



MD 2428 F1 2004.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) **2428** ⁽¹³⁾ **F1**
(51) Int. Cl.⁷: C 07 C 51/42, 51/43

(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată în termen de 6 luni de la data publicării	
(21) Nr. depozit: a 2002 0275 (22) Data depozit: 2002.11.15	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2004.04.30, BOPI nr. 4/2004
(71) Solicitant: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD (72) Inventatori: MEREUȚĂ Aliona, MD; ONISCU Corneliu, RO; CEBAN Tamara, MD; DUCA Gheorghe, MD (73) Titular: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD	

(54) **Procedeu de purificare a acidului tartric**

(57) **Rezumat:**

1

Invenția se referă la domeniul purificării compușilor organici, în particular a acidului tartric tehnic care poate fi utilizat în industria alimentară ca adaos în gemuri și marmelade, în pudra de cacao, în maioneză, în concentrate de tomate pentru menținerea pH-ului la valoarea de 4,3, în conserve de fructe, la acidularea vinului tânăr, a lichiorului, în industria de panificație, în industria farmaceutică, etc.

Esența invenției constă în dizolvarea acidului tartric tehnic în apă, filtrarea, separarea și spălarea cristalelor, precum și uscarea lor la 60...80°C, totodată înainte de filtrare se efectuează tratarea cu cărbune activ de 5%, apoi în soluția filtrată se

5

2

adaugă xilen, se elimină apa prin distilarea azeotropă, iar cristalele obținute de acid tartric se spală cu eter sau acetonă.

10

Rezultatul invenției constă în mărirea randamentului de acid tartric (95...96%), reducerea consumului de reagenți chimici și a prețului de cost al produsului.

Desfășurarea procesului de cristalizare a acidului tartric din amestec azeotrop permite de a asigura cristalizarea rapidă și separarea produsului finit în stare pură.

15

Revendicări: 1

MD 2428 F1 2004.04.30

MD 2428 F1 2004.04.30

3

Descriere:

Invenția se referă la un procedeu de purificare a compușilor organici, în special a acidului tartric tehnic pur care poate fi aplicat în industria alimentară ca adaos în gemuri și marmelade, în pudra de cacao, în maioneză, în concentrate de tomate pentru menținerea pH-ului la valoarea de 4,3, în conserve de fructe, la acidularea vinului tânăr, a lichiorului, în industria de panificație, în industria farmaceutică, etc.

Se cunoaște procedeul de obținere și purificare a acidului tartric, care constă în tranziția tartratului de calciu în tartrat de sodiu, purificarea și decolorarea soluției cu cărbune activ, trecerea soluției obținute, mai întâi prin cationitul KY-2, prelucrat cu sulfostirol, iar apoi prin anionitul AH-2Φ, prelucrat în prealabil la temperatura de 80...85°C cu formaldehidă, purificarea soluției cu acid tartric de impuritățile neorganice la trecerea repetată prin coloanele de adsorbție, cristalizarea acidului tartric, separarea cristalelor, spălarea și uscarea lor. Randamentul de obținere a acidului tartric conform acestui procedeu este de 90...93% [1].

Procedeul menționat prezintă o serie de dezavantaje: reprezintă un proces dificil, durează mult (24...36 h), iar pentru a obține un produs finit, cu gradul de puritate 99,6%, este nevoie ca soluțiile să fie trecute de mai multe ori prin cationit și anionit, ceea ce conduce la un consum sporit de materiale și la un preț de cost ridicat al acidului tartric obținut.

Cel mai apropiat procedeu după esența tehnică și rezultatul obținut, ales de noi în calitate de soluția cea mai apropiată, este procedeul de purificare a acidului citric și tartric, care constă în dizolvarea acidului tartric tehnic în apă, filtrarea soluției și evaporarea ei până la densitatea de 1,36...1,37, la temperatura de 80...90°C, adăugarea acidului azotic la soluția fierbinte, cristalizarea acidului tartric la răcire, separarea cristalelor prin centrifugare, spălarea cu apă și uscarea produsului finit, la temperatura de 60...80°C. Randamentul obținut prin aplicarea acestui procedeu este de 50...60% [2].

Dezavantajul acestui procedeu constă în obținerea unui randament scăzut la purificarea acidului tartric (50...60%), în consumul ridicat de reagenți și energie termică, utilizată pentru evaporarea soluției, cât și în timpul îndelungat (cca 6 h) necesar pentru efectuarea procesului de cristalizare a acidului tartric.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție constă în elaborarea unui procedeu de purificare a acidului tartric, care ar asigura obținerea acidului tartric cu un randament în produs de acid tartric 95...96%, consum scăzut de reagenți chimici, excluderea procesului de cristalizare la răcirea soluției cu acid tartric, deci obținerea unui preț de cost redus al produsului finit.

Esența invenției constă în faptul că se propune un procedeu de purificare a acidului tartric, prin dizolvarea lui în apă, filtrarea, separarea cristalelor, spălarea și uscarea lor la 60...80°C, totodată înainte de filtrare se efectuează tratarea cu cărbune activ, apoi în soluția filtrată se adaugă xilen, se elimină apa prin distilarea azeotropă, iar cristalele obținute de acid tartric se spală cu eter sau acetonă.

Rezultatul invenției constă în sporirea randamentului acidului tartric până la 95...96%, reducerea consumului de reagenți chimici și a prețului de cost al produsului.

Rezultatul obținut este condiționat în special de faptul că în urma distilării azeotrope a soluției apoase cu xilen, apa este eliminată din sistem, în consecință acidul tartric se cristalizează, el fiind practic insolubil în xilen, astfel se evită procesul de cristalizare a acidului tartric la răcirea soluției.

Exemplu de realizare a invenției

1 kg acid tartric tehnic se dizolvă în 1,5 litri de apă. Soluția obținută se tratează cu cărbune activ vegetal (5% din masa soluției), la temperatura de 60...65°C. Se agită mecanic timp de 30 minute, apoi se filtrează la cald. Peste soluția fierbinte obținută se adaugă xilen în raport volumetric de 1:1. După această urmează distilarea azeotropă prin încălzire, până la eliminarea totală a apei din sistem. Pe măsură ce apa se elimină din sistem, acidul tartric se cristalizează în formă de cristale albe.

Cristalele obținute sunt separate prin centrifugare și se spală cu eter sau acetonă pentru a înlătura rămășițele de xilen, apoi sunt uscate la temperatura de 60...80°C.

Randamentul în produsul finit este de 95...96%.

Produsul obținut este caracterizat prin analize chimice, rezultatele cărora (în %) sunt prezentate în tabelul de mai jos.

MD 2428 F1 2004.04.30

4

Indicii calității acidului tartric

Tabelul 1

Nr.	Indicii	Acidul tartric ГОСТ – 5817- 77	Acidul tartric	
			Inițial	Purificat
1	Cota masei acidului tartric, %	$\geq 99,5$	99,0	99,6
2	Substanțe insolubile în apă, %	$\leq 0,01$	0,1	0,007
3	Reziduu după calcinare, %	$\leq 0,03$	0,5	0,02
4	Sulfați (SO_4), %	$\leq 0,001$	0,4	0,0065
5	Fosfați (PO_4), %	$\leq 0,002$	0,02	0,001
6	Cloruri (Cl), %	$\leq 0,002$	0,02	0,002
7	Fier (Fe), %	$\leq 0,001$	0,01	0,0008
8	Calciu (Ca), %	$\leq 0,002$	0,02	0,001
9	Arseniu (As), %	-	0,00014	-
10	Metale grele (Pb), %	$\leq 0,001$	0,01	0,0065

5

(57) Revendicare:

- 10 Procedeu de purificare a acidului tartric prin dizolvarea lui în apă, filtrarea, separarea cristalelor, spălarea și uscarea lor la 60...80°C, **caracterizat prin aceea că** înainte de filtrare se efectuează tratarea cu cărbune activ, apoi în soluția filtrată se adaugă xilen, se elimină apa prin distilarea azeotropă, iar cristalele obținute de acid tartric se spală cu eter sau acetonă.

15

(56) Referințe bibliografice:

1. SU 169109 A 1961.03.25
2. SU 173218 A 1963. 07.27

Director-adjunct
Departament Invenții:

JOVMIR Tudor

Examinator:

EGOROVA Tamara

Redactor:

UNGUREANU Mihail

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2002 0275		
(22) Data depozit: 2002.11.15		
(51) ⁷ : C 07 C 51/42, 51/43 Alți indici de clasificare: Titlul : Procedeu de purificare a acidului tartric (71) Solicitantul : UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD Termeni caracteristici : Procedeu de purificare a acidului tartric Способ очистки винной кислоты		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl. (7))		
Int. Cl. ⁷ C 07 C 51/42, 51/43 MD baza de date 1994-2002 EA buletine oficiale 1995-2002 SU certificate de autor 1970-1991		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	SU 169109 1961.03.25	1
A	SU 173218 1963.07.27	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 evidență 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		2003.12.16
Examinatorul		EGOROVA Tamara