



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C08B 37/18 (2021.08)

(21)(22) Заявка: 2021117912, 16.06.2021

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
16.06.2021

Дата регистрации:
31.01.2022

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 16.06.2021

(45) Опубликовано: 31.01.2022 Бюл. № 4

Адрес для переписки:

394018, г. Воронеж, Университетская пл., 1,
ФГБОУ ВО "ВГУ", ОЗИС

(72) Автор(ы):

Дьякова Нина Алексеевна (RU),
Сливкин Алексей Иванович (RU),
Селиванова Юлия Александровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Воронежский государственный
университет" (ФГБОУ ВО "ВГУ") (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: RU 2712554 C1, 30.01.2020. RU
2712094 C1, 24.01.2020. RU 2360927 C1,
10.07.2009. EP 824109 B1, 12.03.2003. CN
104744611 A, 01.07.2015.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ИНУЛИНА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано для получения инулина из корней лопуха большого. Способ получения инулина из растительного сырья включает троекратное экстрагирование очищенной водой, нагретой до температуры кипения при соотношении сырье : 1 порция воды 1 г : 20 мл, из измельченного растительного сырья до линейного размера 0,2-0,5 мм, выдерживание колбы с сырьем и экстрагентом в ультразвуковой ванне с частотой 25 кГц при температуре 80°C в течение 40 минут. При этом соотношение сырье : экстрагент составляет 1 г : 20 мл. Проводят отделение растительного материала путем фильтрации; осаждение водорастворимых полисахаридов троекратным по отношению к водному извлечению количеством этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа; фильтрование осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом. Очищают инулин от примесей путем растворения полученного после стадии фильтрации под вакуумом осадка в нагретой воде

очищенной, добавляют к нему 50% раствор кальция хлорида и мелкодисперсный порошок алюминия оксида, затем выдерживают и фильтруют под вакуумом, пропускают полученный фильтрат последовательно через ионообменные колонки с анионитом в гидроксильной форме АВ-17-8 и катионитом в водородной форме КУ-2-8 с учетом емкости ионообменных смол до рН элюата 6,5-7,5. После чего проводят осаждение инулина добавлением вновь к элюату троекратного количества этанола по отношению к водному раствору при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа, фильтрацию осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом при остаточном давлении 0,3-0,7 атм, промывание осадка на фильтре, проводимое последовательно раствором этилового спирта в очищенной воде, взятых в объемном соотношении 3:1, при соотношении сырье : раствор 1 г : 15 мл, и смесью этилацетата и этилового спирта, взятых в объемном соотношении 1:1, при соотношении

сырье : раствор 1 г : 10 мл. Высушивают фильтр с осадком при температуре от 100 до 105°C до постоянной массы. Причем инулин извлекают из корней лопуха большого. На всех стадиях получения инулина используют этанол в концентрации 96%. При этом полученный после стадии фильтрации под вакуумом осадок растворяют в нагретой до 90°C воде очищенной, добавляют 50% раствор кальция хлорида из расчета 10 капель на 1 г изначально взятого растительного сырья, а масса мелкодисперсного порошка алюминия оксида составляет 0,7 г, время выдерживания равно 40 мин. Очистку инулина от примесей ведут путем растворения

полученного после стадии фильтрации под вакуумом осадка в нагретой воде очищенной проводят при соотношении сырье : вода 1 г : 12 мл. Пропускают полученный фильтрат последовательно через ионообменные колонки с анионитом и катионитом до степени чистоты инулина, равной 98,5%. Изобретение направлено на извлечение очищенного инулина из корней лопуха большого с достижением степени чистоты, равной 98,5±0,5%, при выходе целевого продукта до 23,07% в пересчете на абсолютно сухое сырье в отсутствие использования опасных и токсичных веществ. 3 ил., 1 пр.

R U 2 7 6 5 5 0 3 C 1

R U 2 7 6 5 5 0 3 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C08B 37/18 (2021.08)

(21)(22) Application: **2021117912, 16.06.2021**

(24) Effective date for property rights:
16.06.2021

Registration date:
31.01.2022

Priority:

(22) Date of filing: **16.06.2021**

(45) Date of publication: **31.01.2022** Bull. № 4

Mail address:

**394018, g. Voronezh, Universitetskaya pl., 1,
FGBOU VO "VGU", OZIS**

(72) Inventor(s):

**Dyakova Nina Alekseevna (RU),
Slivkin Aleksej Ivanovich (RU),
Selivanova Yuliya Aleksandrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Voronezhskij gosudarstvennyj
universitet" (FGBOU VO "VGU") (RU)**

(54) **METHOD FOR OBTAINING INULIN FROM VEGETABLE RAW MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: inulin production.

SUBSTANCE: invention can be used to obtain inulin from burdock roots. The method of obtaining inulin from plant raw materials includes threefold extraction with purified water heated to the boiling point at the ratio of raw materials: 1 portion of water 1 g: 20 ml, from crushed plant materials to a linear size of 0.2-0.5 mm, keeping the flask with the raw material and extractant in an ultrasonic bath with a frequency of 25 kHz at a temperature of 80°C for 40 minutes. In this case, the ratio of raw materials: extractant is 1 g:20 ml. Separation of plant material is carried out by filtration; precipitation of water-soluble polysaccharides with a threefold amount of ethanol in relation to the water extraction with stirring, cooling in a freezer at a temperature of -18°C for 1 hour; filtering the precipitate through a pre-dried ashless paper filter under vacuum. Inulin is purified from impurities by dissolving the precipitate obtained after the vacuum filtration stage in heated purified water, add to it a 50% solution of calcium chloride and fine powder of aluminum oxide, then stand and filter under vacuum, pass the resulting filtrate sequentially through ion-exchange columns with anionite in hydroxyl form AV-17-8 and cation

exchanger in the hydrogen form KU-2-8, taking into account the capacity of ion-exchange resins to pH 6.5-7.5 eluate. After that, precipitation of inulin is carried out by adding again to the eluate a threefold amount of ethanol in relation to the aqueous solution with stirring, cooling in a freezer at a temperature of -18 ° C for 1 hour, filtering the precipitate through a pre-dried ashless paper filter under vacuum at a residual pressure of 0, 3-0.7 atm, washing the precipitate on the filter, carried out sequentially with a solution of ethyl alcohol in purified water, taken in a volume ratio of 3: 1, with a raw material: solution of 1 g: 15 ml, and a mixture of ethyl acetate and ethyl alcohol, taken in volume ratio 1: 1, with a ratio of raw materials: solution 1 g: 10 ml. The filter with the sediment is dried at a temperature of 100 to 105°C to constant weight. Moreover, inulin is extracted from the roots of large burdock. At all stages of obtaining inulin, ethanol is used in a concentration of 96%, while the precipitate obtained after the stage of filtration under vacuum is dissolved in purified water heated to 90°C, a 50% solution of calcium chloride is added at the rate of 10 drops per 1 g of the initially taken plant material, and the mass of finely dispersed aluminum oxide powder is 0.7 g, the

holding time is 40 minutes. Purification of inulin from impurities is carried out by dissolving the precipitate obtained after the stage of filtration under vacuum in heated purified water at a ratio of raw materials: water of 1 g: 12 ml. The resulting filtrate is passed sequentially through ion-exchange columns with anion and cation exchangers until the purity of inulin is 98.5%.

EFFECT: invention is directed to the extraction of purified inulin from the roots of burdock with a purity level of 98.5 - 0.5%, with the yield of the target product up to 23.07% in terms of absolutely dry raw materials in the absence of the use of hazardous and toxic substances.

1 cl, 3 dwg, 1 ex

R U 2 7 6 5 5 0 3 C 1

R U 2 7 6 5 5 0 3 C 1

Изобретение относится к фармацевтике и медицинской промышленности, а именно к способу получения биологически активных веществ из лекарственного растительного сырья, и в частности может быть использовано для получения инулина из корней лопуха большого.

5 В медицинских и фармацевтических целях используются водные извлечения из корней лопуха обыкновенного, а фармакологический эффект обусловлен водорастворимыми соединениями, основу которых составляют водорастворимые полисахариды, представленные инулином (до 45%) [Куркин В.А. Фармакогнозия // Самара: СамГМУ, 2004. - 1239 с.].

10 Известен ряд способов получения инулина из клубней топинамбура [RU 2398779, A23L 1/214, 2009; RU 2148588, C08B 37/00, 1998]. Однако ни в одном из них не приводится выход инулина от содержания его в сырье и степень чистоты полученного продукта от сопутствующих веществ.

15 Недостатком известных способов является большое количество примесей в готовом продукте, что позволяет его считать техническим или сырым продуктом, не пригодным для использования в медицинских и пищевых целях.

Известен способ получения инулина из измельченных корней одуванчика лекарственного с помощью исчерпывающей экстракции [RU 2351166 C1, A23L 1/236, A61K 36/00, 2009 г.]. В качестве исходного сырья используют корни одуванчика 20 лекарственного, которые промывают, подсушивают и измельчают до размера частиц, проходящих сквозь сито с диаметром отверстий 2 мм, заливают водой и подвергают исчерпывающей экстракции в течение 3-5 суток. Полученный бесцветный раствор обрабатывают 96%-ным этиловым спиртом и осаждают инулин при температуре ниже минус 15°C.

25 Недостатком известного способа является длительность процесса, низкий выход целевого продукта и большое количество примесей в готовом продукте.

Известен способ получения инулина из сухих измельченных клубней топинамбура [RU 2131252, A61K 31/715, A61K 35/78, 1996], включающий получение водных извлечений из сухих измельченных клубней топинамбура смешиванием их с горячей водой в 30 соотношении 1:6, выдерживанием 12 часов для набухания при 70°C и извлечение экстрактивных веществ при 80°C, водное извлечение отделяют и еще трижды по 40 мин проводят извлечение водой в соотношении 1:4 с последующим объединением извлечений, затем их обрабатывают карбонатом кальция при 80°C в течение 60 мин, фильтруют, фильтрат упаривают, проводят кристаллизацию сырого инулина при 4°C в холодильнике 35 в течение 5 суток после добавления спирта 1:1, отделяют осадок инулина, растворяют его в горячей воде при 75°C, дополнительно проводят очистку с помощью анионита, оксида алюминия, карбоната кальция с дальнейшей очисткой с помощью катионита и анионита с последующей кристаллизацией и переосаждением из водно-спиртовой смеси 1:3 при 40°C по 24 ч в холодильнике, продукт сушат и измельчают.

40 Недостатком известного способа является низкий выход продукта (6,7-7%), большое количество технологических операций (более 30), длительность процесса (более 7 суток).

Известен способ получения инулина из цикория высокого и девясила, включающий подготовку инулинсодержащего сырья, его механическую чистку, промывание корней, корневищ, стеблей, их измельчение и перемешивание [RU 2619758 C1, C08B 37/18, 2017 45 г.]. Перемешанные и измельченные кусочки сырья дважды экстрагируют горячей водой при температуре 75°C в течение 2-3 суток при постоянном перемешивании. Полученный экстракт инулина обрабатывают 96%-ным этиловым спиртом в соотношении 1:1 по объему с последующим осаждением инулина при температуре минус 16°C.

Недостатком известного способа является длительность процесса, низкий выход целевого продукта и большое количество примесей в готовом продукте.

Известен способ получения инулина из клубней топинамбура путем неоднократного извлечения экстрактивных веществ из водного экстракта исходного сырья при нагревании его с отделением каждый раз водного извлечения и последующим объединением водных извлечений [RU 2485958 C1, A61K 31/715, A61K 36/28, B01D 11/02, 2013 г.]. Полученные извлечения подвергают очистке осаждением пектиновых веществ солью кальция, после чего экстракционную смесь фильтруют, фильтрат упаривают и осаждают инулин, отделяют осадок инулина, растворяют его в горячей воде, дополнительно проводят очистку с помощью оксида алюминия с последующим осаждением инулина, продукт сушат и измельчают при определенных условиях. Недостатком известного способа является невысокий выход конечного продукта (14,6%), длительность процесса (более суток), большое число технологических операций, использование токсичных и опасных веществ (концентрированная серная кислота), недостаточная степень очистки для применения готового продукта в медицинских целях.

Известен способ получения инулина из измельченных корней одуванчика лекарственного [RU 2635996 МПК А61К 31/715, А61К 36/288, В01D 11/02; опубл. 17.11.2017] с помощью исчерпывающей экстракции исходного сырья очищенной водой, нагретой до температуры кипения. Способ предусматривает отделение растительного сырья, осаждение водорастворимых полисахаридов, их промывку, сушку, при этом экстрагирование проводят в ультразвуковой ванне с частотой 35 кГц в течение 40 минут при температуре 80°C, растительный материал отделяют путем фильтрации, а водорастворимые полисахариды осаждают 95% этанолом, охлаждая в морозильной камере в течении 1 часа, а последующее высушивание фильтра с осадком осуществляют при температуре 100-105°C до постоянной массы. К недостаткам данного способа относится низкая степень чистоты целевого продукта.

Описан [RU 2604934 МПК С08В 37/18; опубл. 20.12.2016] способ получения водорастворимых полисахаридов из корней лопуха обыкновенного, включающий исчерпывающее экстрагирование исходного сырья водой, отделение растительного материала, осаждение водорастворимых полисахаридов, их промывку, сушку, при этом в качестве исходного сырья используют корни лопуха обыкновенного, измельченные до линейного размера в 0,2-0,5 мм, проводят трехкратное экстрагирование горячей очищенной водой при соотношении сырья и экстрагента 1:30 при обработке в ультразвуковой ванне с частотой 35 КГц в течение 30 мин при температуре 80°C, после чего растительный материал отделяют путем фильтрации, а водорастворимые полисахариды осаждают троекратным количеством 95%-ного этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа, при этом фильтрование осадка проводят через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом при остаточном давлении 0,4-0,8 атм, причем промывание осадка на фильтре проводят последовательно раствором 95%-ного этилового спирта в очищенной воде (3:1) в соотношении сырье : раствор 1:15 и смесью этилацетата и 95%-ного этилового спирта (1:1) в соотношении сырья и раствора 1:10, а последующее высушивание фильтра с осадком осуществляют при температуре от 100 до 105°C до постоянной массы. Выход по способу составил до 39,95% в пересчете на абсолютно сухое сырье.

Описан [RU 2724467, МПК С08В 37/18; опубл. 23.06.2020] способ выделения водорастворимых веществ из измельченных корнеплодов лопуха большого водной

экстракцией при нагревании исходного сырья, отличающийся тем, что нагревание происходит в колбе с обратным холодильником дистиллированной водой в соотношении 1:3 в течение 20 мин с последующим охлаждением водного извлечения до комнатной температуры, дальнейшим фильтрованием на воронке Бюхнера под давлением с промыванием твердого остатка горячей дистиллированной водой температурой 95°C, упариванием до концентрации сухих веществ 50-55%.

Известен способ комплексной переработки растительного инулинсодержащего сырья [RU 2623739, МПК C08B 37/18; опубл. 29.06.2017]. Способ включает замачивание и мойку сырья, резку, сушку и измельчение. Нарезанное сырье обсушивают промоканием поверхностной влаги и подвергают инфракрасной сушке до влажности 10-12% с последующим выдерживанием в течение 4-6 часов. Высушенное сырье измельчают до крупности частиц менее 100 мкм и полученный порошок повторно сушат до влажности 5-10%. После чего разделяют на фракции по размеру частиц: менее 15 мкм - первая, 15-25 мкм - вторая и 25-100 мкм - третья. Вторую фракцию досушивают до влажности 5-6% и подвергают повторному измельчению с последующим выделением частиц менее 15 мкм, которые объединяют с первой фракцией и используют в качестве пищевого инулина. Остатки второй фракции объединяют с третьей фракцией и используют для получения особо чистого инулина путем приготовления водной суспензии, выдерживания ее не менее 1 часа и центрифугирования. Из отделенного от оболочек инулина готовят суспензию. Полученную суспензию подвергают очистке от белков растворами хлористого натрия и едкого натра с последующим центрифугированием, фильтрацией и депигментацией полученного экстракта на анионите. Затем концентрируют фруктаны и осаждают из предварительно нагретого концентрата растворителем, преимущественно этиловыми спиртом, взятым в объеме, равном 1,5-2,5 от объема концентрата с последующей фильтрацией, промывкой этанолом и вакуум-сушкой готового продукта. Изобретение позволяет получить инулин сухим способом и повысить эффективность комплексной переработки инулинсодержащего сырья.

Наиболее близким к заявленному изобретению является способ [RU 2712554, МПК C08B 37/18; опубл. 30.01.2020] получения очищенного инулина из растительного сырья, а именно из корней одуванчика лекарственного. Способ по патенту №2712554 включает трехкратное экстрагирование очищенной водой, нагретой до температуры кипения, из измельченных корней одуванчика лекарственного, где колбу с сырьем и экстрагентом помещают в ультразвуковую ванну с частотой 35 кГц при температуре 80°C на 40 мин; отделение растительного материала путем фильтрации; осаждение водорастворимых полисахаридов трехкратным количеством 95%-ного этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа; фильтрование осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом при остаточном давлении 0,4-0,8 атм; промывание осадка на фильтре, проводимое последовательно раствором 95%-ного этилового спирта в очищенной воде и смесью этилацетата и 95%-ного этилового спирта, высушивание фильтра с осадком при температуре от 100 до 105°C до постоянной массы; перед промывкой проводят очистку инулина от примесей, где полученный после стадии фильтрации под вакуумом осадок растворяют в нагретой до 80°C воде очищенной, к нему добавляют раствор кальция хлорида и мелкодисперсный порошок алюминия оксида, выдерживают 20 мин, затем фильтруют под вакуумом при остаточном давлении 0,4-0,8 атм; полученный фильтрат последовательно пропускают через ионообменные колонки с анионитом в гидроксильной форме АВ-17-8 и катионитом в водородной форме КУ-2-8 до рН элюата 6,5-7,5 и степени чистоты инулина, равной 97%, после чего для осаждения инулина к

элюату вновь добавляют трехкратное количество 95%-ного этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа, затем проводят фильтрование осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом при остаточном давлении 0,4-0,8 атм. Степень чистоты по способу
5 достигает $97\pm 2\%$ при выходе целевого продукта до 22,36% в пересчете на абсолютно сухое сырье.

К недостаткам способов по патентам №2712554, 2604934, 2724467, 2623739 относится низкая степень чистоты целевого продукта.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа извлечения инулина
10 из корней лопуха большого с высокой степенью чистоты целевого продукта при получении инулина в отсутствие использования опасных и токсичных веществ.

Поставленная задача в изобретении решена тем, что в способе получения инулина из корней лопуха большого извлечение биологически активных веществ из сырья проводится трехкратно горячей водой очищенной в ультразвуковой ванне, что позволяет
15 значительно ускорить процесс экстракции, а также увеличить выход полисахаридов из сырья; после чего проводится осаждение смеси водорастворимых полисахаридов спиртом этиловым, осадок растворяют и приступают к очистке кальция хлоридом (от пектиновых веществ), алюминия оксидом (от пигментных веществ) и на ионообменных смолах (для более глубокой очистки от прочих примесей), после чего проводят
20 осаждение инулина спиртом этиловым и сушат до постоянной массы.

Технический результат изобретения заключается в извлечении очищенного инулина из растительного сырья, а именно из корней лопуха большого с достижением степени чистоты, равной $98,5\pm 0,5\%$, при выходе целевого продукта до 23,07% в пересчете на абсолютно сухое сырье в отсутствие использования опасных и токсичных веществ.

Технический результат достигается тем, что в способе получения инулина из
25 растительного сырья, включающем трехкратное экстрагирование очищенной водой, нагретой до температуры кипения при соотношении сырье: 1 порция воды 1 г: 20 мл, из измельченного растительного сырья до линейного размера 0,2-0,5 мм, выдерживание колбы с сырьем и экстрагентом в ультразвуковой ванне при температуре 80°C в течение
30 40 минут; отделение растительного материала путем фильтрации; осаждение водорастворимых полисахаридов трехкратным по отношению к водному извлечению количеством этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа; фильтрование осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом; очистку инулина от примесей
35 путем растворения, полученного после стадии фильтрации под вакуумом, осадка в нагретой воде очищенной, добавления к нему 50% раствора кальция хлорида и мелкодисперсного порошка алюминия оксида, затем выдерживания и фильтрации под вакуумом, пропускания полученного фильтрата последовательно через ионообменные колонки с анионитом в гидроксильной форме АВ-17-8 и катионитом в водородной
40 форме КУ-2-8 с учетом емкости ионообменных смол до рН элюата 6,5-7,5; после чего осаждение инулина добавлением вновь к элюату трехкратного количества этанола по отношению к водному раствору при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа; затем фильтрацию осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом; промывание осадка на
45 фильтре, проводимое последовательно раствором этилового спирта в очищенной воде, взятых в объемном соотношении 3:1, при соотношении сырье: раствор 1 г:15 мл, и смесью этилацетата и этилового спирта, взятых в объемном соотношении 1:1, при соотношении сырье : раствор 1 г:10 мл; высушивание фильтра с осадком при температуре

от 100 до 105°С до постоянной массы, согласно изобретению, инулин извлекают из корней лопуха большого, колбу с сырьем и экстрагентом выдерживают в ультразвуковой ванне с частотой 25 кГц, при этом соотношение сырье : экстрагент составляет 1 г: 20 мл, на всех стадиях получения инулина используют этанол в концентрации 96%, стадию 5 фильтрации осадка проводят под вакуумом при остаточном давлении 0,3-0,7 атм., полученный после стадии фильтрации под вакуумом осадок растворяют в нагретой до 90°С воде очищенной, при этом 50% раствор кальция хлорида добавляют из расчета 10 капель на 1 г изначально взятого растительного сырья, а масса мелкодисперсного порошка алюминия оксида составляет 0,7 г, время выдерживания равно 40 мин, очистку 10 инулина от примесей путем растворения, полученного после стадии фильтрации под вакуумом, осадка в нагретой воде очищенной проводят при соотношении сырье : вода 1 г : 12 мл, пропускание полученного фильтрата последовательно через ионообменные колонки с анионитом и катионитом ведут до степени чистоты инулина, равной 98,5%.

Получаемый после осаждения водорастворимых полисахаридов этанолом осадок 15 содержит также примеси пектина, некоторых пигментов и некоторые органические кислоты. Для удаления пектинов предлагается добавить соли кальция в виде раствора кальция хлорида, для удаления пигментов - мелкодисперсный порошок алюминия оксида. Для более глубокой очистки от оставшихся примесей предлагается также 20 раствор осадка дополнительно пропустить через колонки катионита и анионита. Степень очистки готового продукта проводили методом тонкослойной хроматографией, сравнивая со стандартным образцом (пластинки - Silufol, система - 55% этанол, проявитель - растворы резорцина и кислоты серной разведенной с последующим нагреванием, Rf~0,80).

На фиг. 1 представлены результаты выделения инулина (%) из корней лопуха 25 большого при варьировании степенью измельчения сырья и температурой ультразвуковой бани (при трехкратной экстракции по 30 минут при частоте ультразвука 35 кГц с соотношением сырья и экстрагента 1 г на 30 мл).

На фиг. 2 представлены результаты выделения инулина (%) из корней лопуха 30 большого при варьировании частотой ультразвука и длительностью экстрагирования (при трехкратной экстракции при температуре 80°С сырья измельченностью 0,2-0,5 мм с соотношением сырья и экстрагента 1 г на 30 мл).

На фиг. 3 представлены результаты выделения инулина (%) из корней лопуха 35 большого при варьировании кратностью и соотношением сырья и экстрагента (при экстракции по 40 минут при температуре 80°С, частоте ультразвука 25 кГц и измельченности сырья 0,2-0,5 мм).

Пример 1. Для получения инулина аналитическую пробу сырья измельчают до частиц 40 размера 0,2-0,5 мм. Около 1 г (точная навеска) измельченного сырья помещают в колбу вместимостью 50 мл, прибавляют 20 мл воды очищенной, нагретой до температуры кипения, помещают в ультразвуковую ванну с частотой 25 КГц при температуре 80°С, экстрагируют 40 мин. Экстракцию повторяют еще 2 раза, прибавляя по 20 мл воды.

Водные извлечения объединяют и фильтруют через 3 слоя марли с подложенным 45 тампоном ваты, вложенных в стеклянную воронку диаметром 5 см. Осаждение проводят трехкратным по отношению к водному извлечению количеством 96%-ного этилового спирта, перемешивают, охлаждают в морозильной камере при температуре -18°С в течение 1 часа. Затем содержимое колбы фильтруют через предварительно высушенный и взвешенный беззольный бумажный фильтр, проложенный в стеклянный фильтр ПОР 16 с диаметром 40 мм, под вакуумом при остаточном давлении 0,3-0,7 атм. Полученный осадок растворяют в 12 мл нагретой до 90°С воде очищенной, добавляют 10 капель

50% раствора кальция хлорида и 0,7 г мелкодисперсного порошка алюминия оксида, выдерживают 40 мин, затем фильтруют под вакуумом при остаточном давлении 0,3-0,7 атм. Полученный фильтрат последовательно пропускают через ионообменные колонки объемом 50 мл с анионитом в гидроксильной форме АВ-17-8 и катионитом в водородной форме КУ-2-8 с учетом емкости ионообменных смол до рН элюата 6,5-7,5 и степени чистоты инулина, равной 98,5%. Для осаждения инулина к элюату вновь добавляют трехкратное по отношению к водному раствору количество 96%-ного этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа, фильтрование осадка проводят через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом при остаточном давлении 0,3-0,7 атм. Осадок на фильтре последовательно промывают 15 мл раствора 96%-ного этилового спирта в очищенной воде (объемное соотношение 3:1), 10 мл смеси этилацетата и 96%-ного этилового спирта (объемное соотношение 1:1). Фильтр с осадком высушивают сначала на воздухе, затем при температуре 100-105°C до постоянной массы.

15 Предлагаемый способ позволяет получить инулин из лопуха большого со степенью чистоты, равной $98,5 \pm 0,5\%$ при выходе целевого продукта до 23,07% в пересчете на абсолютно сухое сырье.

(57) Формула изобретения

20 Способ получения инулина из растительного сырья, включающий трехкратное экстрагирование очищенной водой, нагретой до температуры кипения при соотношении сырье : 1 порция воды 1 г : 20 мл, из измельченного растительного сырья до линейного размера 0,2-0,5 мм, выдерживание колбы с сырьем и экстрагентом в ультразвуковой ванне при температуре 80°C в течение 40 минут; отделение растительного материала

25 путем фильтрации; осаждение водорастворимых полисахаридов трехкратным по отношению к водному извлечению количеством этанола при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа; фильтрование осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом; очистку инулина от примесей путем растворения полученного после стадии фильтрации

30 под вакуумом осадка в нагретой воде очищенной, добавления к нему 50% раствора кальция хлорида и мелкодисперсного порошка алюминия оксида, затем выдерживания и фильтрации под вакуумом, пропускания полученного фильтрата последовательно через ионообменные колонки с анионитом в гидроксильной форме АВ-17-8 и катионитом в водородной форме КУ-2-8 с учетом емкости ионообменных смол до рН элюата 6,5-

35 7,5; после чего осаждение инулина добавлением вновь к элюату трехкратного количества этанола по отношению к водному раствору при перемешивании, охлаждая в морозильной камере при температуре -18°C в течение 1 часа; затем фильтрацию осадка через предварительно высушенный беззольный бумажный фильтр под вакуумом; промывание осадка на фильтре, проводимое последовательно раствором этилового

40 спирта в очищенной воде, взятых в объемном соотношении 3:1, при соотношении сырье : раствор 1 г : 15 мл, и смесью этилацетата и этилового спирта, взятых в объемном соотношении 1:1, при соотношении сырье : раствор 1 г : 10 мл; высушивание фильтра с осадком при температуре от 100 до 105°C до постоянной массы, отличающийся тем, что инулин извлекают из корней лопуха большого, колбу с сырьем и экстрагентом

45 выдерживают в ультразвуковой ванне с частотой 25 кГц, при этом соотношение сырье : экстрагент составляет 1 г : 20 мл, на всех стадиях получения инулина используют этанол в концентрации 96%, стадию фильтрации осадка проводят под вакуумом при остаточном давлении 0,3-0,7 атм, полученный после стадии фильтрации под вакуумом

осадок растворяют в нагретой до 90°C воде очищенной, при этом 50% раствор кальция хлорида добавляют из расчета 10 капель на 1 г изначально взятого растительного сырья, а масса мелкодисперсного порошка алюминия оксида составляет 0,7 г, время выдерживания равно 40 мин, очистку инулина от примесей путем растворения полученного после стадии фильтрации под вакуумом осадка в нагретой воде очищенной проводят при соотношении сырье : вода 1 г : 12 мл, пропускание полученного фильтрата последовательно через ионообменные колонки с анионитом и катионитом ведут до степени чистоты инулина, равной 98,5%.

10

15

20

25

30

35

40

45

Измельченность сырья, мм	0,2-0,5	0,5-1,0	1,0-2,0
Температура, °С			
60	12,21±0,38	10,22±0,43	8,07±0,42
70	16,27±0,26	15,31±0,35	11,38±0,40
80	21,45±0,37	19,28±0,32	15,86±0,35

Фиг. 1

Частота ультразвука, кГц	15	25	35
Длительность экстракций, мин.			
30	12,48±0,21	19,03±0,29	20,05±0,36
40	14,20±0,28	22,15±0,30	21,32±0,25
50	17,50±0,33	20,81±0,32	19,13±0,28

Фиг. 2

Кратность экстракции	1	2	3
Соотношение сырья и экстрагента (г:мл)			
1:10	9,21±0,30	15,26±0,31	18,21±0,27
1:20	12,21±0,27	18,78±0,42	23,07±0,32
1:30	13,17±0,32	18,31±0,34	21,38±0,35

Фиг. 3