



MD 961 Z 2016.05.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **961** (13) **Z**
(51) Int.Cl: *C08B 37/00* (2006.01)
C08B 37/18 (2006.01)
A23L 1/09 (2006.01)

**(12) BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

(21) Nr. depozit: s 2015 0003 (22) Data depozit: 2012.04.12 (31) Nr.: 2011114593 (32) Data: 2011.04.13 (33) Țara: RU	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2015.10.31, BOPI nr. 10/2015 (86) PCT/RU2012/000280, 2012.04.12 (87) WO 2012/141617 A1, 2012.10.18
(71) Solicitanți: ARTEMYEV Vladimir Dmitrievich, RU; VASILIEVA Yulia Pavlovna, RU (72) Inventatori: ARTEMYEV Vladimir Dmitrievich, RU; VASILIEVA Yulia Pavlovna, RU (73) Titulari: ARTEMYEV Vladimir Dmitrievich, RU; VASILIEVA Yulia Pavlovna, RU (74) Mandatar autorizat: SOKOLOVA Sofia	

(54) Procedeu de obținere a inulinei și a altor produse cu conținut de fructan din topinambur**(57) Rezumat:**

1

Invenția se referă la nanotehnologia de obținere a substanțelor biologic active, și anume la un procedeu de obținere a soluției cu conținut de inulină din topinambur și la procedee de obținere a inulinei, a siropului de fructoză-glucoză și a fructooligozaharidelor pe baza acesteia.

Procedeul de obținere a soluției cu conținut de inulină din topinambur include spălarea tuberculilor de topinambur, tăierea în felii în formă de chipsuri, uscarea și mărunțirea acestora, amestecarea cu apă cu obținerea unei suspensii. Apoi se extrag fructozanii din suspensie, după care prin filtrare se separă pulpa, iar soluția obținută se limpește și se concentrează până la un conținut de substanțe

2

uscate de 42...45%. Procedeul de obținere a inulinei prevede filtrarea soluției concentrate cu conținut de inulină prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da și se separă soluția cu conținut de inulină, cu masa moleculară de 5000...6000 Da, care ulterior se cristalizează. Din soluțiile cu conținut de fructooligozaharide cu masa moleculară mai mică de 5000 Da și mai mare de 6000 Da se obțin fructooligozaharide. De asemenea din soluția concentrată cu conținut de inulină prin hidroliză și evaporare se obține sirop de fructoză-glucoză.

Revendicări: 4

MD 961 Z 2016.05.31

(54) Method for producing inulin and other fructan-containing products from Jerusalem artichoke

(57) Abstract:

1

The invention relates to nanotechnology for the production of biologically active substances, namely a method for production of an inulin-containing solution from Jerusalem artichoke and to methods for producing inulin, fructose-glucose syrup and fructo-oligosaccharides on base thereof.

The method for production of an inulin-containing solution from Jerusalem artichoke comprises washing the Jerusalem artichoke tubers, cutting into chip-shaped slices, drying and grinding thereof, mixing with water to produce a suspension. Then fructosans are extracted from the suspension, after which the pulp is separated by filtration, and the resulting solution is clarified and boiled-down to a content of drying substances of 42...45%. The

2

method for producing inulin provides filtering the boiled-down inulin-containing solution through nanofilters with a retention threshold of 5000 Da, then the resulting filtrate is filtered through nanofilters with a retention threshold of 6000 Da and is separated the inulin-containing solution with a molecular mass of 5000...6000 Da, which subsequently is crystallized. The solutions containing fructo-oligosaccharides with a molecular mass of less than 5000 and more than 6000 Da are used to produce fructo-oligosaccharides. A fructose-glucose syrup is also produced from the boiled-down inulin-containing solution by hydrolysis and evaporation.

Claims: 4

(54) Способ получения инулина и других фруктаносодержащих продуктов из топинамбура

(57) Реферат:

1

Изобретение относится к нанотехнологии получения биологически активных веществ, а именно к способу получения инулинсодержащего раствора из топинамбура, а также к способам получения инулина, фруктозно-глюкозного сиропа и фруктоолигосахаридов на его основе.

Способ получения инулинсодержащего раствора из топинамбура включает мойку клубней топинамбура, резку на пластины в виде чипсов, их сушку и измельчение, смешивание с водой с получением суспензии. Затем экстрагируют фруктозаны из суспензии, после чего путем фильтрации отделяется мезга, а полученный раствор осветляется и концентрируется до содержания сухих веществ 42...45%. Способ получения инулина предус-

2

матривает фильтрацию концентрированного инулинсодержащего раствора через нанофильтры с порогом задержания 5000 Да, затем полученный фильтрат фильтруется через нанофильтры с порогом задержания 6000 Да и отделяется инулинсодержащий раствор с молекулярной массой 5000...6000 Да, который в последствии кристаллизуется. Из растворов, содержащих фруктоолигосахариды с молекулярной массой менее 5000 и более 6000 Да получают фруктоолигосахариды. Также из концентрированного инулинсодержащего раствора гидролизом и упариванием получают фруктозно-глюкозный сироп.

П. формулы: 4

Descriere:

Invenția se referă la nanotehnologia de obținere a substanțelor biologice active, și anume la un procedeu de obținere a soluției cu conținut de inulină din topinambur și la procedee de obținere a inulinei, a siropului de fructoză-glucoză și a fructooligozaharidelor pe baza acesteia.

Invenția poate fi utilizată pentru producerea aditivilor alimentari biologici activi, a preparatelor farmaceutice pe bază de inulină și fructooligozaharide în calitate de componente ale produselor alimentare funcționale, precum și pentru utilizarea în agricultură ca aditivi pentru hrana animalelor.

Inulina este un hidrat de carbon din grupul polizaharidelor care se întâlnește ca produs alternativ în tuberculii și rădăcinile plantelor din familia compozeelor (Asteraceae). Se cunosc mai mult de 36 mii de diferite plante în care se găsește fibra vegetală inulina. Cea mai mare cantitate de inulină se conține în cicoarea comună (*Cichorium intyilis* L.) și topinambur (*Helianthus tuberosus*), denumit și „para pământului”. Cantitatea de inulină în tuberculii de topinambur ajunge până la 10...12%. Molecula de inulină este un lanț din 30...36 reziduuri ale fructozei sub formă furanozică (BSE, Ed. 3-a, M, «Советская энциклопедия», v. 10, 1972, p. 344). Masa moleculară a inulinei este de 5000...6000 Da (Dalton - unitate de măsură a compușilor macromoleculari, cum ar fi proteinele, acizii humici). Inulina este un polifructozan care poate fi obținut sub forma unei pulberi amorfe și sub formă de cristale, ușor solubil în apă fierbinte și greu solubil în apă rece. În afară de inulină, în tuberculi se conțin și alți fructozani cu grad de polimerizare $G_p > 2$, care se numesc oligozaharide.

Este cunoscut un procedeu de obținere a inulinei din tuberculi de topinambur, care include cristalizarea și uscarea acesteia. În procedeul cunoscut, din tuberculii de topinambur, mărunțiți prin intermediul separării fizico-mecanice a substanțelor solubile în apă de cele fibroase insolubile în apă, se obține un suc din care, prin încălzirea până la temperatura de 80...85° C timp de 1...3 min și filtrare, sunt eliminate substanțele proteice și cele colorate. Totodată, separarea substanțelor solubile de substanțele fibroase insolubile în apă din tuberculi este efectuată cel mult peste 5...10 min după mărunțirea lor. După aceasta, filtratul sucului se purifică de substanțele macromoleculare naturale inulinice cu masa moleculară mai mare de 6500 Da și de substanțele coloido-dispersionale cu ajutorul ultrafiltrării prin fibre cave. Concentratul obținut se diluează cu apă și se supune diafiltrării. Permeatul obținut după ultrafiltrare și permeatul obținut după diafiltrare se combină și se efectuează nanofiltrarea cu trecerea soluției combinate printr-o membrană semipermeabilă cu pragul de retenție de 4500 Da. Totodată, în acest concentrat se acumulează inulină, iar impuritățile cu masa moleculară mică și cele anorganice trec în ultrafiltrat. Soluția cu conținut de inulină este limpezită prin adăugarea cărbunelui activat care contactează cu soluția la temperatura de 50...60° C timp de 30...40 min. După aceasta, cărbunele este separat prin centrifugare. Soluția limpezită se concentrează prin evaporare, iar din soluția concentrată, la temperatura de 4° C, se cristalizează inulina [1].

În procedeul cunoscut inulina se obține din suc din materia primă proaspăt recoltată (topinambur), dar acest procedeu nu permite de a obține inulină chimic pură, cu masa moleculară de 5000...6000 Da, utilizabilă în farmaceutică și medicină.

Este cunoscut un procedeu de obținere a unei soluții cu conținut de inulină, conform căruia, tuberculii de topinambur se spală într-un rezervor cu apă, se inspectează și se taie în felii, care apoi se usucă. Feliile uscate sunt măcinate în făină până la finețea de măcinare de 50...60 microni. Făina de topinambur se amestecă cu apă caldă la o temperatură de 50...60° C până la obținerea unei consistențe omogene, fără cocoloașe. Apoi, suspensia obținută cu raportul cantitativ al componentelor de 1:4 se încălzește până la 80...85° C și se menține în proces de malaxare timp de 1,0...1,5 ore pentru extracția fructozanilor. După aceasta, suspensia se răcește până la temperatura de 50° C și faza solidă (șrotul) se separă de faza lichidă printr-o pânză de filtru sau prin centrifugare. Filtratul se purifică de substanțele colorante prin intermediul cărbunelui activat în amestec cu perlit, în raport de 1:1. Prelucrarea este efectuată la temperatura de 50...60° C timp de 0,5...1,0 ore. Cărbunele și perlitul utilizat se separă cu ajutorul filtrării printr-o pânză. Pentru a spori calitatea soluției cu conținut de inulină, filtratul se purifică de impuritățile anorganice și de inulide cu masa moleculară mai mică de 4000 Da prin nanofiltrare, cu ajutorul unei membrane semipermeabile cu pragul de retenție a

particulelor de peste 4000 Da. Totodată, faza trecută prin membrană – permeatul, conține impurități cu masă moleculară mică, iar în faza întârziată – concentratul, se acumulează inulină și inulide. Soluția cu conținut de inulină astfel pregătită se folosește ulterior pentru a obține, prin tehnologiile cunoscute, inulină și sirop de fructoză-glucoză [2].

5 Conform procedurii descris, se prezintă exemple de obținere a soluției cu conținut de inulină atât pe bază de suc cu o consistență păstoasă, obținut prin mărunțirea tuberculilor de topinambur proaspăt recoltați, cât și pe baza unei suspensii apoase preparate din făină de topinambur. Totuși, conform procedurii cunoscut, după limpezirea soluției care conține
10 inulină o mare dificultate prezintă separarea din aceasta a cărbunelui activat, deoarece particulele de cărbune trec prin pânda de filtru și nimeresc în filtrat. Soluția este puternic colorată, ceea ce afectează culoarea produsului finit, deci și calitatea inulinei obținute din soluția cu conținut de inulină. În afară de aceasta, din soluția cu conținut de inulină, obținută prin procedeul cunoscut, este imposibil de a obține o inulină chimic pură, cu masa moleculară de 5000...6000 Da, pentru utilizarea acesteia în farmaceutică și medicină, deoarece
15 nanofiltrarea se efectuează cu ajutorul membranelor polimerice semipermeabile, care sunt limitate de temperatură și au un potențial de utilizare scăzut, de circa 1 an, din cauza că sunt supuse degradării chimice prin hidroliză, oxidare și acțiune microbiană.

Mai este cunoscut un procedeu de obținere a inulinei și a altor produse cu conținut de inulină din topinambur. Conform procedurii cunoscut, tuberculii de topinambur se spală într-un rezervor cu apă, se inspectează și se taie în felii, după care feliile se usucă. Feliile uscate se
20 macină până la finețea de măcinare de 50...60 microni. Făina de topinambur se amestecă cu apă fierbinte de 50° C până ce se obține o consistență omogenă, fără cocloașe. Suspensia preparată, cu un raport al componentelor de 1:4, se încălzește până la temperatura de 80...85° C, se ține în proces de malaxare 1,0...4,5 ore pentru a extrage fructozanele. După aceasta, suspensia se răcește până la temperatura de 50° C și faza solidă (șrotul) se separă de faza lichidă printr-o pânda de filtru sau prin centrifugare. Filtratul se curăță de substanțele colorante cu ajutorul cărbunelui activat în amestec cu perlitul în raport de 1:1. Cărbunele și perlitul
25 utilizat se separă, de asemenea, prin filtrare printr-o pânda de filtru, apoi se efectuează nanofiltrarea soluției obținute care, pentru eliminarea inulinei macromoleculare, este trecută printr-o membrană semipermeabilă polimerică cu pragul de retenție a particulelor mai mare de 4000 Da. Din concentratul cu conținut de inulină macromoleculară aceasta se izolează în procesul de cristalizare ulterioară, iar pentru obținerea fructozanilor se utilizează reziduurile nereciclabile, în particular permeatul de după nanofiltrare, soluția de fructozani, obținută prin intermediul unei extracții suplimentare din șrot, cu hidromodulul de 1:1, și soluția-mamă.
30 Soluțiile se combină și se limpezesc cu cărbune activat, adăugat la soluția combinată, cu încălzirea ulterioară a acesteia până la temperatura de 50° C și menținerea timp de 1 oră cu malaxare periodică. După ce procesul de limpezire ia sfârșit, se efectuează filtrarea în vid, trecând soluția limpezită printr-o pânda cu un strat adjuvant de perlit. Soluția limpezită de fructozani se concentrează prin evaporare în vid la presiunea remanentă de 120 mm Hg și temperatura de 60° C, apoi se usucă într-un uscător cu pulverizator, obținându-se o pulbere cu dispersie fină de fructozani (conținutul de fructozani constituie cel puțin 85%) [3].

Procedeu cunoscut de obținere a inulinei și a altor produse ce conțin fructan din topinambur are o serie de dezavantaje. La spălarea tuberculilor în rezervorul cu apă, din cauza configurației glomerulare complicate a tuberculilor de topinambur, pe ei rămâne o parte de sol, care nimereste apoi în linia tehnologică de producere, astfel se poate conține și în produsul finit, reducând calitatea acestuia. Taierea tuberculilor de topinambur se face în felii mari și, deoarece tuberculii conțin o cantitate mare de substanțe zaharoase (inclusiv inulină), uscarea lor devine foarte dificilă pentru că feliile se lipesc între ele necesitând amestecare permanentă, totodată echipamentele se complică, crește consumul de energie. În afară de aceasta, feliile
50 mari se înnegresc din cauza oxidării, ceea ce impune mai mult efort pentru limpezirea producției finite. Randamentul mic de extracție a inulinei în soluție este determinat de faptul că mărunțirea produsului se efectuează cu o finețea de măcinare de 50...60 microni. Prepararea suspensiei începe în regim de temperatură scăzută de 50...60° C, iar pentru executarea extracției se efectuează încălzirea forțată până la 80...85° C. Totodată însă, durata de extracție se reduce, ceea ce este insuficient pentru izolarea maximă a fructozanilor în soluție. La filtrarea suspensiei prin filtre textile, soluția nu este suficient de pură pentru obținerea inulinei, deoarece este posibilă pătrunderea în soluție a particulelor mici de pulpă, filtrele se înfundă și este necesară înlocuirea lor permanentă, ceea ce influențează și complexitatea procesului. În plus, după limpezirea soluției cu conținut de inulină cu cărbune activat, care este separat de

soluție prin pânză de filtru, în filtrat pătrund particule fine de cărbune activat și soluția rămâne de culoare neagră. Din această cauză, procesul ulterior de purificare a unei astfel de soluții cu conținut de inulină de impurități anorganice, realizat prin nanofiltrare, este inefficient. În afară de aceasta, utilizarea membranelor polimerice semipermeabile în procesul de nanofiltrare nu

5 oferă posibilitatea de a obține inulină chimic pură pentru uz medical și farmaceutic. În procedeul cunoscut, la obținerea fructozanilor conținutul acestora în produsul finit (pulbere) este limitat la cel puțin 85%, deoarece soluția, transferată la uscare imediat după executarea procesului de concentrare prin evaporare, se caracterizează printr-un conținut de substanțe

10 solide de 25...30%. Scopul invenției revendicate este de a obține inulină cu nanoproprietăți și de a ameliora componența calitativă și cantitativă a produselor cu conținut de fructan.

Problema tehnică este soluționată prin aceea că se propune un procedeu de obținere a soluției cu conținut de inulină din topinambur, care include spălarea tuberculilor de topinambur prin barbotare și amestecare periodică, cu menținerea în apă în decurs de 2,5...3 ore, și

15 spălarea ulterioară într-o instalație de spălare, tăierea tuberculilor în felii în formă de chipsuri cu grosimea de 1,0...1,5 mm, uscarea acestora, mărunțirea până la dimensiuni de 20...30 micrometri, amestecarea treptată într-un reactor cu manta de abur a produsului măcinat cu apă la temperatura de 85...90° C în raport de 1:(5...6) respectiv cu obținerea unei suspensii. Apoi timp de 1,5...2 ore se efectuează extracția fructozanilor, după care prin filtrare pe centrifuge în

20 flux continuu din suspensie se separă pulpa, iar soluția obținută se limpezește prin filtrarea acesteia printr-un filtru cilindric cu un strat de perlit și se concentrează prin evaporare la temperatura de 60...70°C și presiunea reziduală de 120...150 mm Hg, până la un conținut de substanțe uscate de 42...45%.

Totodată, procedeul de obținere a inulinei din soluția cu conținut de inulină menționat include filtrarea acesteia prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da, se separă soluția cu conținut de

25 inulină cu masa moleculară de 5000 ...6000 Da, care se transferă prin instalația de răcire la cristalizare, proces care se efectuează timp de 16...18 ore la temperatura de 2...3°C; cristalele de inulină precipitate se amestecă cu soluția inițială cu conținut de inulină și se usucă într-o instalație de uscare cu pulverizator.

30

Se mai propune un procedeu de obținere a siropului de fructoză-glucoză din soluția cu conținut de inulină, care include hidroliza acesteia cu acid organic sau mineral la un pH de 1,5...2,0 și temperatura de 60...70° C, apoi hidrolizatul se concentrează prin evaporare până la un conținut de 55% de substanțe uscate, se filtrează printr-un strat de perlit pe un filtru

35 cilindric cu vid, după care soluția obținută limpezită se concentrează prin evaporare până la un conținut de substanțe uscate de cel puțin 70%.

Mai este propus și un procedeu de obținere a fructooligozaharidelor din soluția cu conținut de inulină, care include filtrarea acesteia prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, cu separarea soluției de fructooligozaharide micromoleculare cu masa moleculară de până la 5000

40 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da cu separarea soluției de fructooligozaharide macromoleculare cu masa moleculară mai mare de 6000 Da, unificarea ambelor soluții de fructooligozaharide și debitarea printr-o instalație de răcire la cristalizare, care se efectuează timp de 16...18 ore la temperatura de 2...3°C; cristalele de fructooligozaharide precipitate se amestecă cu soluția inițială cu conținut de

45 inulină și se usucă într-o instalație de uscare cu pulverizator.

Soluțiile tehnice revendicate asigură calitatea produselor obținute prin efectuarea următoarelor acțiuni. În primul rând, spălarea tuberculilor aduși din câmp este realizată mai minuțios, pentru a evita pătrunderea în linia tehnologică a particulelor de sol împreună cu tuberculii: aceștia sunt plasați mai întâi într-un rezervor cu apă barbotată, unde sunt menținuți,

50 fiind amestecați periodic, timp de 2,5...3 ore. În al doilea rând, este prevenită oxidarea și înnegrirea tuberculilor tăiați în procesul de uscare a lor datorită faptului că aceștia sunt tăiați în felii de cel mult 1,5 mm. În al treilea rând, datorită mărunțirii mai fine a felioarelor uscate, cu o finețe a măcinării de 20...30 micrometri, se asigură o înaltă dispersie a făinii de topinambur din care se prepară suspensia apoasă pentru extracția fructozanilor. Limpezirea soluției separate de

55 pulpă se efectuează pe un filtru cilindric cu un strat adjuvant de perlit.

Procedeul se realizează în modul următor. Tuberculii de topinambur se spală mai întâi într-un rezervor cu apă barbotată, fiind amestecați periodic, se mențin timp de 2,5...3 ore pentru a separa solul prins de ei, apoi se introduc în instalația de spălare. Tuberculii spălați se transferă

pentru inspectare și îndepărtarea deșeurilor și pentru reciclarea lor. După aceasta, tuberculii selectați se taie în felii în formă de chipsuri cu o grosime de 1,0...1,5 mm, apoi se usucă într-un uscător de centură. Feliile uscate de topinambur se mărunțesc în formă de făină cu finețea de măcinare de 20...30 microni. Produsul măcinat este ambalat în saci kraft care se păstrează în depozit într-un loc uscat și răcoros.

Soluția cu conținut de inulină se prepară într-un reactor cu manta de abur, în care făina de topinambur este amestecată cu apă fierbinte la temperatura de 85...90° C, totodată apa este debitată treptat, până la obținerea unui hidromodul suspensional cu raportul dintre componente de 1:(5...6), din care timp de 1,5...2 ore sunt extrași fructozanii. La finalul procesului de extracție se obține o suspensie de o consistență uniformă. Această suspensie se debitează într-o centrifugă în flux continuu pentru a separa pulpa de soluția cu conținut de inulină. După aceasta, soluția cu conținut de inulină este supusă unei purificări și limpeziri suplimentare. Totodată, soluția este dirijată într-un filtru cilindric de vid cu o singură secțiune, constând dintr-un tambur rotativ cu o viteză de rotație de cel mult 8 rot./min, pe care este întinsă pânza de filtru acoperită cu un strat de perlit. Precipitatul particulelor de suspensie rămâne pe suprafața perlitului și este îndepărtat în mod continuu de către niște raclete. Soluția limpezită este pompată într-o instalație cu malaxor, o priză pentru golirea de fund și o manta de abur, unde este supusă concentrării prin evaporare în vid la temperatura de 60...70° C și presiunea reziduală de 120...150 mm Hg.

Pentru obținerea inulinei cu nanoproprietăți, utilizabilă în medicină și farmaceutică, soluția cu conținut de inulină concentrată prin evaporare este filtrată prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da și se separă soluția cu conținut de inulină cu masa moleculară de 5000 ...6000 Da. După aceasta, soluția cu conținut de inulină este debitată, printr-o instalație de răcire în flux continuu, într-un cristalizator echipat cu manta, în care soluția se răcește până la 2...3° C și se ține timp de 16...18 ore pentru precipitarea cristalelor de inulină. Cristalele precipitate se amestecă cu soluția-mamă și prin priza pentru golirea de fund a cristalizatorului este pompată în uscătorul cu pulverizator. După obținerea în uscător a produsului finit, inulina macromoleculară se cântărește și se ambalează.

Pentru a obține sirop de fructoză-glucoză, soluția cu conținut de inulină concentrată prin evaporare se supune hidrolizei cu acid organic sau mineral la un pH de 1,5...2,0 și temperatura de 60...70° C, apoi hidrolizatul se concentrează prin evaporare până la conținutul de 55% al substanțelor uscate, se filtrează printr-un strat de perlit pe un filtru cilindric cu vid, după care soluția obținută limpezită se concentrează prin evaporare până la un conținut de substanțe uscate de cel puțin 70%.

Pentru a obține fructooligozaharide (FOZ), soluția cu conținut de inulină concentrată se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, cu separarea soluției de fructooligozaharide micromoleculare cu masa moleculară de până la 5000 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da cu separarea soluției de fructooligozaharide macromoleculare cu masa moleculară mai mare de 6000 Da, unificarea ambelor soluții de fructooligozaharide și debitarea printr-o instalație de răcire la cristalizare, care se efectuează timp de 16...18 ore la temperatura de 2...3°C; cristalele de fructooligozaharide precipitate se amestecă cu soluția inițială cu conținut de inulină și se usucă într-o instalație de uscare cu pulverizator. Apoi, pulberea FOZ obținută se cântărește și se ambalează.

Exemple de realizare

Tuberculii de topinambur recoltați, în cantitate de 3200 kg, se încarcă într-un recipient cu apă barbotată, se țin amestecându-se periodic timp de 2,5 ore și apoi se plasează într-o instalație de spălare. După spălare și inspectare, cu îndepărtarea deșeurilor, tuberculii cu greutatea totală de 3000 kg se taie în felii (chipsuri) și se dirijează într-un uscător de centură, unde se usucă în câteva etape la temperatura aerului de la 120 până la 150° C, până umiditatea produsului uscat nu depășește 6%. Produsul uscat este mărunțit în formă de făină cu finețea măcinării de 20...30 microni. După uscare și măcinare se obțin 780 kg de făină de topinambur. Într-un reactor echipat cu malaxor și manta de abur se încarcă 100 kg de făină de topinambur și se efectuează alimentarea treptată cu apă cu temperatura de 85...90°C în cantitate de 500 l pentru a obține un hidromodul suspensional cu un raport al componentelor de 1:5. Fiind amestecată în mod constant, se obține o suspensie omogenă. Timp de 1,5 ore în hidromodulul suspensional are loc extragerea fructozanilor. După finalizarea extracției, suspensia este

debitată într-o centrifugă, unde are loc separarea materialelor solide în suspensie de soluția cu conținut de inulină și fructooligozaharide. La ieșire se obțin 470,5 l de soluție cu conținut de inulină în care se atestă fructooligozaharide și 125,3 kg de pulpă. Pulpă este expediată la prelucrare, iar soluția, având o temperatură de 50...60° C, se supune limpezirii și purificării suplimentare. Limpezirea și purificarea suplimentară a soluției se efectuează pe un filtru cilindric de vid cu viteza de rotație a tamburului de 8 rot./min. Filtrul cilindric de vid utilizat este prevăzut cu un tambur cu un strat adjuvant de perlit cu grosimea de 60 mm și cu raclete cu mișcare transversală de 0,2...0,8 mm. Filtratul în cantitate de 435,0 l și cu conținutul de substanțe solide de 14,2% se debitează în instalația de evaporare de vid МЗС-320 (ВНИИ КП-2), în care la temperatura de 70° C și presiunea remanentă de 120...150 mm Hg soluția se concentrează prin evaporare până la un volum de 141,8 l. În volumul indicat conținutul de substanțe solide constituie 42...45%.

Pentru a izola inulină cu nanoproprietăți, soluția concentrată prin evaporare cu volumul de 141,8 l este transferată la nanofiltrarea dinamică prin membrane ceramice. După interacțiunea cu nanofiltrele ceramice, mai întâi se separă soluția cu conținut de fructozani micromoleculari, având masa moleculară mai mică de 5000 Da. Apoi restul soluției se transmite din nou la nanofiltrarea dinamică cu membrană, în procesul căreia se separă soluția care conține fructooligozaharide cu masa moleculară mai mare de 6000 Da. În urma nanofiltrării se obține o soluție de inulină cu masa moleculară de până la 6000 Da. Volumul soluției de inulină, separată în procesul de nanofiltrare, este de 42,5 l, iar inulina care se conține în ea are masa moleculară de 5000...6000 Da și lungimea catenei de 1,48 nm. Această soluție se transferă prin instalația de răcire în flux continuu într-un cristalizator echipat cu o manta de apă și o priză pentru golirea de fund. Apa se debitează în mantaua reactorului cu temperatura de 2...3° C. Cristalizarea se realizează timp de 16...18 ore. Apoi, cristalele de inulină precipitate se amestecă cu ajutorul malaxorului cu soluția-mamă și se trece în uscător cu pulverizator. După uscare, se obține o cantitate de 9,21 kg de pulbere de inulină macromoleculară, cu masa moleculară de 5000...6000 Da și lungimea catenei de 1,48 nm, utilizabilă în medicină și farmaceutică. Produsul de calitate bună constituie 48,6%.

Soluția cu conținut de fructooligozaharide cu masa moleculară mai mare de 6000 Da și soluția cu conținut de fructooligozaharide micromoleculare, cu masa moleculară mai mică de 5000 Da, izolate prin nanofiltrarea soluției cu conținut de inulină concentrate prin evaporare cu volumul de 141,8 l se combină, apoi se răcesc în instalația de răcire în flux continuu și se debitează în cristalizatorul în care se mențin la temperatura de 2...3° C timp de 16...18 ore. După precipitarea cristalelor de fructooligozaharide, acestea se amestecă cu soluția-mamă cu ajutorul malaxorului și se usucă într-un uscător cu pulverizator. Produsul finit constituie fructooligozaharide (FOZ) cristaline în cantitate de 30,7 kg, utilizabile în industria alimentară. Produsul de calitate bună constituie 92%, gradul de polimerizare >2.

Pentru a obține sirop de fructoză-glucoză (SFG) întregul volum al soluției cu conținut de inulină concentrate prin evaporare în cantitate de 141,8 l se trece în reactor pentru hidroliză. Volumul reactorului, echipat cu malaxor, priză pentru golirea de fund și manta de încălzire, constituie 1,6 m³. Hidroliza inulinei și a fructooligozaharidelor se efectuează la pH 1,5...2,0, nivelul acestuia stabilindu-se cu acid citric la temperatura de 60...70° C. Pe măsura acumulării monozaharidelor și oligofructozanilor în soluție, hidroliza este finalizată. După aceasta, soluția obținută, în volum de 141,0 l, se concentrează prin evaporare până la indicele conținutului de substanțe solide de 55%. În continuare, soluția cu conținut de zaharuri obținută, în cantitate de 102,6 l, se limpește pe un filtru cilindric de vid printr-un strat adjuvant de perlit. Soluția limpezită, în cantitate de circa 98 l, se concentrează prin evaporare (fierbere) într-o instalație de evaporare de vid până ce, după evaporare, indicele conținutului de particule solide în sirop ajunge la cel puțin 70%. Apoi siropul finit, cu cota-parte a masei de fructoză și glucoză de cel puțin 70%, pH 7,5...8,5, claritatea de 1...2 cm, este ambalat. Produsul este utilizabil în industria alimentară și a produselor alimentare funcționale.

Prin realizarea invenției se ameliorează calitatea și cantitatea extracției produselor finite, totodată scad de 2,5...3 ori cheltuielile de energie și complexitatea proceselor. Pulberea finită de inulină, obținută prin invenția revendicată, are caracteristicile inulinei chimic pure, ceea ce permite utilizarea acesteia atât în medicină, în special în industria farmaceutică, cât și la prepararea hranei pentru animale și păsări.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. RU 20148588 C1 2000.05.10
2. RU 22281291 C2 2006.08.10
3. RU 2009111945 A 2010.10.10

(57) Revendicări:

1. Procedeu de obținere a soluției cu conținut de inulină din topinambur, care include spălarea tuberculilor de topinambur prin barbotare și amestecare periodică, cu menținerea în apă în decurs de 2,5...3 ore și spălarea ulterioară într-o instalație de spălare, tăierea tuberculilor în felii în formă de chipsuri cu grosimea de 1,0...1,5 mm, uscarea acestora, mărunțirea până la dimensiuni de 20...30 microni, amestecarea treptată într-un reactor cu manta de abur a produsului măcinat cu apă la temperatura de 85...90° C în raport de 1:(5...6) respectiv cu obținerea unei suspensii, apoi timp de 1,5...2 ore se efectuează extracția fructozanilor, după care prin filtrare pe centrifuge în flux continuu din suspensie se separă pulpa, iar soluția obținută se limpezește prin filtrarea acesteia printr-un filtru cilindric cu un strat de perlit și se concentrează prin evaporare la temperatura de 60...70°C și presiunea reziduală de 120...150 mm Hg, până la un conținut de substanțe uscate de 42...45%.

2. Procedeu de obținere a inulinei, care include obținerea soluției cu conținut de inulină conform procedurii definite în revendicarea 1, filtrarea acesteia prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da și se separă soluția cu conținut de inulină cu masa moleculară de 5000 ...6000 Da, care se transferă prin instalația de răcire la cristalizare, care se efectuează timp de 16...18 ore la temperatura de 2...3°C; cristalele de inulină precipitate se amestecă cu soluția inițială cu conținut de inulină și se usucă într-o instalație de uscare cu pulverizator.

3. Procedeu de obținere a siropului de fructoză-glucoză, care include obținerea soluției cu conținut de inulină conform procedurii definite în revendicarea 1, hidroliza acesteia cu acid organic sau mineral la un pH de 1,5...2,0 și temperatura de 60...70° C, apoi hidrolizatul se concentrează prin evaporare până la conținutul de 55% al substanțelor uscate, se filtrează printr-un strat de perlit pe un filtru cilindric cu vid, după care soluția obținută limpezită se concentrează prin evaporare până la un conținut de substanțe uscate de cel puțin 70%.

4. Procedeu de obținere a fructooligozaharidelor, care include obținerea soluției cu conținut de inulină conform procedurii definite în revendicarea 1, filtrarea acesteia prin nanofiltre cu pragul de retenție de 5000 Da, cu separarea soluției de fructooligozaharide micromoleculare cu masa moleculară de până la 5000 Da, apoi filtratul obținut se filtrează prin nanofiltre cu pragul de retenție de 6000 Da cu separarea soluției de fructooligozaharide macromoleculare cu masa moleculară mai mare de 6000 Da, unificarea ambelor soluții de fructooligozaharide și debitarea printr-o instalație de răcire la cristalizare, care se efectuează timp de 16...18 ore la temperatura de 2...3°C; cristalele de fructooligozaharide precipitate se amestecă cu soluția inițială cu conținut de inulină și se usucă într-o instalație de uscare cu pulverizator.

Șef Direcție Brevete:

GUȘAN Ala

Șef Secție Examinare:

LEVIȚCHI Svetlana

Examinator:

COLESNIC Inesa

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii

(21) Nr. depozit: s 2015 0003 (32) Data de prioritate recunoscută: 2011.04.13
 (22) Data depozit: 2012.04.12 Raport de documentare internațională: ☐ da
 (67)* Nr. și data transformării cererii: a 2013 0067, 2015.01.21
 (71) Solicitant: **ARTEMYEV Vladimir Dmitrievich, RU; VASILIEVA Yulia Pavlovna, RU**
 (54) **Titlul: Procedeu de obținere a inulinei și a altor produse cu conținut de fructan din topinambur**

II. Clasificarea obiectului invenției:

(51) **Int.Cl: C08B 37/00** (2006.01)
C08B 37/18 (2006.01)

III. Colecții și Baze de date de brevete cercetate (denumirea, termeni caracteristici, ecuații de căutare reprezentative)

MD - Intern « Documentare Invenții » (inclusiv cereri nepublicate; trunchiere automată stanga/dreapta):

C08B 37/00

C08B 37/18

Inulină, topinambur, fructan, fructooligozaharide

EA, (Eapatis):

C08B 37/00

C08B 37/18

Инулин, фруктан, топинамбур, фруктоолигосахариды

IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate

V. Documente considerate a fi relevante

Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A, D	RU 20148588 C1 2000.05.10	1-3
A, D	RU 22281291 C2 2006.08.10	1-3
A, C	RU 2009111945 A 2010.10.10	1-3
&	MD20130067 A2 2013.12.31	1-3
&	RU 2011114593 A 2013.10.20	1-3
A	MD 456 Y 2011.12.31	1-3
A	MD 4169 B1 2012.05.31	1-3
A	RU 2066965 C1 1996.09.27	1-3
A	US 20100119651 A1 2010.05.13	1-3

A	CN 101081874 A 2007.12.05	1-3
A	WO 2008068572 A2 2008.06.02	1-3
A	WO 0011967 A1 2000.03.09	1-3
A	EP 0787745 A2 1997.08.06	1-3
* categoriile speciale ale documentelor citate:		
A – document care definește stadiul anterior general	T – document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria pe care se bazează invenția	
X – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă când documentul este luat în considerație de unul singur	E – document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta dată	
Y – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe documente de aceeași categorie	D – document menționat în descrierea cererii de brevet	
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expoziție sau la orice alte mijloace de divulgare	C – document considerat ca cea mai apropiată soluție	
	& – document, care face parte din aceeași familie de brevete	
P - document publicat înainte de data de depozit, dar după data priorității invocate	L – document citat cu alte scopuri	
Data finalizării documentării	2015.04.23	
Examinator	COLESNIC Inesa	