omogenizarea cu făina rezultată din celelalte faze și o parte la penultima măcinare și la o sitare,
47 apoi la omogenizarea cu făina rezultată din celelalte faze, iar refuzul merge la ultima măcinare
și ultima sitare, apoi la omogenizarea cu făina rezultată din fazele anterioare, obținându-se o
făină de panificație integrală.

WO 97/01389 A1 se referă la procedee de măcinare a produselor din cereale pentru

obținerea de făină, în care părțile componente ale boabelor au caracteristici fizice și mecanice sensibil diferite. Invenția poate fi utilizată pentru măcinarea făinurilor selecționate sau reziduale, de exemplu pornind de la grâu, secară, orz, ovăz, porumb și altele. Procedeele constă în efectuarea unei separări selective a produselor din cereale prin trecerea acestora printre role de măcinare și o suprafață de împingere și separarea endospermului și cojilor. Aceasta este urmată de o măcinare a boabelor rămase prin contactul încărcăturilor între rolele de măcinare și un rotor, cu reducerea încărcăturilor între intrare și ieșire.

WO 2006/074727 A1 se referă la producția de făină din boabe de secară și / sau de triticeale cu reducerea conținutului de componente nedorite, în făină prin decorticare și măcinare și cuprinde: (a) decortizarea boabelor de la 7,5 la 11,5% în greutate, din boabele de decorticate; (b) separarea cojilor; (c) măcinarea boabelor rămase pentru făină (I) care conțin particule de diferite dimensiuni; (d) separarea unei fracții de făină grosieră (II) cu particule cu dimensiuni de 1000 μm și mai mari; și (e) îndepărtarea fracției de făină rămasă (III) pentru o utilizare ulterioară.

Ipoteza de lucru a prezentei invenții se bazează pe faptul că părțile dure ale seminței se vor fragmenta mai puțin în timpul măcinării, în timp ce embrionul va forma o făină cu o granulație mai redusă. Prin cernere cu site având ochiuri diferite se pot separa, dintr-o făină grosieră, făinuri cu granulații și compoziții chimice diferite. Astfel, din endosperm se vor obține făinuri cu granulație mare, bogate în amidon și zeină, în timp ce din embrion se vor obține fracții farinice bogate în uleiuri și aminoacizi esențiali.

Deoarece făinurile de porumb normal au în general o calitate biologică redusă, au fost realizați hibrizi de porumb de tip opac, ce conțin gena *opaque-2* care determină reducerea concentrației de zeină și creșterea corespunzătoare a concentrației în lizină și triptofan (Nelson, O. E., Mertz, E. T. and Bates, L. S. Second mutant gene affecting the amino acid pattern of maize endosperm protein, *Science*, 150, pp. 1469-1470, 1965; Schmidt, R. J., Ketudat, M., Aukerman, M. J. and Hoschek, G. Opaque 2 is a transcriptional activator that recognises a specific target site in the 22kDa zein genes, *Plant Cell*, 4, pp. 689-700, 1992).

Dezavantajul acestor varietăți îl constituie productivitatea mai redusă comparativ cu porumbul normal, precum și sensibilitatea lor la boli, dăunători și la depozitare peste iarnă. Mai mult, aceste varietăți sunt dificil de obținut în procesul de ameliorare a porumbului și necesită mijloace agrotehnice deosebite. Una dintre cerințe o constituie utilizarea unor pesticide, inclusiv dinitrofenoli pentru protecția semințelor rezultate. Pe de altă parte, porumbul "grișat" conține un procent mai ridicat de zeină și are o calitate biologică mai redusă. Acesta este însă apreciat de consumatori pentru calitățile sale culinare și organoleptice (culoare portocalie, granulație uniformă și relativ ridicată). Făinurile de tip opac, deși de calitate biologică superioară, sunt evitate de consumatori datorită culorii galben deschis și aspectului de pulbere fină. Acestea sunt însă apreciate de către animalele monogastrice, care prezintă creșteri în greutate în raport cu cele hrănite cu porumb normal.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția de față este un procedeu de obținere a unor fracții farinice de înaltă calitate biologică sau industrială, plecând de la semințele normale de porumb, care sunt cultivate pe scară largă și dau producții înalte.

Procedeele conform invenției înlătură dezavantajele menționate în cazul obținerii făinurilor din porumb opac sau ale porumbului grișat comercial, prin aceea că semințele de porumb normal sunt măcinate grosier, cernute cu site cu ochiuri de dimensiuni diferite, după care se continuă măcinarea fiecărei fracții farinice până la granulația dorită, se determină conținutul în amidon, triptofan, lizină, zeină și grăsime a fiecărei fracții farinice în vederea utilizării acestora în industrie, fie în hrănirea animalelor monogastrice, fracția cu granule dure fiind utilizată

la producerea amidonului, alcoolului etilic sau a zeinei, iar fracția cu granulație fină fiind utilizată în hrana animalelor monogastrice sau la obținerea uleiului de porumb. Frațiile farinice obținute sunt degresate cu eter etilic, acetat de etil sau eteri ai alcoolilor pentru a le prelungi durata de depozitare și pentru extragerea ulterioară a zeinei, după degresare, fracția farinică bogată în amidon și zeină, ce provine din endospermul semințelor de porumb normal, este extrasă cu alcool etilic 80% (v/v), soluția alcoolică este evaporată, când zeina precipită, este filtrată, uscată și împachetată; degresarea fracției cu granulație fină conduce la obținerea uleiului de porumb după evaporarea eterului de extracție și a unei făini stabile cu conținut ridicat de proteină, lizină și triptofan. Frația bogată în zeină este extrasă direct cu alcool etilic 80% (v/v), iar extractul, ce conține atât zeină, cât și grăsime, este evaporat pentru îndepărtarea alcoolului, când zeina și grăsimea precipită; amestecul este extras cu eter etilic pentru îndepărtarea și recuperarea grăsimii de porumb, iar amestecul de zeină și apă este în continuare filtrat pentru separarea zeinei; zeina din filtrat este uscată și împachetată.

Procedeul de obținere a fracțiilor farinice de porumb, conform invenției, prezintă o serie de avantaje:

- se aplică ușor într-o moară obișnuită, industrială sau de laborator, prin simplă cernere, fără consum suplimentar de energie;
- permite realizarea unor făinuri cu compoziții chimice diferite, unele bogate în amidon și zeină, iar altele în proteine de calitate superioară, fiind bogate în aminoacizi esențiali;
- se poate aplica pe orice tip de porumb normal, obținut prin tehnologii agricole curente;
- se poate aplica și asupra făinurilor comerciale uzuale care, prin cernere pot conduce la fracții farinice cu proprietăți diferite;
- din fracțiile rezultate se pot obține făinuri secundare și terțiare, la care conținutul de zeină, respectiv, de grăsime, poate fi redus pe cale chimică, iar calitatea, respectiv, stabilitatea acestora crescând corespunzător;
- fracțiile bogate în amidon și zeină pot fi utilizate la fabricarea amidonului, alcoolului etilic, respectiv, zeinei.

În cadrul procedurii conform invenției, semințele de porumb sunt măcinate grosier, într-o moară industrială sau de laborator, făina rezultată este fracționată cu ajutorul unor site cu ochiuri de diferite dimensiuni în 3-5 fracții farinice, iar aceste fracții sunt în continuare măcinate până la obținerea unor făinuri cu granulația dorită. Frațiile farinice sunt analizate chimic pentru stabilirea conținutului lor în proteină, zeină, amidon, grăsime, lizină, triptofan etc. în vederea utilizării în hrana animalelor sau în industria amidonului sau a alcoolului etilic.

Astfel, procedeul are la bază procesul separării particulelor farinice pe baza durității acestora, care este proporțională cu mărimea particulelor și cu conținutul lor chimic în zeină. Astfel, fracția cu granulele cele mai mari va conține procentul cel mai ridicat de amidon și de zeină, în timp ce fracția cu granulația cea mai redusă, care provine mai ales din zona embrionului, conține un procent redus de amidon, însă unul superior în proteină de calitate biologică înaltă, determinat de prezența în moleculele sale a aminoacizilor esențiali, lizină și triptofan. O astfel de proteină va fi înglobată în mare parte în organismul animal care o consumă, deoarece aminoacizii esențiali se află în proporții mai apropiate de cele ale proteinelor din corpul animalului monogastric. Pe de altă parte, o făină cu granulație mai mare și cu conținut mai ridicat de amidon prezintă avantaje industriale, putând fi folosită la fabricarea amidonului, a zeinei sau la producerea alcoolului etilic, în care caz amidonul este transformat în maltoză sub acțiunea malțului și fermentarea acesteia.

Caracterul de noutate al procedurii descris constă în separarea unor fracții farinice prin simpla măcinare, urmată de eventuala măcinare până la granulația dorită, acestea având compoziții chimice și calități biologice și culinare diferite. Procedeul descris nu necesită instalații și utilaje suplimentare, în afara celor utilizate în morile obișnuite. Sitele de dimensiuni diferite

pot fi ușor de instalat, iar consumul de energie ar trebui să fie asemănător măcinării obișnuite, deoarece energia mecanică este necesară pentru sfărâmarea semințelor până la granulația dorită indiferent de numărul treptelor de măcinare. Determinările chimice sunt necesare doar atunci când se realizează rațiile animalelor, acestea fiind de asemenea necesare și în cazul făinurilor obișnuite care intră în compoziția nutrețurilor combinate. Gradul de tehnicitate al invenției este conferit de metoda de obținere a a făinurilor cu compoziții chimice complementare, făinuri dure cu mult amidon, zeină și puțină proteină față de făinurile moi bogate în grăsimi, aminoacizi esențiali, proteină, dar sărace în zeină și amidon. Gradul de tehnicitate poate crește prin tehnicile de separare a zeinei și formării de făinuri neperisabile.

Aplicarea fracțiilor farinice fine în hrana animalelor a condus la sporuri de greutate la puii de găină. Utilizarea fracției farinice dure la obținerea alcoolului etilic a condus la un procent mai ridicat de alcool din aceeași masă de făină.

În continuare, se dau, trei exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1. Semințele de porumb sunt măcinate grosier într-o moară uzuală de laborator sau industrială, cu elice sau valțuri, până la obținerea unei făini care trece în proporție de 80-90% prin ochiurile unei site cu dimensiunea ochiurilor de 1,6 mm. După separarea fracției care nu trece prin astfel de ochiuri de sită, făina rezultată este fracționată în același fel, folosind site cu dimensiunea ochiurilor de 1,2 mm, 1 mm și 0,8 mm. Se obțin astfel cinci fracții farinice, care sunt măcinate în continuare până la granulația dorită și a căror compoziție chimică este redată în tabelul 1. În cazul unor de semințe de porumb hibrid obișnuit, proporția de făină care nu trece prin ochiurile sitei 1,6 mm a fost de 17,6%, iar a celei care a trecut prin ochiurile sitei de 0,8 mm, de 34,4%. Procentele de amidon și zeină mai ridicate au fost observate la fracția cu granule mai mari și mai dure.

Tabelul 1
Compoziția chimică a fracțiilor farinice de porumb), cu diferite granulații, obținute prin cernere dintr-o semințe măcinate grosier*

Granulația, mm	Proporția, %	Proteină brută, %	Amidon, %	Grăsimi, %
> 1,6	17,6	8,66	81,3	2,92
> 1,2	25,8	8,82	75,3	3,56
> 1,0	10,2	9,52	72,1	4,10
> 0,8	12,0	10,03	61,4	6,00
< 0,8	34,4	10,30	62,2	7,41
Granulația, mm	Zeină, %	Lizină, % în proteină	Triptofan, % în proteină	Zeină/Lizină
> 1,6	3,46	2,11	0,43	1,46
> 1,2	3,28	2,17	0,59	1,25
> 1,0	2,70	2,36	0,72	1,05
> 0,8	2,01	2,51	0,75	0,77
< 0,8	1,66	2,75	0,83	0,55

*) hibrid Sv F - 102

Exemplul 2. Se procedează ca în exemplul 1, iar fracțiile obținute sunt degresate cu eter etilic sau, mai ieftin, cu eter de petrol, prin percolarea de mai multe ori prin fracția dorită, similar procedurii Soxhlet de extracție a grăsimilor din materialul vegetal. Fracția farinică fină se poate utiliza în hrana animalelor monogastice, fiind bogată în aminoacizi esențiali și proteină. Fracția cu granule dure poate fi utilizată direct în producerea alcoolului și amidonului sau după o dezeinificare prealabilă. Dezeinificarea se realizează prin percolarea făinei cu alcool etilic 80%. Din extractul alcoolic, precipită zeină după distilarea alcoolului și recuperarea sa. Zeina obținută prin precipitare este filtrată, uscată și utilizată fie în hrana animalelor poligastice, fie în industrie unde are multiple întrebuințări.

În tabelul 2 sunt prezentați parametrii care reflectă calitatea nutritivă, respectiv, cea industrială, a unor sorturi de făină obținute conform invenției, dintr-un hibrid de porumb, HT Sv-108, în care degresarea sau dezeinificarea a fost realizată în sistem batch, fracțiile farinice fiind în contact cu solventul de extracție (alcool 80% și, respectiv, eter de petrol) timp de o oră, urmate de uscare.

Din tabelul 2 rezultă că, dacă se macină făina mai fin, în așa fel încât să treacă în proporție de 40-50% prin ochiurile sitei de 0,8 mm, se obțin fracții cu indici de calitate apropiați, în timp ce dezeinificarea conduce la un conținut de lizină ori triptofan superior matorului nedegresat sau dezeinificat.

Tabelul 2
Compoziția chimică a unor fracții de porumb neprelucrat conform invenției (M), măcinat până la o pulbere fină și separare în trei fracții prin cernere (I, dură; II, medie; III, moale), nedegresate sau nedezeinificate (N), degresate (D) sau dezeinificate (DZ)

Fracția	Proteină, %	Zeină, %	Amidon, %	Grăsime, %	Lizină, % în proteină	Triptofan, % în proteină
M, N	12,10	5,20	70,03	4,97	2,10	0,42
M, D	12,72	5,47	73,60	0,10	2,10	0,42
M, DZ	8,78	1,57	73,23	0,63	2,87	0,57
I, N	11,72	5,79	80,57	2,10	1,60	0,25
I, D	11,96	5,91	82,21	0,10	1,60	0,25
I, DZ	7,65	1,38	85,34	1,06	2,52	0,35
II, N	12,26	5,19	73,54	3,90	1,84	0,34
II, D	12,74	5,39	76,40	0,15	1,84	0,34
II, DZ	8,86	1,28	78,90	1,18	2,51	0,45
III, N	12,45	5,01	63,31	8,25	2,61	0,48
III, D	13,55	5,45	68,89	0,15	2,61	0,48
III, DZ	9,66	1,24	71,82	0,62	3,34	0,61

Exemplul 3. Se procedează ca în exemplul 1, iar fracțiile obținute sunt extrase cu alcool etilic 80%, pentru separarea atât a grăsimilor, cât și a zeinei. Din extractul alcoolic, se recuperează, prin distilare, alcoolul utilizat, iar din amestecul apos rezultat, precipită un amestec de zeină și grăsime vegetală. Grăsimea este extrasă cu eter etilic sau eter de petrol, utilizând pâlnii de extracție sau extractoare industriale, iar zeina rămasă este filtrată, uscată și împachetată.

Revendicări

1. Procedeu de obținere a unor fracții farinice de înaltă calitate biologică sau industrială din porumb normal, cu compoziții chimice diferite, bogate fie în amidon și zeină, fie în proteine cu conținut ridicat de lizină și triptofan, **caracterizat prin aceea că** semințele de porumb normal sunt măcinate grosier, cernute cu site cu ochiuri de dimensiuni diferite, după care se continuă măcinarea fiecărei fracții farinice până la granulația dorită, se determină conținutul în amidon, triptofan, lizină, zeină și grăsime a fiecărei fracții farinice în vederea utilizării acestora fie în industrie, fie în hrănirea animalelor monogastrice, fracția cu granule dure fiind utilizată la producerea amidonului, alcoolului etilic sau a zeinei, iar fracția cu granulație fină fiind utilizată în hrana animalelor monogastrice sau la obținerea uleiului de porumb.

2. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** fracțiile farinice obținute sunt degresate cu eter etilic, acetat de etil sau eteri ai alcoolilor, pentru a le prelungi durata de depozitare și pentru extragerea ulterioară a zeinei, după degresare, fracția farinică bogată în amidon și zeină, ce provine din endospermul semințelor de porumb normal, este extrasă cu alcool etilic 80% (v/v), soluția alcoolică este evaporată, când zeina precipită, este filtrată, uscată și împachetată; degresarea fracției cu granulație fină conduce la obținerea uleiului de porumb după evaporarea eterului de extracție și a unei făini stabile cu conținut ridicat de proteină, lizină și triptofan.

3. Procedeu conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** fracția bogată în zeină este extrasă direct cu alcool etilic 80% (v/v), iar extractul, ce conține atât zeină, cât și grăsime, este evaporat pentru îndepărtarea alcoolului, când zeina și grăsimea precipită; amestecul este extras cu eter etilic pentru îndepărtarea și recuperarea grăsimii de porumb, iar amestecul de zeină și apă este în continuare filtrat pentru separarea zeinei; zeina din filtrat este uscată și împachetată.

