



MD 3034 C2 2006.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **3034** ⁽¹³⁾ **C2**
(51) Int. Cl.: **C09B 61/00** (2006.01)

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. depozit: a 2005 0152 (22) Data depozit: 2005.05.27	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2006.04.30, BOPI nr. 4/2006
(71) Solicitant: INSTITUTUL NAȚIONAL PENTRU VITICULTURĂ ȘI VINIFICAȚIE, MD (72) Inventatori: CALDARE Viorel, MD; PARASCA Petru, MD; GAINA Boris, MD (73) Titular: INSTITUTUL NAȚIONAL PENTRU VITICULTURĂ ȘI VINIFICAȚIE, MD	

(54) **Procedeu de obținere a colorantului roșu din tescovină de struguri**

(57) **Rezumat:**

1

Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de obținere a colorantului roșu din tescovină de struguri.

Procedeu, conform invenției, include extragerea tescovinei la fermentarea amestecului de tescovină și apă în raport de 1:1 în decurs de 12...15 zile cu separarea și limpezirea ulterioară a extractului obținut prin menținere în decurs de 8...10 zile, purificarea prin ultrafiltrare a acestuia, concentrarea extractului purificat prin osmoză inversă cu utili-

2

5 zarea membranelor semipermeabile în două etape:
la prima etapă la o presiune de 2,5...3,0 MPa până la conținutul substanțelor uscate de 20...22%, după care extractul se refrigerază până la temperatura de la -1 până la -2°C și se menține în decurs de 16...24 ore cu decantare ulterioară de pe sediment și filtrare,
10 iar la etapa a doua la o presiune de 4,0...4,5 MPa până la conținutul substanțelor uscate de 38...40%.

Revendicări: 1

MD 3034 C2 2006.04.30

Descriere:

Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de obținere a colorantului roșu din tescovină de struguri.

5 Este cunoscut procedeu de obținere a colorantului din tescovină de fructe și pomușoare care include extragerea materiei prime cu soluție de bioxid de sulf, purificarea extractului prin filtru cu carton, demetalizarea cu schimbători de ioni, desulfizarea și concentrarea în vid. Desulfizarea extractului se efectuează prin electrodializă cu dozarea apei oxigenate în flux continuu [1].

Dezavantajele procedurii – proces compus și îndelungat de desulfizare, cantitatea înaltă de impurități după filtrare și concentrare, instabilitatea produsului finit.

10 Este cunoscut, de asemenea, procedeu de obținere a colorantului roșu din materie vegetală. Esența invenției constă în aceea că în calitate de materie primă vegetală se utilizează fructul copt al carmazului (*Phytolacca species*), separarea fazei lichide se efectuează prin presare cu filtrare ulterioară, înainte de concentrare faza lichidă se amestecă cu bentonită, se îngheață la -10...-12°C în decurs de 5...6 ore, apoi se dezgheață, iar concentrarea fazei lichide se efectuează la presiunea de 13...15 kPa până la un conținut de substanță uscată de 65...67% [2].

15 Refrigerarea la temperaturi foarte joase duce la cheltuieli de energie și pierderi parțiale (20...30%) de substanțe colorante la adăugarea bentonitei.

În calitate de cea mai apropiată soluție poate servi procedeu de obținere a colorantului alimentar din boștină de fructe și pomușoare, care include extragerea antocianilor din tescovină cu soluție de 0,3% acid sulfuros, desulfizarea extractului obținut cu unde acustice cu încălzire preliminară până la temperatura de 20...50°C, fermentarea extractului desulfizat, ultrafiltrarea cu utilizarea membranelor la o presiune de 0,4 MPa, hiperfiltrarea prin membrane la o presiune de 7,4 MPa, până la conținutul de substanțe colorante de 28,4 g/dm³, concentrarea în vid până la conținutul de substanțe colorante de 50,2 g/kg [3].

25 Procedeu, pe lângă avantaje, are și unele dezavantaje: pierderea substanțelor colorante în timpul desulfității, polarizarea membranelor și pierderea bruscă a capacității de lucru a membranelor semipermeabile din cauza cantităților mari de impurități și zaharuri în extractul inițial, creșterea bruscă a temperaturii produsului în procesul de concentrare, fapt ce duce la imbibarea membranelor, micșorarea productivității și mărirea perioadei de regenerare.

30 Problema pe care o rezolvă prezenta invenție constă în simplificarea procesului tehnologic de purificare și concentrare a colorantului în baza utilizării membranelor semipermeabile prin osmoza inversă, ameliorarea calității, cât și micșorarea prețului de cost al produsului finit.

35 Rezultatul se atinge prin aceea că procedeu, conform invenției, include extragerea tescovinei la fermentarea amestecului de tescovină și apă în raport de 1:1 în decurs de 12...15 zile cu separarea și limpezirea ulterioară a extractului obținut prin menținere în decurs de 8...10 zile, purificarea prin ultrafiltrare a acestuia, concentrarea extractului purificat prin osmoză inversă cu utilizarea membranelor semipermeabile în două etape: la prima etapă la o presiune de 2,5...3,0 MPa până la conținutul substanțelor uscate de 20...22%, după care extractul se refrigerează până la temperatura de la -1 până la -2°C și se menține în decurs de 16...24 ore cu decantare ulterioară de pe sediment și filtrare, iar la etapa a doua la o presiune de 4,0...4,5 MPa până la conținutul substanțelor uscate de 38...40%.

40 Obținerea extractului prin extragerea tescovinei la fermentarea amestecului de tescovină și apă permite intensificarea de 2...3 ori a procesului de purificare a extractului de impurități (substanțe balast) prin membranele semipermeabile, fapt ce duce la ameliorarea calității lui.

45 Concentrarea în două etape prin osmoză inversă permite de a intensifica procesul tehnologic, deoarece are loc reducerea procesului de polimerizare a membranelor. Separarea sedimentului de cristalele acidului tartric la refrigerare permite de a intensifica procesul de concentrare și de a-l efectua fără schimbări esențiale ale temperaturii produsului.

50 Concentrarea la prima etapă mai jos de 20% substanțe uscate nu aduce la formarea cristalelor mari de acid tartric și sedimentarea rapidă a lor în procesul de refrigerare ulterioară la temperatura de minus 1...minus 2°C, iar concentrarea mai înaltă de 22% substanțe uscate are ca urmare majorarea temperaturii mai înalte de 30°C (până la 40...45°C), ce duce la micșorarea productivității și la distrucția membranelor. Refrigerarea la temperatură mai joasă de minus 2°C nu intensifică procesul de cristalizare a acidului tartric, iar la temperatura mai ridicată de minus 1°C, procesul de cristalizare durează aproximativ 10 zile fără purificare completă.

55 Rezultatul invenției constă în simplificarea procesului tehnologic și intensificarea procesului de purificare și concentrare a colorantului roșu de struguri în baza utilizării membranelor semipermeabile, simplificarea procesului de polimerizare a membranelor, ameliorarea calității și stabilității colorantului, păstrarea proprietăților biologice active ale antocianilor, care nu sunt supuse influenței temperaturilor ridicate.

MD 3034 C2 2006.04.30

4

Procedeul se efectuează în felul următor. Tescovina dulce din soiuri roșii clasice se amestecă cu apă potabilă în raport de 1:1, se dozează suspensia de levuri selecționate pentru vinificație în volum de 1,5...2,0%, amestecul se omogenizează, apoi are loc fermentarea zaharurilor cu difuzia antocianilor. Procesul se realizează timp de 12...15 zile cu omogenizare periodică. Partea lichidă se separă de tescovină, se menține 8...10 zile pentru limpezire. Extractul obținut se purifică prin ultrafiltrare cu

utilizarea membranelor UAM - 300 (membrane de acetat celuloză pentru ultrafiltrare, 300 - capacitatea de reținere). Parametrii optimali ai procesului: presiunea 0,15...0,20 MPa, viteza fluxului tangențial 2...3 m/s, ciclul de filtrare 20...22 ore, ciclul de regenerare 8 ore.

Extractul purificat se concentrează prin osmoză inversă cu utilizarea membranelor de tipul ЭРО-95 cu

selectivitatea după NaCl de 95% (95 - nivelul de reținere al soluției de clorură de sodiu). Concentrarea la

prima etapă se efectuează la presiunea de 2,5...3,0 MPa până la atingerea concentrației de 20...22%

substanțe uscate. Concentratul de colorant roșu obținut la prima etapă se refrigerază la temperatura de

minus 1°C ... minus 2°C cu menținerea la temperatura dată în decurs de 16...24 ore.

După refrigerare concentratul se decantează de pe sediment și se supune filtrării grosiere printr-o

plasă metalică cu mărimea ochiurilor de 0,05 mm.

Concentratul purificat de cristalele acidului tartric se supune concentrării utilizând aceleași membrane

ЭРО-95, la presiunea de 4,0...4,5 MPa până la atingerea concentrației de 38...40% substanțe uscate.

Exemplul 1

10 tone de tescovină dulce roșie de soiul Cabernet-Sauvignon s-au amestecat cu apă potabilă în raport de 1:1, s-a dozat suspensie de levuri selecționate pentru industria vinicolă în volum de 1,5%. Amestecul s-a omogenizat cu fermentarea zaharurilor și difuzia antocianilor.

Fermentarea a decurs timp de 15 zile cu omogenizarea periodică. Extractul s-a separat de tescovină și s-a menținut 10 zile pentru limpezire.

S-a obținut un extract cu următorii indici: concentrația antocianilor 2,2 g/dm³, concentrația acidului tartric 3,2 g/dm³, proteine 38 mg/dm³, polizaharide 1327 mg/dm³, pH 3,1.

Pentru purificare extractul a fost supus ultrafiltrării cu utilizarea membranelor UAM-300 la presiunea de 0,2 MPa, viteza fluxului tangențial de 2 m/s, ciclul de filtrare 20 ore, ciclul de regenerare 8 ore. În urma ultrafiltrării concentrația substanțelor balast s-a micșorat esențial: proteine 12,6 mg/dm³, polizaharide 67,0 mg/dm³, pH 3,1, concentrația antocianilor 2,0 g/dm³.

Extractul purificat a fost supus concentrării prin osmoză inversă cu utilizarea la prima etapă a membranelor semipermeabile ЭРО-95. Concentrarea s-a efectuat la presiunea de 2,5 MPa până la concentrația de 20% substanțe uscate. Concentratul obținut a fost refrigerat până la temperatura de minus 1°C și menținut timp de 24 ore. După refrigerare concentratul a fost decantat de pe sediment cu filtrarea grosieră printr-o sită metalică cu mărimea ochiurilor de 0,05 mm. În rezultatul refrigerării acidul tartric s-a cristalizat. Concentrația acidului tartric a scăzut de la 18,6 până la 2,8 g/dm³.

Concentratul purificat a fost concentrat în a doua etapă utilizând același tip de membrane ЭРО-95, la presiunea de 4,0 MPa până la concentrația de 38% substanțe uscate. Concentratul de colorant roșu are următoarea compoziție chimică: concentrația antocianilor 20,7 g/dm³, acidul tartric 8,3 g/dm³. Pe parcursul a 6 luni concentratul a fost stabil, fără formarea sedimentului.

Exemplul 2

10 tone de tescovină dulce roșie de soiul Merlot s-au amestecat cu apă potabilă în raport de 1:1, s-a dozat suspensie de levuri selecționate pentru industria vinicolă în volum de 2,0%. Amestecul s-a omogenizat cu fermentarea zaharurilor și difuzia antocianilor.

Procesul de fermentare a decurs timp de 12 zile cu omogenizarea periodică. Extractul s-a separat de tescovină și s-a menținut 10 zile pentru limpezire.

S-a obținut un extract cu următorii indici: concentrația antocianilor 2,7 g/dm³, concentrația acidului tartric 4,3 g/dm³, proteine 42 mg/dm³, polizaharide 1485 mg/dm³, pH 3,3.

Purificarea extractului s-a efectuat utilizând membrane semipermeabile de tip UAM-300 la presiunea de 0,15 MPa, viteza fluxului tangențial de 2,3 m/s, ciclul de filtrare de 22 ore, ciclul de regenerare de 8 ore. În urma ultrafiltrării concentrația substanțelor balast s-a micșorat esențial: proteine 10,7 mg/dm³, polizaharide 55,3 mg/dm³, pH 3,1, concentrația antocianilor 2,6 g/dm³.

Extractul purificat a fost supus concentrării prin osmoză inversă la prima etapă cu utilizarea membranelor ЭРО-95 la presiunea de 3,0 MPa până la concentrația de 22% substanțe uscate. Concentratul obținut a fost refrigerat până la temperatura de minus 2°C și menținut timp de 16 ore. După refrigerare concentratul a fost decantat de pe sediment și filtrat grosier. Concentrația acidului tartric a scăzut de la 21,4 până la 3,2 g/dm³.

MD 3034 C2 2006.04.30

5

Concentratul purificat a fost supus concentrării prin osmoză inversă în etapa a doua la presiunea de 4,5 MPa, utilizand membranele OPO-95, până la concentrația de 40% substanțe uscate. Concentratul de colorant roșu are următoarea compoziție chimică: concentrația antocianilor 24,3 g/dm³, acidul tartric 9,6 g/dm³. Pe parcursul a 6 luni concentratul a fost stabil, fără formarea sedimentului.

Caracteristicile colorantului obținut conform procedului revendicat și conform celei mai apropiate soluții sunt prezentate în tabel.

Tabel

10

Caracteristicile	Unitatea de măsură	Procedeul conform invenției		Procedeul conform celei mai apropiate soluții
		Exemplul 1	Exemplul 2	
extractului până la purificare:				
enină	g/dm ³	2,2	2,7	3,5
acid tartric	g/dm ³	3,2	4,3	3,2
zahăr	g/dm ³	1,2	2,3	84
proteine	g/dm ³	38	42	340
polizaharide	mg/dm ³	1327	1485	3860
după purificare prin ultrafiltrare:				
presiunea	MPa	0,2	0,15	0,2
productivitatea specifică	m ³ /m ² h	3,0	2,7	1,2
enină	g/dm ³	2,0	2,2	3,0
acid tartric	g/dm ³	3,0	4,3	3,0
zahăr	g/dm ³	1,0	2,1	80,0
proteine	mg/dm ³	12,6	10,7	260
polizaharide	mg/dm ³	67,0	55,3	1270

Procedeul propus simplifică procesul de purificare și concentrare, majorează productivitatea membranelor, ameliorează calitatea produsului finit și micșorează prețul lui de cost.

15

MD 3034 C2 2006.04.30

6

(57) Revendicare:

5 Procedeu de obținere a colorantului roșu din tescovină de struguri care include extragerea tescovinei,
purificarea prin ultrafiltrare a extractului obținut și concentrarea acestuia, **caracterizat prin aceea că**
extragerea tescovinei se efectuează la fermentarea amestecului de tescovină și apă în raport de 1:1 în
decurs de 12...15 zile cu separarea și limpezirea ulterioară a extractului obținut prin menținere în decurs
de 8...10 zile, concentrarea se efectuează prin osmoză inversă cu utilizarea membranelor semipermeabile
10 în două etape: la prima etapă la o presiune de 2,5...3,0 MPa până la conținutul substanțelor uscate de
20...22%, după care extractul se refrigerază până la temperatura de la -1 până la -2°C și se menține în
decurs de 16...24 ore cu decantare ulterioară de pe sediment și filtrare, iar la etapa a doua la o presiune de
4,0...4,5 MPa până la conținutul substanțelor uscate de 38...40%.

15

(56) Referințe bibliografice:

1. SU 722195 1978
2. MD 689 F1 1998.07.31
3. SU 764371 1978.09.11

Șef Secție:

GROSU Petru

Examinator:

COLESNIC Inesa

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2005 0152		
(22) Data depozit: 2005.05.27		
(51) : Int.Cl: C09B 61/00 (2006.01)		
Alți indici de clasificare: Titlul : Procedeu de obținere a colorantului roșu din tescovină de struguri (71) Solicitantul : INSTITUTUL NAȚIONAL PENTRU VITICULTURĂ ȘI VINIFICAȚIE, MD Termeni caracteristici : colorant, tescovină de struguri, osmoză inversă		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl. (7))		
(MD, EA, SU, inclusiv și colecția „nepublică”)		
MD 1993-2006		
EA 1996-2006		
SU 1924-1994		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate și indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	1. SU 722195 1978	1
A	2. MD 689 F1 1998.07.31	1
A	3. SU 764371 1978.09.11	1
☐ Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		☐ Informația referitoare la brevete paralele se anexează
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
A - document care definește stadiul anterior general		T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria care conține baza invenției
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data		X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă
L - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)		Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă cand documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă		& - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării		2006.01.06
Examinatorul		Colesnic Inesa

RAPORT DE DOCUMENTARE

Informația referitoare la brevete paralele		(21) Nr depozit:	
Date de identificare ale documentelor citate în raport	Data publicării	Brevete paralele	Data publicării
1	2	3	4