



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2016103774, 05.02.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
05.02.2016Дата регистрации:
03.07.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 05.02.2016

(45) Опубликовано: 03.07.2017 Бюл. № 19

Адрес для переписки:

308015, Белгородская обл., г. Белгород, ул.
Победы, 85, НИУ "БелГУ", ОИС, Киреевой И.А.

(72) Автор(ы):

Дейнека Виктор Иванович (RU),
Дейнека Людмила Александровна (RU),
Костенко Михаил Олегович (RU),
Сидоров Артем Николаевич (RU),
Олейниц Елена Юрьевна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: CN 102488158 A, 13.06.2012.ЧУЛКОВ А.Н. и др. "Плоды жимолости
синеплодной как источник антоцианов",
Химия растительного сырья, 2011, N 4, с.
173-176. MD 2796 G2, 28.02.2006. RU 2381245
C1, 10.02.2010.

(54) Способ получения и состав для получения сухих форм антоцианов методом распылительной сушки

(57) Реферат:

Изобретение относится к пищевой, фармацевтической и косметологической отраслям промышленности, в частности к способу получения сухих форм антоцианов красного цвета и составу для получения сухих форм антоцианов. Экстрагируют антоцианы из растительного сырья 0,1 М водным раствором соляной кислоты. Полученный экстракт фильтруют, очищают от балластных веществ и упаривают. Смешивают экстракт антоцианов с матрицей, в качестве которой используют мальтодекстрин или арабиногалактан, добавляют полученный очищенный концентрат антоцианов в соотношении концентрат антоцианов и матрица от 1:9 до 1:99. Смесь перемешивают до получения

однородной массы. Проводят высушивание методом распылительной сушки при следующих параметрах: скорость впрыска – 600 мл/час; расход воздуха – 9 м³/мин; температура впрыска – 120 °С; температура на выходе – 70-80 °С. Состав для получения сухих форм антоцианов включает концентрат антоцианов и матрицу, взятые в соотношении от 1:9 до 1:99, причем в качестве матрицы используют или мальтодекстрин, или арабиногалактан. Изобретение позволяет получить сухие формы антоцианов, которые хорошо растворимы в воде, хорошо сохраняются в течение трех месяцев и не требуют никаких особых условий хранения. 2 н.п. ф-лы, 2 ил., 1 табл., 8 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 624 416**⁽¹³⁾ **C1**

(51) Int. Cl.
C09B 61/00 (2006.01)
A23L 5/40 (2016.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: 2016103774, 05.02.2016

(24) Effective date for property rights:
05.02.2016

Registration date:
03.07.2017

Priority:

(22) Date of filing: 05.02.2016

(45) Date of publication: 03.07.2017 Bull. № 19

Mail address:

308015, Belgorodskaya obl., g. Belgorod, ul. Pobedy,
85, NIU "BelGU", OIS, Kireevoj I.A.

(72) Inventor(s):

Dejneka Viktor Ivanovich (RU),
Dejneka Lyudmila Aleksandrovna (RU),
Kostenko Mikhail Olegovich (RU),
Sidorov Artem Nikolaevich (RU),
Olejnits Elena Yurevna (RU)

(73) Proprietor(s):

Federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Belgorodskij gosudarstvennyj
natsionalnyj issledovatel'skij universitet" (NIU
"BelGU") (RU)

(54) **METHOD OF PRODUCTION AND COMPOSITION FOR OBTAINING DRY FORMS OF ANTHOICIANS BY SPRAYING METHOD**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: anthocyanins are extracted from plant material 0.1 M with aqueous solution of hydrochloric acid. The obtained extract is filtered, purified from ballast substances and evaporated. The anthocyanin extract is mixed with matrix such as maltodextrin or arabinogalactan, the resulting purified anthocyanin concentrate is added at a ratio of anthocyanate concentrate and matrix 1:9 to 1:99. The mixture is stirred until a homogeneous mass is obtained. Drying is carried out by dispersive drying with following parameters: injection speed- 600 ml/h; air

consumption -9 m³/min; injection temperature - 120°C; output temperature - 70-80°C. The composition for obtaining dry forms of anthocyanins includes anthocyanin concentrate and matrix taken a ratio of 1:9 to 1:99, with either maltodextrin or arabinogalactan as the matrix.

EFFECT: invention allows to obtain dry forms of anthocyanins that are well soluble in water, well retained for three months and do not require any special storage conditions.

2 cl, 1 tbl, 8 ex

R U 2 6 2 4 4 1 6 C 1

R U 2 6 2 4 4 1 6 C 1

Изобретение относится к пищевой, фармацевтической и косметологической отраслям промышленности, в частности к производству сухих очищенных субстанций антоцианов красного цветов различных оттенков. Полученные предлагаемым способом формы могут быть использованы как добавка - колорант с высокими антиоксидантными свойствами для пищевой, фармацевтической и косметологической промышленности.

В качестве источника антоцианов может быть использовано любое антоцианосодержащее сырье: ягоды и фрукты, например паслен садовый, все части растений красной кукурузы, листья и цветки различных растений [П.Н. Саввин, Е.В. Комарова, В.М. Болотов, Е.С. Шичкина. Исследование натуральных каротиноидно-антоциановых красителей // Химия растительного сырья. 2010. №4. С. 135-138].

В качестве матрицы для получения сухих красителей могут быть использованы мальтодекстрин, арабиногалактан и другие полисахариды, которые разрешены для использования в пищевой промышленности, [<https://ru.wikipedia.org/wiki/%D0%9F%D0%B0%D1%82%D0%BE%D0%BA%D0%B0>; <http://arabinogalactan.ru/>]

В настоящее время в фармацевтической промышленности в России используются импортные субстанции антоцианов, например в состав «Антоциан форте» входят стандартизированные растительные экстракты производства компаний «Naturex» (Франция) и «FutureCeuticals» (США) [<http://medi.ru/doc/f3905.htm>]. В пищевой промышленности, как правило, используются синтетические красители, не безвредные для здоровья. Патентный поиск показал, что в настоящее время нет отечественных технологий получения сухих форм антоцианов методом распылительной сушки.

Известен способ получения порошка из ежевики [CN102488158 (A) Blackberry anthocyanin microcapsules and preparation method thereof]. По данному способу для экстракции антоцианов из ягод ежевики использовали лимонную кислоту, для создания рН 3,0-3,4 добавляли буфер. В качестве матрицы добавляли аравийскую камедь и бета-циклодекстрин, или гуммиарабик и мальтодекстрин, или гуммиарабик пористый. Смесь гомогенизировали при давлении 35 МПа, так чтобы получить стабильную эмульсию. Для предотвращения слипания добавляли агент, который представляет собой микрокристаллическую целлюлозу, перемешивали в течение 1-2 ч. Распылительную сушку проводили при скорости подачи потока 5-50 mL/мин, температура подачи 30-50°C, температура воздуха на входе 100-200°C, и температура воздуха на выходе из 50-85°C. Полученные микрокапсулы стабильны и подходят для использования в пищевой промышленности, для получения медицинских препаратов, косметики и др.

Главный недостаток вышеприведенного решения заключается в том, что экстракты, полученные из ежевики и использованные для получения микрокапсул, не подвергались очистке от сопутствующих экстрактивных веществ, что ухудшает многие характеристики полученного продукта: сроки хранения, чистоту продукта и содержание активных компонентов - антоцианов. Также нет никаких количественных характеристик готового продукта, не предложены составы для получения микрокапсул, не описаны цветовые характеристики продукта.

Задачей настоящего изобретения является разработка состава для получения и способа получения сухих форм антоцианов методом распылительной сушки.

Технический результат заключается в том, что:

- полученные сухие формы хорошо растворимы в воде, имеют хорошую сохранность во времени и не требуют никаких особых условий хранения;

- в качестве источника антоцианов может быть использовано любое антоцианосодержащее сырье: традиционное, например ягоды и фрукты; нетрадиционное, например листья и обертки початков красной кукурузы.

Поставленная задача решается описываемым способом получения сухих форм антоцианов красного цвета, включающим экстракцию антоцианов из растительного сырья, смешивание экстракта антоцианов с матрицей и распылительную сушку, причем экстракцию проводят экстрагентом - 0,1 М водным раствором соляной кислоты, после чего полученный экстракт фильтруют, очищают от балластных веществ и упаривают. Затем к матрице, в качестве которой используют мальтодекстрин или арабиногалактан, добавляют полученный очищенный концентрат антоцианов в соотношении концентрат антоцианов и матрица от 1:9 до 1:99, смесь перемешивают до получения однородной массы и подвергают высушиванию методом распылительной сушки при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

Для достижения указанного технического результата предложен состав для получения сухих форм антоцианов, характеризующийся тем, что он включает, концентрат антоцианов и матрицу, взятые в соотношении от 1:9 до 1:99, причем в качестве матрицы используют или мальтодекстрин, или арабиногалактан.

Предлагаемый способ получения сухих форм осуществляют следующим образом. Проводят экстракцию антоцианов из любого антоциансодержащего сырья экстрагентом - 0,1 М водным раствором соляной кислоты. Полученный экстракт отделяют от растительной массы фильтрованием, например, через бумажные фильтры «красная лента». Для получения высококачественных сухих форм антоцианов необходимой стадией получения конечного продукта является стадия очистки от балластных веществ. Поэтому после фильтрования проводят очистку экстракта от балластных веществ, например, способом сорбционно-десорбционной очистки антоциановых экстрактов от балластных веществ, полученных из растительного сырья [Патент 2360733. Способ получения композиционного сорбента для очистки и концентрирования биологически активных антоцианов из растительного сырья (Авторы: Л.А. Дейнека, А.Н. Чулков, В.И. Дейнека)]. Особенно важна эта стадия для экстрактов из ягод, которые содержат большое количество таких веществ. Затем упаривают очищенный экстракт в вакуумном ротационном испарителе, в процессе которого происходит удаление избытка спирта после стадии очистки. На этой стадии получают очищенный концентрат, который используют далее для получения сухих форм антоцианов. Для получения сухих форм к матрице - мальтодекстрин, арабиногалактан или другие полисахариды, добавляют полученный очищенный концентрат антоцианов, смесь перемешивают до получения однородной массы. Высушивание проводят методом распылительной сушки, например, на EYELA SD-1000. Сушку осуществляют при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

Пример 1: Способ получения и состав для получения сухой формы из экстракта паслена садового и мальтодекстрина при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:19.

Ягоды измельченного паслена садового подвергли экстракции экстрагентом - 0,1 М водным раствором соляной кислоты. Полученный экстракт отфильтровали через бумажные фильтры «красная лента». Затем способом сорбционно-десорбционной очистки провели очистку экстракта от балластных веществ. Затем очищенный экстракт упарили в вакуумном ротационном испарителе, получив очищенный концентрат. К 4,75 г мальтодекстрина добавили 200 мл полученного очищенного концентрата антоцианов паслена садового с содержанием 0,125 г/100 г раствора, перемешали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной

сушки на EYELA SD-1000, причем сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

5 Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 4,17 г/100 г сухого порошка.

Пример 2: Способ получения и состав для получения сухой формы из экстракта паслена садового и мальтодекстрина при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:99.

10 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,95 г мальтодекстрина добавляли 200 мл очищенного концентрата антоцианов паслена садового с содержанием 0,025 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

15 Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 0,89 г/100 г сухого порошка.

Пример 3: Способ получения и состав для получения сухой формы красного цвета из экстракта оберток красной кукурузы и арабиногалактана при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:9.

20 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,5 г арабиногалактана добавляли 200 мл очищенного концентрата из экстракта оберток красной кукурузы с содержанием 0,25 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

25 Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 8,17 г/100 г сухого порошка.

Пример 4: Способ получения и состав для получения сухой формы из экстракта оберток красной кукурузы и арабиногалактана при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:19.

30 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,75 г арабиногалактана добавляли 200 мл очищенного концентрата из экстракта оберток красной кукурузы с содержанием 0,125 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

35 Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 4,32 г/100 г сухого порошка.

40 Пример 5: Способ получения и состав для получения сухой формы из экстракта оберток красной кукурузы и арабиногалактана при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:99.

45 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,95 г арабиногалактана добавляли 200 мл очищенного концентрата из экстракта оберток красной кукурузы с содержанием 0,025 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 0,98 г/100 г сухого порошка.

5 Пример 6: Способ получения и состав для получения сухой формы красного цвета из экстракта оберток красной кукурузы и мальтодекстрина при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:9.

10 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,5 г мальтодекстрина добавляли 200 мл очищенного концентрата антоцианов из оберток початков красной кукурузы с содержанием 0,25 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 8,10 г/100 г сухого порошка.

15 Пример 7: Способ получения и состав для получения сухой формы из экстракта оберток красной кукурузы и мальтодекстрина при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:19.

20 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,75 г мальтодекстрина добавляли 200 мл очищенного концентрата антоцианов из экстракта оберток красной кукурузы с содержанием 0,125 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

25 Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 4,77 г/100 г сухого порошка.

30 Пример 8: Способ получения и состав для получения сухой формы из экстракта оберток красной кукурузы и мальтодекстрина при соотношении в исходной смеси антоцианы (в пересчете на цианидин-3-глюкозид):матрица 1:99.

35 Получали очищенный концентрат аналогично примеру 1. К 4,95 г мальтодекстрина добавляли 200 мл очищенного концентрата антоцианов из экстракта оберток красной кукурузы с содержанием 0,025 г/100 г раствора, перемешивали до получения однородной массы. Высушивание проводили методом распылительной сушки на EYELA SD-1000. Сушка осуществлялась при следующих параметрах: скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

Содержание антоцианов в готовом сухом порошке составило 0,91 г/100 г сухого порошка.

40 Сохранность антоцианов в течение трех месяцев во всех полученных сухих формах составила 95-99%.

45

Таблица. Содержание антоцианов в сухих формах, полученных разными способами, из различных компонентов и при разном соотношении антоцианы - матрица.

Экстракт антоцианов	Матрица	Соотноше ние антоцианы: матрица	Содержание антоцианов в сухой форме г/100 г
паслен садовый (пример 1)	мальтодекстрин	1:19	4,17
паслен садовый (пример 2)	мальтодекстрин	1:99	0,89
обертки початков красной кукурузы (пример 3)	арабиногалактан	1:9	8,17
обертки початков красной кукурузы (пример 4)	арабиногалактан	1:19	4,32
обертки початков красной кукурузы (пример 4)	арабиногалактан	1:99	0,98
обертки початков красной кукурузы (пример 6)	мальтодекстрин	1:9	8,10
обертки початков красной кукурузы (пример 7)	мальтодекстрин	1:19	4,77
обертки початков красной кукурузы	мальтодекстрин	1:99	0,91

(пример 8)			
------------	--	--	--

Получены сухие формы антоцианов красного цветов разных оттенков методом распылительной сушки, с разной концентрацией антоцианов в сухих формах.

Количество антоцианов относительно матрицы изменяли в широких пределах для получения оптимальных результатов, изучая при этом сохранность антоцианов в данной матрице.

Содержание антоцианов в готовом сухом порошке и сохранность антоцианов в готовой форме во времени определяли спектрофотометрическим методом.

На чертеже показана полученная сухая форма антоцианов из экстракта оберток красной кукурузы и арабиногалактана при соотношении в исходной смеси антоцианы

(в пересчете на цианидин-3-глюкозид): матрица 1:99 и 1:9 соответственно.

Интенсивность окраски сухих форм зависит от соотношения антоцианов и матрицы в готовых формах. Это соотношение может меняться в широких пределах от 1:9 до 1:99. При более маленьком содержании матрицы меньше 1:9, указанного в примерах и
5 таблице, невозможна техническая реализация эксперимента с использованием распылительной сушишки. При соотношении большем чем 1:99 получают сухие формы с невысоким содержанием антоцианов, и, как следствие, такие формы слабо окрашены.

(57) Формула изобретения

10 1. Способ получения сухих форм антоцианов красного цвета, включающий экстракцию антоцианов из растительного сырья, смешивание экстракта антоцианов с матрицей и распылительную сушишку, отличающийся тем, что экстракцию проводят экстрагентом - 0,1 М водным раствором соляной кислоты, после чего полученный экстракт фильтруют, очищают от балластных веществ и упаривают, затем к матрице,
15 в качестве которой используют мальтодекстрин или арабиногалактан, добавляют полученный очищенный концентрат антоцианов в соотношении концентрат антоцианов и матрица от 1:9 до 1:99, смесь перемешивают до получения однородной массы и подвергают высушиванию методом распылительной сушишки при следующих параметрах:
20 скорость впрыска - 600 мл/час; расход воздуха - 9 м³/мин; температура впрыска - 120°C; температура на выходе - 70-80°C.

2. Состав для получения сухих форм антоцианов, характеризующийся тем, что он включает концентрат антоцианов и матрицу, взятые в соотношении от 1:9 до 1:99, причем в качестве матрицы используют или мальтодекстрин, или арабиногалактан.

25

30

35

40

45

**Способ получения и состав для получения сухих форм
антоцианов методом распылительной сушки**

