

Invenția se referă la industria farmaceutică, în particular la un procedeu de obținere a inulinei din tuberculi de topinambur *Helianthus tuberosus* L.

Este cunoscut că inulina este polizaharida fructozei (polifrucozan), care este produsul fotosintezei a unor plante și reprezintă în medie aproximativ 36 fragmente de fructoză optic activă $[\alpha]_D$ de 32 ... 40° (Карпер П. Курс органической химии. Ленинград, 1962, с. 457 - 458.; Кочетков Н.К., Бочков А.Ф. и др. Химия углеводов (фруктаны). Москва, Химия, 1967, с.672 ;

Аспинал Г.О., Херст Е.А. Методы химии углеводов. Инулин. Получение из клубней георгина. Мир, 1967, с. 370-371).

Inulina este un produs dietetic și un preparat profilactico-medical pentru bolnavii cu diabet zaharat, deoarece asimilarea fructozei mai puțin depinde de hormonul pancreasului – insulina, decât pentru glucoză. Consumul moderat de fructoză nu provoacă modificări esențiale ale zahărului în sânge (Князев Ю.А., Никберг И.И. Сахарный диабет. Фруктоза. М. Медицина, 1989, с. 143). Din inulină poate fi obținut sirop concentrat de fructoză, fructoză cristalină, etanol și alte produse alimentare, folosite ca adaosuri alimentare pentru reglarea metabolismului la tratarea diabetului zaharat și a obezității. Inulina, de asemenea, este folosită pentru obținerea unui șir de derivați cu destinație medicală.

Conform procedeelor cunoscute, inulina din tuberculi de topinambur se obține prin mărunțirea, deci obținerea suspensiei, unde diametrul particulelor nu depășește 0,5...1,0 mm. Mărunțirea puternică inevitabil duce la o suprafață mare de contact a fazei solide cu extragent (H_2O), care la rândul ei, duce la creșterea gradului de extracție nu numai a polifrucozanelor (inulinelor), dar și monozaaharidelor, substanțelor pectinice, resturilor de distrugere a celulozei, proteinelor și altor componente solubile în apă, care complică mult purificarea și eliminarea inulinei de formă cristalină.

Pentru purificarea inulinei de asemenea compuși secundari pot fi utilizate toate tipurile de filtrări, inclusiv ultrafiltrarea, defiltrarea, nanofiltrarea, osmoza inversă și limpezirea cu cantități enorme de carbon activat [1]. În procedeul cunoscut, în primul rând pentru neutralizarea acizilor organici sucii diluat cu apă se încălzește până la 80°C și se tratează cu $CaCO_3$ la temperatura de 85°C, gradul de disociere al acestora este mai mare decât pentru H_2CO_3 (pH = 3,72...5,65). pH-ul de 6,38 al sucului inițial cunoscut este foarte mare pentru acțiunea de neutralizare semnificativă a $CaCO_3$ asupra unor astfel de acizi organici slabi. Filtrarea ulterioară pe pânză de bumbac nu este eficientă, ea nu reține particulele de cretă și poate separa sucii de particulele cu diametrul mai mare de 0,1 mm.

Dezavantajele acestui procedeu constă în aceea că nu este indicată concentrația inulinei substanțelor dizolvate în soluții în momentul cristalizării ce are importanța semnificativă în procedeele descrise de obținere a inulinei; cristalizarea din soluții diluate necesită o cantitate semnificativă de alcool, iar din soluții foarte concentrate cristalizarea nu are loc.

Cea mai apropiată soluție de invenția revendicată este procedeul de obținere a inulinei cristaline [2].

În cea mai apropiată soluție este descris procedeul greu realizabil de concentrare a sucii, care este evaporat în ceașcă de porțelan pe baie de apă la 75°C, acest proces fără îndoială este îndelungat, iar pentru concentrarea soluțiilor apoase în vid necesită o instalație complicată.

Extragerea inulinei din tuberculi de topinambur a fost efectuată prin stoarcerea sucii în storcător și prin extragerea lui din miezul presat, în acest caz țesuturile tubercuilor se distrug în particule cu diametrul mai mic de 0,1 mm, iar diametrul maximal se determină prin diametrul găurilor laterale ale storcătorului, adică are loc mărunțirea semnificativă a tubercuilor înainte de extragere cu apă fierbinte cu toate consecințele nedorite, care au fost menționate mai înainte: are loc distrugerea structurii țesuturilor tubercuilor de topinambur cu formarea de substanțe secundare solubile în apă, care împiedică izolarea inulinei cristaline.

În cea mai apropiată soluție gradul de concentrare a extractului de inulină se determină prin micșorarea volumului în raport cu extractul inițial ce nu indică conținerea substanțelor extractive în extractul concentrat de inulină care se expune la cristalizare.

În cea mai apropiată soluție pentru cristalizarea extractului concentrat de inulină a fost prevăzută o scădere bruscă a temperaturii până la 4°C, ceea ce duce la cristalizarea lentă datorită creșterii viscozității soluției, cristalele mici de inulină se elimină cu substanțele secundare care se absorb pe suprafața mare microcristalină de inulină și necesită o purificare suplimentară.

În procedeul procesul de purificare suplimentară prin tratarea dublă cation-anionică, folosind o cantitate semnificativă de Al_2O_3 , și repetat cu $CaCO_3$. În rezultatul acestei tratări tehnologice complexe în continuare este necesară folosirea unei cantități de 3...4 ori mai mare de cărbune activat, care indică eficiența scăzută de purificare a tuturor procedeelor mai sus descrise.

Dezavantajele celei mai apropiate soluții nu permit realizarea problemei puse, și anume simplificarea procesului chimic și tehnologic de obținere a inulinei cristaline, ce ar duce la sporirea productivității și micșorarea cheltuielilor de producere a inulinei cristaline din tuberculi de topinambur. Am stabilit experimental că conținutul de substanțe extractive în soluția de inulină este mai mic de 1,2 g/ml, cristalizarea inulinei nu are loc în nici un caz, și la concentrații de peste 1,5 g/ml cristalele nu se formează, iar inulina se transformă în altă stare de agregare și nu se cristalizează chiar și la adăugarea unei cantități considerabile de alcool.

Problema pe care o rezolvă invenția propusă constă în reducerea cantității semnificative de substanțe secundare solubile în apă, obținerea inulinei cristaline calitative și simplificarea tehnologiei.

Esența invenției constă în aceea că procedeul, conform invenției, include obținerea tăiețelilor de topinambur cu lungimea de 20...45 mm și grosimea de 0,5...1,5 mm, la care se adaugă apă distilată cu temperatura de 85...95°C în raport de 1:2 respectiv, extragerea inulinei timp de 24...48 ore, separarea extractului, presarea tăiețelilor, amestecarea extractului cu fracția de presă, filtrarea printr-o pânză de bumbac sub vid, încălzirea extractului până la fierbere cu separarea coagulatului de proteină și pectină format, răcirea extractului până la 24...26°C, fermentarea acestuia în prezența levurilor la pH-ul de 3,5...5,0 la temperatura de 27...28°C timp de 48 ore, încălzirea până la fierbere, sedimentarea timp de 24 ore, separarea sedimentului, concentrarea extractului de inulină prin evaporare pe o baie de apă la o temperatură de cel mult 70°C până la conținutul de 1,2...1,5 g/mL de substanțe solubile, cristalizarea inulinei prin răcire lentă la o temperatură de cel mult 10...14°C, spălarea cristalelor cu etanol răcit de 60...70% vol. și uscarea până la masă constantă.

În procedeul solicitat operații suplimentare pentru purificarea inulinei cristaline nu sunt necesare. Acest proces a fost considerabil simplificat, realizând concentrarea extractelor de inulină în ceașca de porțelan deschisă și asigurând ventilarea forțată cu un curent de aer (dacă este necesar cu aer cald, unde temperatura soluției care se concentrează se află în limitele de 50...75°C, ce previne hidroliza ordinară și enzimatică a inulinei).

Calitatea bună a inulinei cristaline și simplificarea tehnologiei se asigură prin limitarea influenței mecanice asupra materiei prime – tuberculi de topinambur. Regimul de cristalizare are loc la o scădere lentă a temperaturii și deja la 10...14°C se formează cristale destul de mari de inulină pură, care nu au nevoie de purificare suplimentară. Înainte de extracția inulinei, tuberculii se transformă în tăieței de grosime anumită, ce permite de a extrage din țesutul nativ nemăruntit al tuberculilor de topinambur doar inulină și minimum de alte substanțe secundare solubile în apă. Monozaharidele solubile în apă extrase din tăieței tuberculilor de topinambur sunt substanțe secundare și fac dificilă cristalizarea inulinei din concentratul extractului de inulină, aceste substanțe se fermentează cu drojdiile de fermentație alcoolică, iar miceliul de drojdie este un absorbant perfect rămas într-o cantitate mică de componente proteice și pectice.

Obținerea de inulină cristalină și simplificarea procesului tehnologic legat de purificarea inulinei de substanțele secundare se realizează în mai multe moduri.

1. Tuberculii de topinambur înainte de extracție nu se mărunțesc puternic, ce ar putea duce la distrugerea puternică a țesuturilor tuberculilor și la formarea unui număr mare de substanțe secundare, paralel cu inulina. Tuberculii de topinambur înainte de extracție se transformă în tăieței subțiri de 0,5...1,5 mm, mărimea cărora asigură difuzia în faza apoasă în timpul extracției de inulină și a monozaharidelor solubile în apă (glucoză, fructoză, o cantitate neînsemnată de fragmente de celuloză solubilă în apă etc.). La o astfel de prelucrare este asigurată o distrugere minimă a țesuturilor tuberculilor, menținând în același timp o suprafață suficient de mare de contact cu faza apoasă.
2. Substanțele secundare obținute – monozaharidele și parțial substanțele proteice, sunt eliminate din extractul de inulină prin fermentarea lor, adică prin transformarea lor în etanol, în felul acesta ele nu împiedică cristalizarea inulinei și parțial se elimină din extract la concentrarea lui.
3. Principala condiție pentru cristalizarea inulinei din extractul concentrat în procedeul este o cantitate anumită de substanțe extractive de 1,2...1,5 g/mL, care pot fi ușor controlate și asigură la o scădere lentă a temperaturii formarea cristalelor.

Exemplu de realizare a invenției

1 kg de tuberculi de topinambur bine spălate de specie *Ipomoea batatas* (L.) Lam. var. *batatas* se mărunțește prin răzătoarea de mână sau cu ajutorul unei instalații mecanice, obținând tăieței cu grosimea de 0,5...1,5 mm și lungimea de 20...45 mm. Peste tăieței obținuți se toarnă 1,5...2,0 L de apă distilată încălzită până la 85...95°C. Amestecul se termostatează și se lasă la autorăcire nu mai puțin de 24 ore. Extractul apos cu tăieței se trece printr-o sită fină de metal, faza apoasă se elimină prin scurgere liberă, apoi se presează ușor în presă, obținându-se 1,8...2,2 L de extract. Extractul obținut după limpezirea de scurtă durată se filtrează printr-o pânză de bumbac sub vid mediu. Extractul purificat prealabil se încălzește până la fierbere, spuma murdară abundentă se elimină mecanic. După eliminarea spumei extractul se răcește până la 24...26°C. În extractul răcit se adaugă 10 mL de suspensie (3...4 g de orice reziduuri de drojdiile fierte timp de cel puțin 30 min în 10 mL de apă distilată) și 0,5...1,0 mL de acid ortofosforic. Se verifică pH-ul mediului, care trebuie să fie în intervalul 3,5...5,0 unități. În mediul pregătit pentru fermentare se adaugă o suspensie de 15...20 g de drojdiile proaspete diluate 1:1 cu apă distilată caldă, se agit și se termostatează timp de 48 ore la temperatura de 27...29°C. Controlul asupra procesului de fermentare se efectuează după intensitatea de spumare. Peste 48 ore procesul de fermentare a monozaharidelor libere se termină. Braga se încălzește până la fierbere, se răcește cu apă curgătoare pentru precipitarea drojdiilor și altor substanțe proteice și pectinice se decantează timp de 24 ore. Stratul superior deasupra precipitatului se decantează, iar reziduuul se filtrează. Soluția de polifrucozane fermentată și eliberată de sedimentul de drojdiile se evaporază pe baia de apă la o temperatură nu mai mare de 70°C, pentru această operație se folosește ventilația forțată a suprafeței soluției, până la atingerea concentrației de substanțe solubile în valoare de 1,2...1,3 g/mL. Concentratul este plasat în containere ermetice și lăsat pentru cristalizare introducând preventiv agent de cristalizare a inulinei și asigurând condițiile termice de cristalizare, care nu depășesc 10...14°C. Cristalele de inulină care se formează sunt filtrate periodic și spălate pe filtru cu etanol răcit de 60...70%, apoi se usucă la temperatura camerei. O cantitate suplimentară de cristale mărunte de inulină pot fi obținute dacă la soluția-mamă și la spălările spirtoase se adaugă în porțiuni alcool

de 96% și se menține la frig fără amestecare. Eliminarea inulinei cu alcool de 96% se termină în momentul când adăugarea porției noi de alcool nu provoacă tulburarea stratului superior al filtratului de concentrat.

Astfel, prin adaos de alcool din topinamburul agricol specia *Ipomoea batatas* (L.) Lam. var. *batatas* crescut în raionul Slobozia, Republica Moldova în anii 2008–2009, săpat în ianuarie-februarie, s-au obținut 15 g de pulbere albă cristalină cu $[\alpha]_D - 32...40^\circ$.

Randamentul de inulină cristalină depinde de conținutul ei în materia primă. În exemplul dat în materia primă au fost determinate 7,4% de inulină din calculul de substanță absolut uscată, unde umiditatea materiei prime a fost de 73,2%. Cantitatea de inulină obținută în acest exemplu (15 g) constituie aproximativ 89% din inulina conținută în materia primă.

Cantitatea de fructoză liberă în inulina obținută a fost determinată în soluție de 0,1% prin cromatografiere pe hârtie după metoda descrisă (Ананьина Н.А., Андреева О.А., Мыкоц Л.П., Оганесян Э.Т. Стандартизация инулина, полученного из клубней георгины простой. Изучение некоторых физико-химических свойств инулина. ХФЖ. т. 43, № 3, 2009, с. 35-37), unde se observă lipsa petelor caracteristice pentru fructoză, ceea ce corespunde cerințelor standardului internațional.