



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

A23L 33/125 (2020.01); A23L 33/16 (2020.01)

(21)(22) Заявка: 2019100309, 09.01.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
09.01.2019

Дата регистрации:
17.03.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 09.01.2019

(45) Опубликовано: 17.03.2020 Бюл. № 8

Адрес для переписки:

453850, г. Мелеуз, ул. Октябрьская, 7, кв. 238,
Козлову Валерию Николаевичу

(72) Автор(ы):

Камилов Феликс Хусаинович (RU),
Конкина Ирина Григорьевна (RU),
Муринов Юрий Ильич (RU),
Иванов Сергей Петрович (RU),
Иванова Галина Васильевна (RU),
Кузнецова Елена Валентиновна (RU),
Козлов Валерий Николаевич (RU),
Одиноква Елена Владимировна (RU),
Пономарева Лилия Фаясовна (RU),
Алмакаева Лилиана Фавадисовна (RU),
Ганеев Тимур Ирекович (RU),
Юнусов Ренат Рамизович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Московский государственный
университет технологий и управления имени
К.Г. Разумовского (Первый казачий
университет)" (RU),
Федеральное государственное бюджетное
научное учреждение Уфимский федеральный
исследовательский центр Российской
академии наук (УФИЦ РАН) (RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2611830 C1, 01.03.2017. RU
2192150 C1, 10.11.2002. RU 2265376 C1,
10.12.2005. US 2586425 A1, 19.02.1952. CN
106174591 A, 07.12.2016. US 9144251 B2,
29.09.2015.

(54) Способ получения йодсодержащей биологически активной добавки к пище

(57) Реферат:

Изобретение относится к пищевой промышленности, а именно к производству биологически активных добавок (БАД) к пище. Способ получения БАД характеризуется тем, что к водному раствору ребаудиозид «А» добавляют молекулярный йод и проводят перемешивание при температуре 28-32°C в колбе с обратным

холодильником в течение 1-2 часов. Раствор фильтруют и высушивают до образования комплекса, содержащего в мас. %: молекулярный йод - 12,4, ребаудиозид «А» - 87,6. При этом мольное соотношение молекулярного йода и ребаудиозид «А» составляет 1:2. Изобретение позволяет получить устойчивую при хранении

R U 2 7 1 7 0 4 5 C 1

R U 2 7 1 7 0 4 5 C 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A23L 33/125 (2016.01)
A23L 33/16 (2016.01)

(12) ABSTRACT OF INVENTION

(52) CPC
A23L 33/125 (2020.01); *A23L 33/16* (2020.01)

(21)(22) Application: **2019100309, 09.01.2019**

(24) Effective date for property rights:
09.01.2019

Registration date:
17.03.2020

Priority:

(22) Date of filing: **09.01.2019**

(45) Date of publication: **17.03.2020 Bull. № 8**

Mail address:
**453850, g. Meleuz, ul. Oktyabrskaya, 7, kv. 238,
Kozlovu Valeriyu Nikolaevichu**

(72) Inventor(s):

**Kamilov Feliks Khusainovich (RU),
Konkina Irina Grigorevna (RU),
Murinov Yuriy Ilich (RU),
Ivanov Sergej Petrovich (RU),
Ivanova Galina Vasilevna (RU),
Kuznetsova Elena Valentinovna (RU),
Kozlov Valerij Nikolaevich (RU),
Odinokova Elena Vladimirovna (RU),
Ponomareva Liliya Fayasovna (RU),
Almakaeva Liliya Favadisovna (RU),
Ganeev Timur Irekovich (RU),
Yunusov Renat Ramizovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Moskovskij gosudarstvennyj
universitet tekhnologii i upravleniya imeni K.G.
Razumovskogo (Pervyj kazachij universitet)"
(RU),
Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
nauchnoe uchrezhdenie Ufimskij federalnyj
issledovatel'skij tsentr Rossijskoj akademii nauk
(UFITS RAN) (RU)**

(54) METHOD FOR PRODUCING IODINE-CONTAINING DIETARY FOOD SUPPLEMENT

(57) Abstract:

FIELD: food industry.

SUBSTANCE: invention relates to food industry, in particular, to production of biologically active food additives. Biologically active additive production method is characterized by that iodine is added to an aqueous solution of rebaudioside A and stirred at 28–32 °C in a flask under reflux for 1–2 hours. Solution is filtered and dried to form a complex containing,

wt. %: molecular iodine - 12.4, rebaudioside A - 87.6. Molar ratio of molecular iodine to rebaudioside A is 1: 2.

EFFECT: invention allows to produce storage stable iodine-containing biologically active food additive compatible with food technologies.

1 cl, 3 dwg, 1 tbl, 1 ex

Изобретение относится к пищевой промышленности, а именно к производству биологически активных добавок (БАД) к пище.

Известен способ получения БАД для профилактики йодной недостаточности, включающий йодирование органических соединений, включение йодсодержащего вещества в состав инертной полимерной матрицы, например, из каррагинана, пектина, агарозы или уроновых кислот [Патент РФ №2192150 C1 от 10.11.2002]. Авторами заявлено, что стабилизация йода в составе «Йодказеина» обеспечивается за счет образования ковалентной связи йодид-ионов с фенольными фрагментами аминокислот, входящих в состав казеина.

Однако, как показывают результаты исследований с использованием лазерного наноструктурного анализа, «Йодказеин» образует в водных растворах микрогетерогенные агрегативно неустойчивые системы, склонные к седиментации. При этом диаметр частиц составляет 4,5 мкм [Максютов Р.Р. Оценка дисперсности йодбиоорганических соединений / Р.Р. Максютов, М.В. Динякова, С.П. Иванов и др. // Тезисы докладов IX Всероссийской конференции «Химия и медицина» с Молодежной научной школой по органической химии (Уфа-Абзаково 4-8 июня 2013 г.): Уфа. - ИОХ УНЦ РАН. - 2013. - С. 172].

Известен способ стабилизации йода в хитозане, который относится к группе природных полимеров [Мударисова Р.Х., Ершова Н.Р., Кулиш Е.И., Колесов С.В. Образование фиолетового комплекса при взаимодействии хитозана с йодом. Вестник Башкирского университета. - 2010. - Т. 15, №3. - С. 585-586]. Стабилизация йода обеспечивается за счет взаимодействия гидроксид- и/или амино-групп биополимера с йодом, образующийся комплекс имеет достаточно высокую константу устойчивости, которая составляет 611 ± 3 л/моль. Недостатком известного способа является то, что йодхитозановый комплекс в водных растворах образует частицы довольно крупного диаметра - от 9 до 30 мкм, неоднородно распределенные в дисперсионной среде.

Наиболее близким аналогом изобретения является способ получения биологически активной добавки к пище, заключающийся в том, что в раствор йодида калия добавляют молекулярный йод, затем в полученный раствор вводят инулин. Проводят перемешивание ингредиентов в дважды дистиллированной воде при температуре 40-45°C в герметично закрытом сосуде. После этого проводят сушку в тонком слое в эксикаторе над хлористым кальцием до образования клатрата инулина и йода, содержащего, масс. %: калия йодид 25,41; молекулярный йод 19,43; инулин 55,16. При этом молярное соотношение инулина, молекулярного йода и йодида калия составляет 4:1:2, а общее содержание йода в добавке составляет 29,14 масс. % [Патент РФ 2611830, МПК A23L 33/10, опубл. 01.03.2017].

Недостатком известного способа является то, что инулин, природный полисахарид растительного происхождения, представляет собой полифруктозан, который, в зависимости от условий получения, может содержать от 2 до 200 остатков фруктозы, и его свойства, в том числе реакционная способность при взаимодействии с йодом, могут существенно отличаться в зависимости от степени полимеризации.

Задача изобретения - разработка способа получения йодсодержащей композиции, устойчивой при хранении, совместимой с пищевыми технологиями, в которой в качестве матрицы-носителя йода используется биоразлагаемое вещество природного происхождения, имеющее определенный состав, не зависящий от условий его получения.

Технический результат при использовании изобретения - получение устойчивой при хранении йодсодержащей композиции, совместимой с пищевыми технологиями, которая имеет стабильный состав, не зависящий от способа производства матрицы-носителя.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе получения биологически активной добавки к пище путем йодирования биосовместимой органической матрицы растительного происхождения, включающем перемешивание ингредиентов в дистиллированной воде при повышенной температуре, сушку в эксикаторе над хлористым кальцием до образования комплекса, согласно изобретению в качестве биосовместимой органической матрицы растительного происхождения используют стевиолгликозид ребаудиозид «А» (Re), к водному раствору которого добавляют молекулярный йод, причем перемешивание проводят при температуре 28-32°C в колбе с обратным холодильником в течение 1-2 часов, после чего раствор фильтруют, а сушку проводят до образования комплекса, содержащего, масс. %:

Молекулярный йод	12,4
Ребаудиозид «А»	87,6,

при этом мольное соотношение молекулярного йода и ребаудиозид «А» составляет 1:2.

Композиция ребаудиозид «А» с йодом представляет собой блестящую стекловидную пленку желто-коричневого цвета.

Изобретение иллюстрируется следующими чертежами: на фиг. 1 представлены электронные спектры исходных соединений - молекулярного йода и ребаудиозид «А», а также их смеси при тех же концентрациях, где: 1 - электронный спектр раствора ребаудиозид «А», $c=5 \cdot 10^{-4}$ моль/л; 2 - электронный спектр молекулярного йода, $c=5 \cdot 10^{-4}$ моль/л; 3 - электронный спектр смеси водных растворов ребаудиозид «А», $c=5 \cdot 10^{-4}$ моль/л и йода $c=5 \cdot 10^{-4}$ моль/л, $l=1,0$ см⁻¹; на фиг. 2 - ИК-спектр ребаудиозид «А» в области 4000 - 400 см⁻¹ (пленка на KRS); на фиг. 3 - ИК-спектр продукта взаимодействия ребаудиозид «А» с йодом в области 4000 - 400 см⁻¹ (пленка на KRS).

Как видно из фиг. 1, водный раствор ребаудиозид «А» имеет слабое поглощение в области 250 нм (коэффициент экстинкции 400 л/моль·см) и практически не поглощает в диапазоне 260-600 нм. Водные растворы йода имеют несколько полос поглощения - с максимумами 287 нм, 352 нм и 460 нм. Последняя полоса непосредственно относится к электронным переходам в молекуле йода, полосы с максимумами при 287 нм и 352 нм - это полосы переноса заряда в трийодид-ионах, возникающих в результате взаимодействия йода с водой и кислородом. В присутствии ребаудиозид «А» интенсивность полос переноса заряда значительно увеличивается, что свидетельствует о взаимодействии между молекулами ребаудиозид «А» и йода. Электронный спектр продукта свидетельствует о присутствии в растворе разных форм йода - и молекулярного, и в виде трийодид-ионов. Кроме того, известно, что молекулярный йод, взаимодействуя с водой, образует йодноватистую кислоту (НЮ), где йод находится в степени окисления +1. Эта форма является наиболее активной по своим физиологическим свойствам [Йод и проблемы жизни. - Ленинград.: Изд. Наука, 1974. - С. 7]. Коллективный опыт клиницистов показал, что наличие нескольких форм йода в его растворах способствует увеличению его биодоступности.

При сравнении ИК-спектров ребаудиозид «А» - и синтезированного образца можно сделать вывод о сохранении общей структуры молекулы Re. Однако наблюдающиеся изменения подтверждают наличие взаимодействия в системе ребаудиозид «А» - йод (фиг.2, 3). Отнесение полос, сделанное с использованием литературных данных [G. Svehla, Cecil L. Wilson, Analytical infrared spectroscopy in comprehensive analytical chemistry, Ed. G. Svehla, Elsevier Science, 1976 г.; П.Г. Жбанков. Инфракрасные спектры и структура

углеводов, Наука и техника, Минск, 1972 г.], приведено в табл.

В ИК-спектре ребаудиозида «А» наблюдается интенсивная полоса поглощения с максимумами в области $3390\text{--}3430\text{ см}^{-1}$, по положению которой ее можно отнести к валентным колебаниям гидроксигрупп, связанных меж- и внутримолекулярными водородными связями. В спектре синтезированного продукта эта полоса уширяется и область максимумов располагается в диапазоне $3320\text{--}3430\text{ см}^{-1}$, что может свидетельствовать об изменении характера водородных связей в молекуле ребаудиозида «А» при взаимодействии с йодом.

Отмечено изменение положения полос поглощения плоскостных деформационных колебаний гидроксигрупп $\delta\text{ OH}$ (область $1275\text{--}1200\text{ см}^{-1}$), небольшие изменения валентных и деформационных колебаний групп C--O--C ($1130\text{--}1100\text{ см}^{-1}$), валентных колебаний $\nu\text{ C--O(H)}$ и $\nu\text{ C--C}$. В спектре синтезированного продукта отсутствует полоса поглощения валентных колебаний двойной связи ($\nu\text{ C=C}$), а также деформационных колебаний метиленовой группы при двойной связи $\delta\text{ CH}_2$. Все это позволяет сделать вывод о включении молекулы йода в структуру молекул Re.

Выбранный диапазон температур для проведения реакции является существенным, так как снижение температуры приводит к увеличению времени реакции, а повышение - к потере йода, являющегося летучим компонентом.

Выбранное соотношение реагентов является существенным, так как при увеличении содержания йода в реакционной смеси происходит потеря веса, связанная с улетучиванием данного элемента, а уменьшение соотношения молекулярного йода и ребаудиозида «А» в реакционной смеси приводит к нерациональному использованию стевииолгликозида Re.

Пример. Навеску ребаудиозида «А» $0,192\text{ г}$ (2×10^{-4} моль) растворяли в 10 мл дистиллированной воды, далее в этот раствор вносили навеску молекулярного йода $0,027\text{ г}$ (1×10^{-4} моль) и перемешивали при $28\text{--}32^\circ\text{C}$ в колбе с обратным холодильником в течение $1\text{--}2$ часов. За ходом реакции следили методом ИК-спектроскопии по уменьшению интенсивности полосы поглощения валентных колебаний двойной связи $\nu\text{ CO}$ при 1647 см^{-1} . Пробу раствора наносили на стекла KRS и записывали спектр высушенной стекловидной пленки. После исчезновения в ИК-спектре данной полосы поглощения раствор высушивали в тонком слое в эксикаторе над хлористым кальцием. Продукт представлял собой блестящую стекловидную пленку желто-коричневого цвета.

**Основные полосы поглощения в ИК спектрах ребаудиозида «А»
и Re-I (пленка на KRS)**

Отнесение полос	Соединение	
	Re	Re-I
ν O-H	3390-3424с	3320-3430с
ν C=O [COOH]	1725 ср	1718 ср
ν C=C	1647 ср	-
δ CH ₂ плоск (RR'=CH ₂)	1422пл	-
Смешанные валентно-деформационные колебания ν C-O(H); δ O-CH; δ C-CH	1278 ср 1231 ср 1206 ср	1285 сл 1234 ср 1208 ср
Смешанные валентно-деформационные колебания ν C-O-C; δ C-O-C	1172 ср 1154 ср	1170 слпл - 1155 ср
Гибридные колебания ν C-O(H); ν ; C-C	1076 с 1035 ср	1076 с 1031 ср

(57) Формула изобретения

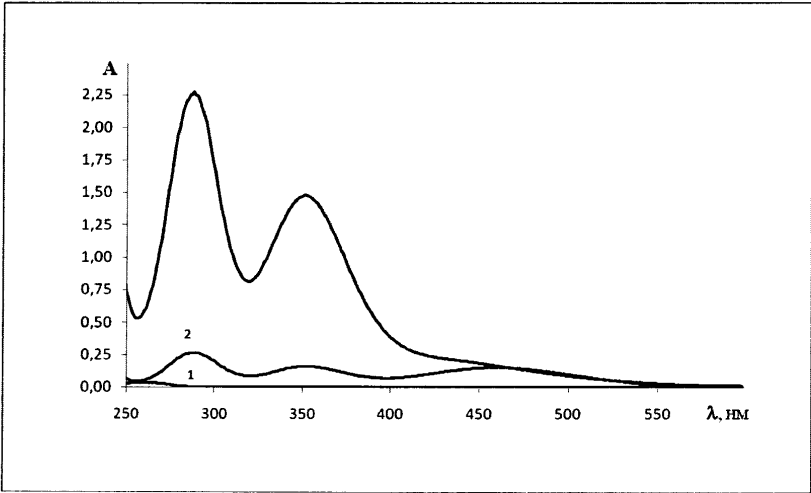
Способ получения биологически активной добавки к пище путем йодирования биосовместимой органической матрицы растительного происхождения, включающий перемешивание ингредиентов в дистиллированной воде при повышенной температуре, сушку в эксикаторе над хлористым кальцием до образования комплекса, отличающийся тем, что в качестве биосовместимой органической матрицы растительного происхождения используют стевиолгликозид ребаудиозид «А», к водному раствору которого добавляют молекулярный йод, причем перемешивание проводят при температуре 28-32°C в колбе с обратным холодильником в течение 1-2 часов, после чего раствор фильтруют, а сушку проводят до образования комплекса, содержащего, масс. %:

Молекулярный йод
Ребаудиозид «А»

12,4
87,6,

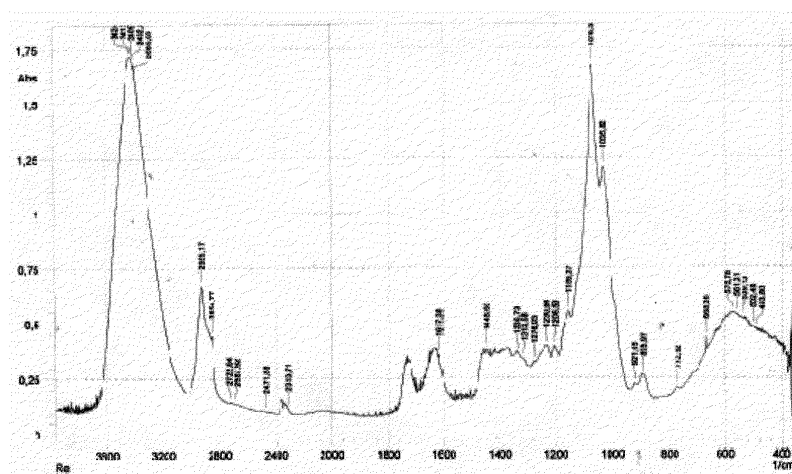
при этом мольное соотношение молекулярного йода и ребаудиозида «А» составляет 1:2.

1

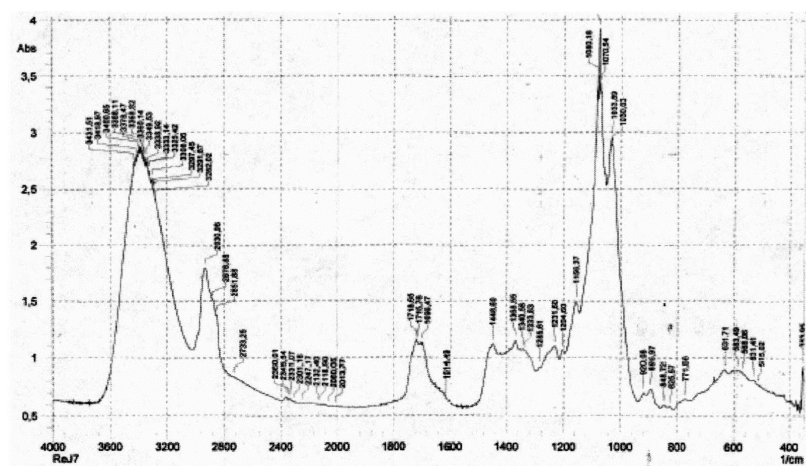


Фиг. 1

2



Фиг. 2



Фиг. 3