



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
A61K 31/352 (2020.08); B82B 3/00 (2020.08)

(21)(22) Заявка: 2020118029, 01.06.2020

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
01.06.2020

Дата регистрации:
19.11.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 01.06.2020

(45) Опубликовано: 19.11.2020 Бюл. № 32

Адрес для переписки:

308015, Белгородская обл., г. Белгород, ул.
Победы, 85, НИУ "БелГУ" ОИС, Шевцовой
И.В.

(72) Автор(ы):

Мячикова Нина Ивановна (RU),
Кролевец Александр Александрович (RU),
Кульченко Ярослава Юрьевна (RU),
Семичев Кирилл Михайлович (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: RU 2696771 C1, 06.08.2019. RU
2134967 C1, 27.08.1999. RU 2173140 C1,
10.09.2001. RU 2688153 C1, 20.05.2019. RU
2691393 C1, 13.06.2019. WO 2016049456 A1,
31.03.2016.

(54) Способ получения нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты в альгинате натрия

(57) Реферат:

Изобретение относится к области капсулирования активного вещества. Способ получения нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты в альгинате натрия осуществляют, добавляя к спиртовому раствору, содержащему антоцианы краснокочанной капусты, суспензию альгината натрия в циклогексане в присутствии препарата Е472с, представляющего собой сложный эфир глицерина с одной-двумя молекулами пищевых жирных кислот и одной-двумя молекулами лимонной кислоты в качестве поверхностно-активного

вещества, при скорости перемешивания 700 об/мин. Далее приливают бутилхлорид для осаждения нанокапсул. Полученную суспензию нанокапсул отфильтровывают и сушат при комнатной температуре. Массовое соотношение ядро/оболочка в полученных нанокапсулах составляет 1:3, 1:2 или 1:1. Предлагаемый способ получения нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты упрощает технологию получения нанокапсул, ускоряет процесс осаждения получаемых нанокапсул и увеличивает выход по массе нанокапсул. 3 табл., 4 пр., 3 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A61K 9/56 (2006.01)
A61K 31/352 (2006.01)
B82B 3/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC

A61K 31/352 (2020.08); B82B 3/00 (2020.08)(21)(22) Application: **2020118029, 01.06.2020**(24) Effective date for property rights:
01.06.2020Registration date:
19.11.2020

Priority:

(22) Date of filing: **01.06.2020**(45) Date of publication: **19.11.2020 Bull. № 32**

Mail address:

**308015, Belgorodskaya obl., g. Belgorod, ul.
Pobedy, 85, NIU "BelGU" OIS, Shevtsovoj I.V.**

(72) Inventor(s):

**Myachikova Nina Ivanovna (RU),
Krolevets Aleksandr Aleksandrovich (RU),
Kulchenko Yaroslava Yurevna (RU),
Semichev Kirill Mikhajlovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Belgorodskij gosudarstvennyj
natsionalnyj issledovatel'skij universitet" (NIU
"BelGU") (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING RED CABBAGE ANTHOCYAN NANOCAPSULES IN SODIUM ALGINATE**

(57) Abstract:

FIELD: technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to encapsulation of an active substance. Method for producing nanocapsules of red cabbage anthocyanins in sodium alginate is carried out by adding to an alcohol solution containing anthocyanins of red cabbage, suspension of sodium alginate in cyclohexane in the presence of preparation E472c, which is a glycerol ester with one or two molecules of edible fatty acids and one or two molecules of citric acid as a surfactant, with a mixing

rate of 700 rpm. Then butyl chloride is added to deposit nanocapsules. Obtained nano capsules suspension is filtered and dried at room temperature. Weight ratio of core / shell in obtained nanocapsules is 1:3, 1:2 or 1:1.

EFFECT: disclosed method for producing nanocapsules of red cabbage anthocyanins simplifies the technology of producing nanocapsules, accelerates the deposition process of the obtained nanocapsules and increases output of nanocapsules by weight.

1 cl, 3 tbl, 4 ex, 3 dwg

Изобретение относится к области нанотехнологии, медицины и пищевой промышленности.

Известны следующие способы получения микрокапсул.

Известен способ получения кремнийорганических микрокапсул с использованием роторно-кавитационной установки, обладающей высокими сдвиговыми усилиями и мощными гидроакустическими явлениями звукового и ультразвукового диапазона для диспергирования (патент RU №2173140, опубликован 10.09.2001).

Недостатком данного способа является применение специального оборудования – роторно-кавитационной установки, которая обладает ультразвуковым действием, что оказывает влияние на образование микрокапсул и при этом может вызывать побочные реакции в связи с тем, что ультразвук разрушающе действует на полимеры белковой природы, поэтому предложенный способ применим при работе с полимерами синтетического происхождения.

Известен способ получения микрокапсул хлорида натрия с использованием распылительного охлаждения в распылительной градирне Niro (патент RU №2359662, опубликован 27.06.2009), в котором охлаждение происходит при следующих условиях: температура воздуха на входе 10°C, температура воздуха на выходе 28°C, скорость вращения распыляющего барабана 10000 об/мин. Микрокапсулы по изобретению обладают улучшенной стабильностью и обеспечивают регулируемое и/или пролонгированное высвобождение активного ингредиента.

Недостатками предложенного способа являются длительность процесса и применение специального оборудования, комплекс определенных условий (температура воздуха на входе 10°C, температура воздуха на выходе 28°C, скорость вращения распыляющего барабана 10000 об/мин).

Наиболее близким является способ получения микрокапсулированных препаратов, содержащих пиретроидные инсектициды (патент RU №2134967, опубликован 27.08.1999). Согласно описанию, в воде диспергируют раствор смеси природных липидов и пиретроидного инсектицида в весовом отношении 2-4 : 1 в органическом растворителе, что приводит к упрощению способа микрокапсулирования.

Недостатком способа является диспергирование в водной среде, что делает предложенный способ неприменимым для получения микрокапсул водорастворимых препаратов в водорастворимых полимерах.

Техническая задача – упрощение и ускорение процесса получения микрокапсул, уменьшение потерь при получении микрокапсул (увеличение выхода по массе).

Решение технической задачи достигается способом получения микрокапсул антоцианов краснокочанной капусты, отличающимся тем, что в качестве оболочки микрокапсул используется альгинат натрия, а в качестве ядра – антоцианы краснокочанной капусты при получении микрокапсул методом осаждения нерастворителем с применением бутилхлорида в качестве осадителя.

Отличительной особенностью предлагаемого метода является получение микрокапсул методом осаждения нерастворителем с использованием бутилхлорида в качестве осадителя, а также использование альгината натрия в качестве оболочки наночастиц и антоцианов краснокочанной капусты – в качестве ядра.

Результатом предлагаемого метода являются получение микрокапсул антоцианов краснокочанной капусты.

Предполагаемое изобретение охарактеризовано на следующих графических изображениях:

Фиг. 1. Распределение частиц по размерам в образце микрокапсул антоцианов

краснокочанной капусты в альгинате натрия (соотношение ядро : оболочка 1 : 3).

Фиг. 2. Распределение частиц по размерам в образце нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты в альгинате натрия (соотношение ядро : оболочка 1 : 2).

Фиг. 3. Распределение частиц по размерам в образце нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты в альгинате натрия (соотношение ядро : оболочка 1 : 1).

Примеры осуществления способа

Пример 1

Получение нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты, соотношение ядро : оболочка 1 : 3.

5 мл спиртового раствора, содержащего 0,5 г антоцианов краснокочанной капусты добавляют в суспензию 1,5 г альгината натрия в циклогексане, в присутствии 0,01 г препарата Е472с (сложный эфир глицерина с одной-двумя молекулами пищевых жирных кислот и одной-двумя молекулами лимонной кислоты, причем лимонная кислота, как трехосновная, может быть этерифицирована другими глицеридами и как оксокислота – другими жирными кислотами. Свободные кислотные группы могут быть нейтрализованы натрием) в качестве поверхностно-активного вещества при перемешивании со скоростью 700 об/мин. Далее приливают 5 мл бутилхлорида. Полученную суспензию отфильтровывают и сушат при комнатной температуре.

Получено 2,0 г порошка нанокапсул. Выход составил 100%.

Статистические характеристики распределения представлены в таблице 1.

Таблица 1

Параметр	Значение
Средний размер, нм	322,6
D10, нм	34,7
D50, нм	193,3
D90, нм	720,2
Коэффициент полидисперсности (D90-D10)/D50	3,55
Общая концентрация частиц, $\times 10^{12}$ частиц/мл	32,60

Пример 2

Получение нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты, соотношение ядро : оболочка 1 : 2.

5 мл спиртового раствора, содержащего 0,5 г антоцианов краснокочанной капусты добавляют в суспензию 1 г альгината натрия в циклогексане, в присутствии 0,01 г препарата Е472с (сложный эфир глицерина с одной-двумя молекулами пищевых жирных кислот и одной-двумя молекулами лимонной кислоты, причем лимонная кислота, как трехосновная, может быть этерифицирована другими глицеридами и как оксокислота – другими жирными кислотами. Свободные кислотные группы могут быть нейтрализованы натрием) в качестве поверхностно-активного вещества при перемешивании со скоростью 700 об/мин. Далее приливают 5 мл бутилхлорида. Полученную суспензию отфильтровывают и сушат при комнатной температуре.

Получено 1,5 г порошка нанокапсул. Выход составил 100%.

Статистические характеристики распределения представлены в таблице 2.

Таблица 2

Параметр	Значение
Средний размер, нм	258,3
D10, нм	97,5
D50, нм	196
D90, нм	421,2
Коэффициент полидисперсности, $(D90-D10)/D50$	1,65
Общая концентрация частиц, $\times 10^{12}$ частиц/мл	5,66

10 Пример 3

Получение нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты, соотношение ядро : оболочка 1 : 1.

5 мл спиртового раствора, содержащего 0,5 г антоцианов краснокочанной капусты добавляют в суспензию 0,5 г альгината натрия в циклогексане, в присутствии 0,01 г препарата Е472с (сложный эфир глицерина с одной-двумя молекулами пищевых жирных кислот и одной-двумя молекулами лимонной кислоты, причем лимонная кислота, как трехосновная, может быть этерифицирована другими глицеридами и как оксокислота – другими жирными кислотами. Свободные кислотные группы могут быть нейтрализованы натрием) в качестве поверхностно-активного вещества при перемешивании со скоростью 700 об/мин. Далее приливают 5 мл бутилхлорида. Полученную суспензию отфильтровывают и сушат при комнатной температуре.

Получено 1,0 г порошка нанокапсул. Выход составил 100%.

Статистические характеристики распределения представлены в таблице 3.

25 Таблица 3

Параметр	Значение
Средний размер, нм	247,7
D10, нм	63
D50, нм	168,5
D90, нм	443,2
Коэффициент полидисперсности, $(D90-D10)/D50$	2,26
Общая концентрация частиц, $\times 10^{12}$ частиц/мл	9,33

40 Пример 4

Определение размеров нанокапсул методом NTA.

Измерения проводили на мультипараметрическом анализаторе наночастиц Nanosight LM0 производства Nanosight Ltd (Великобритания) в конфигурации HS-BF (высококочувствительная видеочамера Andor Luca, полупроводниковый лазер с длиной волны 405 нм и мощностью 45 мВт). Работа прибора основана на методе анализа траекторий наночастиц (Nanoparticle Tracking Analysis, NTA), описанном в ASTM E2834.

Оптимальным разведением для разведения было выбрано 1 : 100. Для измерения были выбраны параметры прибора: Camera Level = 16, Detection Threshold = 10 (multi), Min Track Length:Auto, Min Expected Size: Auto, длительность единичного измерения 215s, использование шприцевого насоса. Результаты измерений размеров нанокапсул по примерам 1-3 представлены на фигурах 1-3 и в таблицах №1,2,3 соответственно.

(57) Формула изобретения

Способ получения нанокапсул антоцианов краснокочанной капусты в альгинате натрия, характеризующийся тем, что антоцианы в спиртовом растворе добавляют в суспензию альгината натрия в циклогексане в присутствии сложного эфира глицерина с одной-двумя молекулами пищевых жирных кислот и одной-двумя молекулами лимонной кислоты в качестве поверхностно-активного вещества при скорости перемешивания 700 об/мин, далее приливают бутилхлорид, полученную суспензию нанокапсул отфильтровывают и сушат при комнатной температуре, при этом массовое соотношение ядро/оболочка в нанокапсулах составляет 1:3, 1:2 или 1:1.

15

20

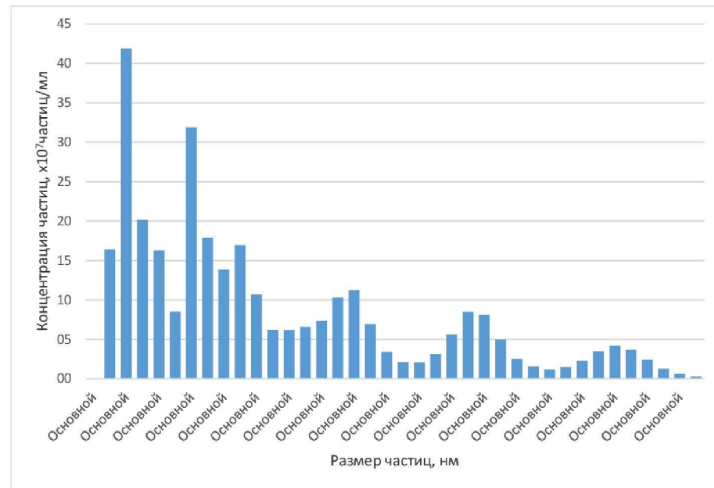
25

30

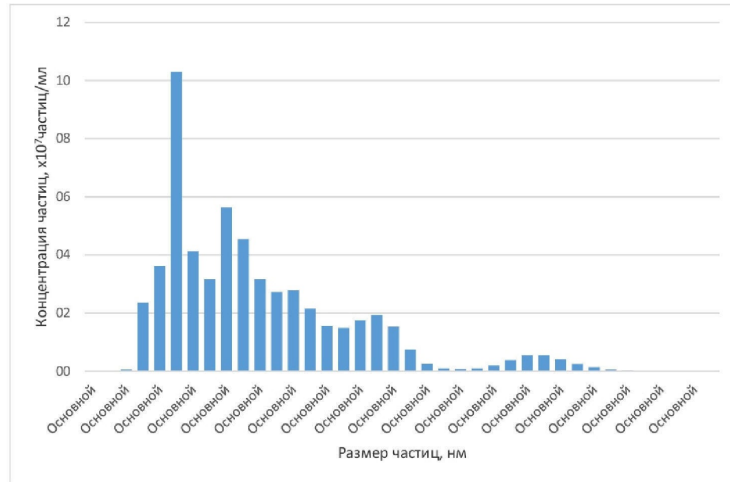
35

40

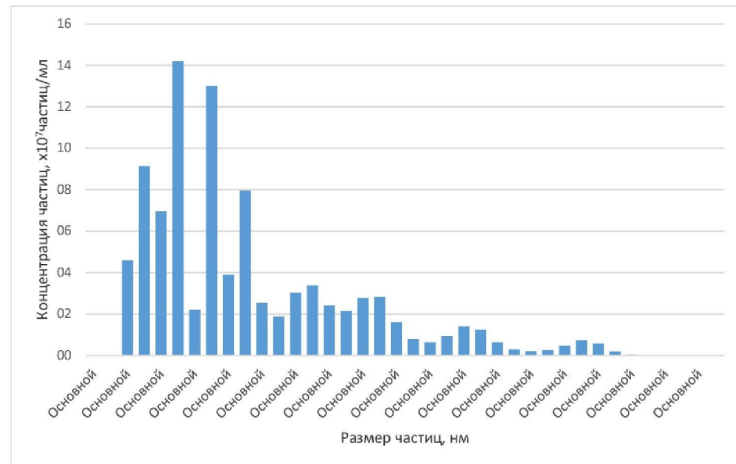
45



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3