

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **040133**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.04.22

(21) Номер заявки
201900178

(22) Дата подачи заявки
2019.01.25

(51) Int. Cl. **C08B 37/06** (2006.01)
A23L 29/231 (2016.01)
A61K 47/36 (2006.01)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЕКТИНА ИЗ ЦИТРУСОВЫХ

(43) 2020.07.31

(96) 2019/002 (AZ) 2019.01.25

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
АЛИЕВА КЮБРА ЯШАР КЫЗЫ;
ТАГИЕВ САРХАН АБУЛЬФАС ОГЛЫ
(AZ)

(72) Изобретатель:
Алиева Кюбра Яшар кызы, Тагиев
Сархан Абульфас оглы, Сулейманов
Тагир Аббасели оглы, Алиева Сабина
Шахмардан кызы (AZ)

(56) US-A-5567462
GB-A-349372
US-A-2014308737
Лазурьевский Г.В. и др. Практические
работы по химии природных соединений. Издание
второе, изд-во "Высшая школа", М., 1966, с. 85-86.
RU-C1-2541377
RU-C2-2336280
US-A1-2014056946
SU-A1-1666457

(57) Изобретение относится к технологии выделения пектина из растительного сырья, в частности из цитрусовых, в частности из грейпфрута, предназначенного для использования в фармацевтической технологии в качестве активного и вспомогательного вещества для изготовления лекарственной формы. Сущность изобретения заключается в способе получения пектина из кожуры грейпфрута, который включает измельчение и однократную очистку сырья 70%-ным этиловым спиртом при комнатной температуре в течение суток, сушку очищенного сырья, горячую экстракцию 1% раствором лимонной кислоты, фильтрацию горячей вытяжки, осаждение пектина этиловым спиртом, промывку, сушку, дополнительную очистку гель-фильтрацией на сефадексе G-75, сушку готового продукта. Технический эффект заявляемого изобретения состоит в получении очищенного высокомолекулярного пектина, обладающего широким спектром фармакологического действия, предназначенного для использования в изготовлении современных лекарственных форм в качестве композиционного материала как носителя биологически активных веществ с замедленным высвобождением и для направленной доставки лекарств.

B1

040133

040133

B1

Изобретение относится к технологии выделения пектина из растительного сырья, в частности из цитрусовых, в частности из грейпфрута, и предназначенного для использования в фармацевтической технологии в качестве фармакологически активного и вспомогательного вещества для изготовления лекарственной формы.

Пектин - это высокомолекулярные полисахариды, представляющие собой смесь молекул с различной длиной цепи, которая, в зависимости от вида сырья, сорта и степени зрелости, имеет различные значения и колеблется от 16000 до 39000 ед., (цитрусовые - 24000-38000) Доминирующим компонентом пектиновых полисахаридов являются полиуроновые кислоты и другие соединения в виде низкомолекулярных компонентов, эфирных масел и пигментов.

Известен способ получения пектина (1) из сырья, который включает косточковые фрукты, такие как персики, мясистые семечковые фрукты, такие как яблоки, и цитрусовые фрукты, такие как лаймы, лимоны, апельсины и грейпфруты. Пектин экстрагируют водой с добавлением щавелевой кислоты и/или водорастворимого оксалата при нагревании до температуры от 50 до 80°C в течение времени, достаточного для экстракции пектин. Пектин осаждают из экстракта ионообменной смолой, отфильтровывают и несколько раз промывают горячей водой, затем отжимают сушат и измельчают. Полученный таким способом пектин из этого вида сырья может быть использован в различных областях промышленности, однако метод очищения пектина является длительным и трудоемким процессом.

Наиболее близким способом к заявляемому изобретению является способ получения пектина из корочек плодов цитрусовых (2). Корочки апельсина, лимона или мандарина измельчают, помещают в стакан и заливают спиртом для удаления эфирного масла, пигментов и других примесей. Стакан накрывают часовым стеклом и ставят не менее чем на 1 ч на водяную баню, нагретую до 70°C. После этого материал отжимают и снова заливают спиртом. Операцию повторяют до тех пор, пока спиртовой экстракт будет лишь слабо окрашен в желтый цвет. Отмытую массу помещают в колбу, заливают 0,03н. HCl и нагревают 1 ч на кипящей водяной бане. Горячую вытяжку фильтруют, остаток дважды промывают на фильтре небольшими порциями горячей воды. После охлаждения фильтрат частично нейтрализуют аммиаком до слабокислой реакции и упаривают на водяной бане до состояния сиропа. К оставшемуся сиропу добавляют два объема спирта. Выпавший сырой пектин отделяют центрифугированием. Для очистки полученного продукта пектин растворяют в небольшом количестве воды при нагревании и повторно осаждают спиртом. Рыхлый осадок переносят на часовое стекло и подсушивают на воздухе либо в термостате при температуре не выше 45°C.

Используемый способ получения пектина является длительным и трудоемким процессом и требует большого расхода спирта, как для очистки сырья, так и для осаждения пектина, что является экономически невыгодным.

Кроме того, при очищении сырья от примесей спиртом не происходит полного удаления полярных веществ, так как известно, что спирт хорошо экстрагирует только не полярные и малополярные соединения и не происходит полного удаления низкомолекулярных природных веществ, а обработка промежуточного продукта соляной кислотой с последующей нейтрализацией аммиаком не только ухудшает качество, но и способствует уменьшению выхода целевого продукта из за частичного гидролиза.

Задача изобретения состоит в способе получения очищенного пектина для использования в фармацевтической технологии.

Сущность изобретения заключается в способе получения пектина из кожуры грейпфрута, который включает измельчение и однократную очистку сырья 70%-ным этиловым спиртом при комнатной температуре в течение суток, сушку очищенного сырья, горячую экстракцию 1% раствором лимонной кислоты, фильтрацию горячей вытяжки, осаждение пектина этиловым спиртом, промывку, сушку, дополнительную очистку гель-фильтрацией на сефадексе G-75, сушку готового продукта.

Заявляемое изобретение отличается от прототипа перерабатываемым сырьем, методом очистки сырья от примесей, экстрагентом для выделения пектина из сырья и очисткой пектина. При выборе сырья для получения пектина авторы изобретения руководствовались наличием обширной сырьевой базой грейпфрута, выращиваемого в Азербайджане, и его богатым химическим составом.

Известно, что для получения пектина из разного вида сырья требуется соответствующая методика переработки сырья. В заявляемом изобретении экстракцию пектина из очищенного сырья в отличие от прототипа осуществляют 1% раствором лимонной кислоты, что позволяет осуществлять экстракцию в более мягких условиях и способствует максимальному выходу пектина. На этой стадии в полученном пектине еще могут оставаться некоторые примеси, поэтому для максимального очищения от них, полученный пектин дополнительно подвергается очистке при помощи гель-фильтрации на сефадексе G-75.

Эта процедура необходима для того, чтобы получить глубоко очищенный пектин для использования его как матрицу для переноса необходимых лекарственных средств. Наличие отличительных от прототипа признаков заявляемого изобретения, соответствует требованию критерия изобретения "новизна".

Анализ других источников в данной области показал, что при всем многообразии известных способов получения пектина из различного растительного сырья, не найден способ аналогичный заявляемому, следовательно, заявляемое изобретение соответствует критерию "изобретательский уровень".

Способ осуществляется следующим образом.

Высушенное и измельченное сырье до 3-5мм (из различных частей грейпфрута) очищают от низкомолекулярных компонентов и пигментов обработкой 70% этанолом и выдержкой при комнатной температуре в течение 24 ч. Очищенное сырье отфильтровывают, отжимают и высушивают в термостате при температуре 60-70°C. Сухой остаток экстрагируют 1%-ым раствором лимонной кислоты на водяной бане при температуре 85-90°C в течение 1 ч. Полученную вытяжку отфильтровывают в горячем виде, а остаток сырья отжимают. После охлаждения до комнатной температуры из полученной вытяжки пектин осаждают 96% этиловым спиртом в объеме, превышающем первоначальный в два раза больше. Осаждение осуществляют при комнатной температуре, в течение 12 ч, осадок отфильтровывают и промывают несколько раз 96% этиловым спиртом. Полученный пектин отжимают и тонким слоем наносят на стеклянную пластинку и высушивают в термостате до постоянного веса при температуре 45-50°C. Для тонкой очистки полученного пектина его растворяют в воде при нагревании при температуре 60°C и переносят в хроматографическую колонку на сефадекс G-75 (100 г), которую промывают водой. Элюаты собирают по фракциям, в которых наличие пектина определяют осаждением с 96% спиртом. Фракции, содержащие пектин, объединяют и сгущают под вакуумом при температуре 75-80°C до получения 1/5 части первоначального объема. Из полученного сгущенного раствора осаждение пектина проводят 96% этиловым спиртом, осадок переносят на стеклянную пластинку тонким слоем и высушивают в термостате при температуре 45-50°C. Высушенную пленку превращают в порошок, которой представляет собой белую массу со слабым сероватым оттенком.

Пример конкретного выполнения способа.

С целью первичного очищения от некоторых низкомолекулярных компонентов и пигментов 450 г высушенного измельченного сырья (размером 3-5 мм) помещают в колбу емкостью 10 л. Сырье заливают 3-мя литрами 70% этанола, выдерживали при комнатной температуре в течение 24 ч. Затем сырье отфильтровывают, остаток сырья отжимают и высушивают в термостате при температуре 60-70°C. Высушенное сырье заливают 5-ю литрами раствора 1%-ой лимонной кислоты. Экстрагирование его проводят на кипящей водяной бане при температуре 85-90°C в течение 1 ч. Полученную вытяжку фильтруют в горячем виде через четырехслойную марлю. Остаток сырья отжимают. В результате объем вытяжки составил 3 л. После охлаждения до комнатной температуры из полученной вытяжки пектин осаждают 96% этиловым спиртом в объеме, превышающем первоначальный в два раза больше (6 л). Для полного осаждения колбу с содержимым помещают в прохладное место. Через 12 ч выделившийся пектин отделяют фильтрованием через четырехслойную марлю. Остаток на фильтре промывают несколько раз 96% этиловым спиртом (по 200 мл). Далее массу пектина отжимают для удаления остатка спирта, а затем тонким слоем наносят на стеклянную пластинку и высушивают в термостате до постоянного веса при температуре 45-50°C. Полученную массу измельчают до порошкообразного состояния.

Полученный в виде порошка пектин имеет серовато-белый цвет с желтоватым оттенком. Выход продукта составляет 16%. В полученной массе содержится незначительное количество примеси, удаление которых осуществляют при помощи гель-фильтрации.

Колонку для гель-фильтрации готовят из сорбента сефадекс G-75. Для этого 70 г сефадекса помещают в химический стакан емкостью 500 мл и заливают 150 мл воды. После полного набухания и превращения в гелевую массу переносят в стеклянную хроматографическую колонку (h=50 см, d=3 см). Удаляют избыток жидкости. 5 г пектина растворяют нагреванием при температуре 60°C в 150 мл воды и переносят в колонку. Колонку промывают водой. Элюаты из колонки собирают по фракциям. Наличие пектина в элюатах определяют осаждением с 96% спиртом. В 6-ти фракциях пектин не обнаружился, в последующих (7-13) он определился. Фракции, содержащие пектин, объединяют и сгущают под вакуумом при температуре 75-80°C до получения 1/5 части первоначального объема. Из полученного сгущенного раствора полное осаждение пектина проводят 96 % этиловым спиртом. Затем осадок переносят на стеклянную пластинку тонким слоем и высушивают в термостате при температуре 45-50°C. Высушенную пленку превращают в порошок, которой представлял собой белую массу со слабым сероватым оттенком. При этом очищенный пектин составил 4,6 г.

Технический эффект заявляемого изобретения состоит в получении очищенного высокомолекулярного пектина, обладающего широким спектром фармакологического действия, предназначенного для использования в изготовлении современных лекарственных форм в качестве композиционного материала как носителя биологически активных веществ с замедленным высвобождением и для направленной доставки лекарств.

Литература:

1. Патент РФ № 2247735 "Способ получения пектина из цитрусовых выжимок".
2. Министерство образования и науки РФ, Бийский технологический институт (филиал) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего профессионального образования "Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова" Е.В. Аверьянова, М.Н. Школьникова "Пектин: методы выделения и свойства" (прототип).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения пектина из citrusовых, который включает измельчение и очистку сырья этиловым спиртом, горячую экстракцию сырья слабым раствором кислоты, фильтрацию горячей вытяжки, осаждение пектина этиловым спиртом, промывку, сушку, дополнительную очистку и сушку готового продукта, отличающийся тем, что в качестве сырья используют кожуру грейпфрута, которую очищают спиртом 70% при комнатной температуре в течение суток, очищенное сырье перед экстракцией сушат в термостате, а экстракцию сырья осуществляют 1% раствором лимонной кислоты, осаждают пектин из охлажденного экстракта, осадок фильтруют, промывают этиловым спиртом и сушат, дополнительную очистку осуществляют гель-фильтрацией на сефадексе G-75.

