



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **112417** (13) **U**

(51) МПК (2016.01)

A23L 33/00**B01D 11/02** (2006.01)**A61K 36/06** (2006.01)**A61P 3/00****A61K 131/00** (2006.01)ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

(21) Номер заявки: u 2016 07816	(72) Винахідник(и): Черно Наталія Кирилівна (UA), Озоліна Софія Олександрівна (UA), Нікітіна Олександра Валеріївна (UA)
(22) Дата подання заявки: 15.07.2016	(73) Власник(и): ОДЕСЬКА НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Канатна, 112, м. Одеса, 65039 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель: 12.12.2016	
(46) Публікація відомостей про видачу патенту: 12.12.2016, Бюл.№ 23	

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ДІЄТИЧНОЇ ДОБАВКИ З АНТИЛІПОЛІТИЧНОЮ АКТИВНІСТЮ**(57) Реферат:**

Спосіб одержання дієтичної добавки з антиліполітичною активністю, що передбачає одержання фенольних сполук з насіння ріпаку, змішування біополімерного комплексу з водним розчином фенольних сполук насіння ріпаку і сушіння. Насіння ріпаку подрібнюють, знежирюють гексаном і висушують до повного вилучення розчинника. Висушену масу піддають 2-4-кратному екстрагуванню 90-96 %-им етанолом з центрифугуванням. Супернатанти об'єднують і випаровують до повного вилучення розчинника. Подрібнену гливу звичайну заливають водою і витримують при 75-80 °C протягом 30-60 хв і гідромодулі 1:(1-2). Одержану суміш центрифугують, до осаду, що утворився, додають 6,9-7,1 %-ий розчин гідроксиду натрію, витримують 90-110 хв при 95-98 °C і гідромодулі 1:(1-2), суміш центрифугують, осад, що утворився, промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують. Отриманий таким чином біополімерний комплекс висушують, змішують з водним розчином отриманих фенольних сполук при співвідношенні фенольні сполуки насіння ріпаку:біополімерний комплекс (3,0-5,0):(95,0-97,0), витримують при температурі 20-25 °C протягом 20-30 хв і висушують до постійної маси.

UA 112417 U

Корисна модель належить до біотехнології, зокрема до способу одержання на основі біополімерного комплексу гливи звичайної (*Pleurotus ostreatus*) дієтичної добавки, яка проявляє антиліполітичну активність.

Відомий спосіб одержання біологічно активної добавки (БАД) на основі рослинної сировини (пшеничні висівки-матриця та фенольні сполуки насіння ріпаку-інгібітор ліпази), яка має антиліполітичну дію (див. патент на корисну модель UA № 35846), що передбачає екстрагування насіння ріпаку (*Brassica napus* var. *Oleifera* D.C.), подрібнене на вальцювому млині до частинок діаметром 0,7-0,9 мм, у системі розчинників хлороформ-етанол в об'ємному співвідношенні (1,5-2,5):1,0 протягом 35 хв, проведення екстракції в таких умовах тричі, об'єднання витягів, випарювання при 40 °С під вакуумом 480 мм рт.ст. до повного видалення розчинника, розчинення 10 г комплексу фенольних сполук насіння ріпаку та 0,05 г кверцетину в 270 см³ дистильованої води, додавання одержаної водної суспензії до 89,95 г пшеничних висівок та перемішування до утворення гомогенної маси, висушування отриманої маси в сушильній шафі при температурі 40 °С до постійної маси.

Даний спосіб вибрано прототипом.

Прототип і спосіб, що заявляється, мають наступні спільні ознаки (операції): отримання фенольних сполук з насіння ріпаку; змішування біополімерного комплексу з водним розчином отриманих фенольних сполук насіння ріпаку; сушіння.

Але спосіб за прототипом має ряд суттєвих недоліків: значний вміст у складі препарату інгібітора ліпази; низький ступінь збереження препаратом антиліполітичної активності протягом зберігання; присутність у складі інгібітору ліпази супутніх речовин; наявність у складі препарату кверцетину, що підвищує собівартість продукту.

В основу корисної моделі поставлено задачу розробити спосіб одержання дієтичної добавки з антиліполітичною активністю, в яку, шляхом зміни умов отримання інгібітора ліпази - фенольних сполук ріпаку - та заміни біополімерної матриці, забезпечити одержання готового продукту, який проявляє високий рівень антиліполітичної активності протягом всього терміну зберігання.

Поставлена задача вирішена в способі одержання дієтичної добавки з антиліполітичною активністю, що передбачає одержання фенольних сполук з насіння ріпаку, змішування біополімерного комплексу з водним розчином фенольних сполук насіння ріпаку і сушіння, тим, що, на відміну від прототипу, насіння ріпаку подрібнюють, знежирюють гексаном і висушують до повного вилучення розчинника, а висушену масу піддають 2-4-кратному екстрагуванню 90-96 %-им етанолом з центрифугуванням, супернатанти об'єднують і випарюють до повного вилучення розчинника, після чого подрібнену гливу звичайну заливають водою і витримують при 75-80 °С протягом 30-60 хв і гідромодулі 1:(1-2), одержану суміш центрифугують, до осаду, що утворився, додають 6,9-7,1 %-ий розчин гідроксиду натрію, витримують 90-110 хв при 95-98 °С і гідромодулі 1:(1-2), суміш центрифугують, осад, що утворився, промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують, а отриманий таким чином біополімерний комплекс висушують, змішують з водним розчином отриманих фенольних сполук при співвідношенні фенольні сполуки насіння ріпаку:біополімерний комплекс (3,0-5,0):(95,0-97,0), витримують при температурі 20-25 °С протягом 20-30 хв і висушують до постійної маси.

Насіння ріпаку подрібнюють до розміру часток 0,7-0,9 мм.

Знежирення подрібненого насіння ріпаку здійснюють гексаном в апараті Сокслета при співвідношенні подрібнене насіння ріпаку:гексан 1,0:(1,5-2,5) протягом 6,0-7,0 годин.

Екстрагування етанолом здійснюють при співвідношенні висушена маса обробленого насіння ріпаку:етанол, рівному 10,0:1,0 при кімнатній температурі при перемішуванні протягом 10-15 хв.

Спосіб здійснюють наступним чином.

Насіння ріпаку подрібнюють до частинок розміром 0,7-0,9 мм, знежирюють в апараті Сокслета гексаном в об'ємному співвідношенні (1,5-2,5): 1,0 протягом 6,0-7,0 год., отриману масу висушують при температурі 38-42 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника. Подрібнену масу 2-4-кратно екстрагують 90-96 %-им етанолом у об'ємному співвідношенні 10,0: 1,0 та кімнатній температурі при перемішуванні протягом 10-15 хв, отриману суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Одержані супернатанти об'єднують, випаровують при температурі 38-42 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника. Попередньо зважену і подрібнену гливу звичайну заливають водою і витримують при 75-80 °С протягом 30-60 хв і гідромодулі

1:(1-2), періодично перемішуючи, одержану суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. До осаду, що утворився, додають 6,9-7,1 %-ий розчин гідроксиду натрію, витримують 90-110 хв при 95-98 °С і гідромодулі 1:(1-2), суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Осад промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують при 6000 об./хв 15 хв, висушують та подрібнюють до розміру часток $d=500$ мкм. До 95,0-97,0 г осаду додають суспензію 3,0-5,0 г фенольних сполук насіння ріпаку, які розчиняють в 60 см³ дистильованій воді, та перемішують до утворення гомогенної маси. Отриману масу витримують при температурі 20-25 °С протягом 20-30 хв і далі висушують в сушильній шафі при температурі 40 °С до постійної маси.

Одержана дієтична добавка, яка проявляє антиліполітичну активність, являє собою дрібний порошок коричневого кольору.

Приклади здійснення способу.

Приклад № 1

Насіння ріпаку подрібнюють до частинок розміром 0,7 мм, знежирюють в апараті Сокслета гексаном в об'ємному співвідношенні 1,5: 1,0 протягом 6,0 год., отриману масу висушують при температурі 38 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника. Подрібнену масу двократно екстрагують 90 %-им етанолом у об'ємному співвідношенні 10,0: 1,0 та кімнатній температурі при перемішуванні протягом 10 хв, отриману суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Одержані супернатанти об'єднують, випаровують при температурі 38 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника.

Подрібнену гливу звичайну заливають водою, гідромодуль 1:1, витримують при 75 °С протягом 60 хв, періодично перемішуючи, одержану суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. До осаду, що утворився, додають 6,9 %-ого розчину гідроксиду натрію, гідромодуль 1:1, витримують 90 хв при 95 °С, суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Осад промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують при 6000 об./хв 15 хв, висушують та подрібнюють до розміру часток $d=500$ мкм.

До 97,0 г осаду додають суспензію 3,0 г фенольних сполук насіння ріпаку, які розчиняють в 60 см³ дистильованій воді, та перемішують до утворення гомогенної маси. Отриману масу витримують при температурі 20 °С протягом 25 хв і далі висушують в сушильній шафі при температурі 40 °С до постійної маси.

Приклад № 2

Насіння ріпаку подрібнюють до частинок розміром 0,8 мм, знежирюють в апараті Сокслета гексаном в об'ємному співвідношенні 2,0:1,0 протягом 6,5 год., отриману масу висушують при температурі 40 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника. Одержану масу трикратно екстрагують 96 %-им етанолом у об'ємному співвідношенні 10,0:1,0 та кімнатній температурі при перемішуванні протягом 15 хв, отриману суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Одержані супернатанти об'єднують, випаровують при 40 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника.

Подрібнену гливу звичайну заливають водою, гідромодуль 1:2, витримують при 80 °С протягом 30 хв періодично перемішуючи, одержану суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. До осаду, що утворився, додають 7,0 %-ого розчину гідроксиду натрію, гідромодуль 1:2, витримують 100 хв при 98 °С, суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Осад промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують при 6000 об./хв 15 хв, висушують та подрібнюють до розміру часток $d=500$ мкм.

До 96,0 г осаду додають суспензію 4,0 г фенольних сполук насіння ріпаку, які розчиняють в 60 см³ дистильованій воді, та перемішують до утворення гомогенної маси. Отриману масу витримують при температурі 25 °С протягом 20 хв і далі висушують в сушильній шафі при температурі 40 °С до постійної маси.

Приклад № 3

Насіння ріпаку подрібнюють до частинок розміром 0,9 мм, знежирюють в апараті Сокслета гексаном в об'ємному співвідношенні 2,5: 1,0 протягом 7,0 год., отриману масу висушують при температурі 42 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника. Одержану масу чотирикратно екстрагують 90 %-им етанолом у об'ємному співвідношенні 10,0:1,0 та кімнатній температурі при перемішуванні протягом 15 хв, отриману суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Одержані супернатанти

об'єднують, випаровують при температурі 42 °С під вакуумом 480 мм. рт. ст. до повного вилучення розчинника.

Подрібнену гливу звичайну заливають водою, гідромодуль 1:1, витримують при 80 °С протягом 60 хв періодично перемішуючи, одержану суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. До осаду, що утворився, додають 7,1 %-ого розчину гідроксиду натрію, гідромодуль 1:2, витримують 110 хв при 95 °С, суміш центрифугують при 6000 об./хв протягом 15 хв для відділення осаду від супернатанту. Осад промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують при 6000 об./хв 15 хв, висушують та подрібнюють до розміру часток d=500 мкм.

До 95,0 г біополімерного комплексу печериці додають суспензію 5,0 г фенольних сполук насіння ріпаку, які розчиняють в 60 см³ дистильованій воді, та перемішують до утворення гомогенної маси. Отриману масу витримують при температурі 25 °С протягом 30 хв і далі висушують в сушильній шафі при температурі 40 °С до постійної маси.

Вихід інгібітора ліпази залежить від кратності обробок подрібненої знежиреної маси насіння ріпаку і варіює в межах 87,2-96,7 %.

Хімічний склад дієтичних добавок, одержаних за прикладами 1-3, та їхню інгібіторну активність, значення якої виражено в відсотковому співвідношенні до вихідної активності інтактного інгібітора, наведено у табл. 1. За зразок порівняння було вибрано біологічно активну добавку, отриману за прототипом. Результати досліджень щодо зміни антиліполітичної активності дієтичних добавок, одержаних за прикладами 1-3, та біологічно активної добавки, отриманої за прототипом, протягом дванадцяти місяців зберігання наведено у табл. 2.

Дієтичні добавки, одержані за прикладами 1-3, характеризуються більш високим рівнем антиліполітичної активності, ніж біологічно активна добавка, отримана за прототипом.

За ступенем збереження антиліполітичної активності на кінець нормованого терміну використання дієтичні добавки, одержані за прикладами 1-3, перевершують біологічну активну добавку, отриману за прототипом. До складу останньої додатково входить антиоксидант, який гальмує процеси окиснення фенольних сполук ріпаку, що, в свою чергу, дозволяє зберігати значення антиліполітичної активності на певному рівні. Проте навіть за наявності такого інгредієнта після дванадцяти місяців зберігання цей показник для біологічно активної добавки, отриманої за прототипом, у 1,8 разу менший, ніж для дієтичної добавки, одержаної за прикладами 1-3.

Таким чином, за значенням антиліполітичної активності дієтичні добавки, одержані за способом, що заявляється, перевищують біологічно активну добавку, отриману за прототипом. Без додаткового введення до їх складу антиоксиданту вони здатні зберігати високий рівень антиліполітичної активності протягом всього нормованого терміну використання.

Таблиця 1

Антиліполітична активність дієтичних добавок, одержаних за прикладами 1-3, та біологічно активної добавки, одержаної за прототипом

Препарат	Інгібіторна активність, % від активності інтактного інгібітора
Дієтична добавка, одержана за прикладом № 1	87,2
Дієтична добавка, одержана за прикладом № 2	87,7
Дієтична добавка, одержана за прикладом № 3	88,0
Біологічно активна добавка, одержана за прототипом	80,1

Таблиця 2

Антиліполітична активність дієтичних добавок, одержаних за прикладом 1-3, та біологічно активної добавки, одержаної за прототипом, при зберіганні

Тривалість зберігання, міс.	Інгібіторна активність, % від активності інтактного інгібітора			
	Дієтична добавка, одержана за прикладом № 1	Дієтична добавка, одержана за прикладом № 2	Дієтична добавка, одержана за прикладом № 3	Біологічно активна добавка, одержана за прототипом
0	87,2	87,7	88,0	80,1
2	83,9	84,2	84,6	78,6
4	82,1	82,4	82,5	76,9
6	79,8	80,2	80,4	75,4

8	77,9	78,1	78,6	66,0
10	76,8	77,1	77,5	55,0
12	72,0	73,2	73,4	41,0

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

1. Спосіб одержання дієтичної добавки з антиліполітичною активністю, що передбачає одержання фенольних сполук з насіння ріпаку, змішування біополімерного комплексу з водним розчином фенольних сполук насіння ріпаку і сушіння, який **відрізняється** тим, що насіння ріпаку подрібнюють, знежирюють гексаном і висушують до повного вилучення розчинника, а висушену масу піддають 2-4-кратному екстрагуванню 90-96 %-им етанолом з центрифугуванням, супернатанти об'єднують і випаровують до повного вилучення розчинника, після чого подрібнену гливу звичайну заливають водою і витримують при 75-80 °С протягом 30-60 хв і гідромодулі 1:(1-2), одержану суміш центрифугують, до осаду, що утворився, додають 6,9-7,1 %-ий розчин гідроксиду натрію, витримують 90-110 хв при 95-98 °С і гідромодулі 1:(1-2), суміш центрифугують, осад, що утворився, промивають водою до нейтрального значення рН промивних вод і центрифугують, а отриманий таким чином біополімерний комплекс висушують, змішують з водним розчином отриманих фенольних сполук при співвідношенні фенольні сполуки насіння ріпаку:біополімерний комплекс (3,0-5,0):(95,0-97,0), витримують при температурі 20-25 °С протягом 20-30 хв і висушують до постійної маси.
2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що насіння ріпаку подрібнюють до розміру часток 0,7-0,9 мм.
3. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що знежирення подрібненого насіння ріпаку гексаном здійснюють в апараті Сокслета при співвідношенні подрібнене насіння ріпаку:гексан 1:(1,5-2,5) протягом 6,0-7,0 годин.
4. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що екстрагування етанолом здійснюють при співвідношенні висушена маса обробленого насіння ріпаку:етанол, рівному 10,0:1,0, при кімнатній температурі при перемішуванні протягом 10-15 хв.

Комп'ютерна верстка І. Скворцова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Василя Липківського, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут інтелектуальної власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601