



MD 2774 F1 2005.05.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) 2774 (13) F1
(51) Int. Cl.⁷: C 09 B 61/00

(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 2004 0173 (22) Data depozit: 2004.07.07	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2005.05.31, BOPI nr. 5/2005
(71) Solicitanți: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD (72) Inventatori: BAERLE Alexei, MD; GUȚANU Vasile, MD (73) Titulari: UNIVERSITATEA DE STAT DIN MOLDOVA, MD; UNIVERSITATEA TEHNICĂ A MOLDOVEI, MD	

(54) Procedeu de obținere a colorantului roșu din materie primă vegetală

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la un procedeu de obținere a colorantului roșu din materie primă vegetală și poate fi aplicată în industria alimentară și cosmetică.

Procedeu, conform invenției, include mărunțirea materiei prime vegetale, extracția colorantului cu soluție apoasă conținând 40...50% vol. etanol și 0,5...1,0% mas. HCl sau 6% mas. acid citric, timp de 2,5 ore, la temperatura camerei, diluarea extrac-

2
tului obținut cu apă, separarea fazei lichide, tratarea ei cu sulfocationit în H-formă, separarea cationitului de faza lichidă, extracția colorantului cu soluție apoasă conținând 60...80% vol. etanol și 0,7...1,5% mas. HCl la temperatura de 40...50°C în condiții dinamice și concentrarea eluatului obținut prin distilare în vid.

Revendicări: 1

MD 2774 F1 2005.05.51

MD 2774 F1 2005.05.31

Descriere:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a colorantului roșu natural din materie primă vegetală și poate fi utilizată în industria alimentară și cosmetică.

5 Este cunoscut procedeu de obținere a coloranților alimentari din fructe și pomușoare. Acest procedeu constă în aceea că din materie primă se extrag coloranții prin tratarea cu acid sulfuros, apoi extractul se trece prin anionit în OH- formă (EDE-10P). După aceasta extractul se încălzește până la 100°C pentru desulfurare, urmată de tratarea cu aburi fierbinți și răcirea până la 25...30°C. Pentru înlăturarea substanțelor zaharoase extractul răcit se tratează cu drojdiile de panificație. După fermentare extractul se separă din masa solidă și se trece prin sulfocationit în H-formă pentru a înlătura impuritățile. Filtratul obținut care conține coloranți se concentrează în vid [1].

10 Dezavantajul acestui procedeu constă în aceea că el se efectuează în multe etape, cu încălzire până la 100°C și tratare cu aburi fierbinți, ceea ce necesită un consum mare de energie, iar coloranții de tipul antocianelor se hidrolizează cu formarea de agliconi puțin solubili în apă.

15 Este cunoscut procedeu de obținere a colorantului antocianic care constă în aceea că materia primă se usucă, se fărâmițează, apoi se tratează cu un agent de acilare (anhidrida acetică care conține 2% acid ortofosforic) în raportul de 10 mL agent de acilare la 4 g de materie primă, timp de 30 min. După aceasta materia primă se separă de agentul de acilare prin filtrare și se usucă din nou. Materia primă acilată și uscată se tratează timp de 1 oră cu alcool încălzit care conține 0,2% acid citric. Extractul obținut se separă din materia primă și se concentrează în vid până la densitatea necesară [2]. Dezavantajele acestui procedeu constau în consumul energiei pentru uscare și în introducerea în sistem a substanței chimice otrăvitoare (anhidrida acetică). Ca rezultat al realizării procedurii se obține colorantul modificat (acilat), contaminat cu alte substanțe-impurități.

20

25 Cel mai aproape de procedeu propus este procedeu de obținere a colorantului alimentar din materie primă vegetală (scoruse negre, coacăză neagră, sfeclă roșie). Acest procedeu constă în aceea că materia primă vegetală se mărunțește, apoi din ea se extrage colorantul folosind soluție apă-alcool la presiunea de 0,2...1,1 MPa. După aceasta extractul se fermentează cu enzimele microorganismelor fermentării citrice, se filtrează de masa solidă și se concentrează la 70°C la presiunea de 94 kPa [3]. Dezavantajul acestui procedeu constă în folosirea enzimelor și utilajelor costisitoare; nu este determinată compoziția extragentului.

30 Problema pe care o rezolvă invenția constă în propunerea condițiilor optime de extragere și separare a colorantului pur din materia primă vegetală (scoruse negre) fără utilizarea utilajelor și substanțelor costisitoare.

35 Esența invenției constă în aceea că se propune un procedeu de obținere a colorantului roșu din materie primă vegetală, care include mărunțirea materiei prime vegetale (scoruse negre), extracția cu o soluție, care conține 40...50% vol. etanol, 0,5...1,0% mas. HCl timp de 0,5 ore la temperatura camerei, raportul masei materiei prime (g) către volumul soluției (mL) fiind de 1 : 0,3. Procedura de extracție din aceeași masă de materie primă se repetă încă de 4 ori pentru a efectua extracția completă a colorantului. Porțiunile extractului obținut se unesc și se diluează de 2...3 ori cu apă, se centrifughează și se tratează cu sulfocationit în H-formă pentru sorbția coloranților antocianici din amestec, timp de 2 ore, masa sulfocationitului introdus în soluție fiind de 1,0...1,5 g la 100 mg coloranți din soluție. După sorbția coloranților cationitul se separă de soluție, se spală consecutiv cu apă și cu etanol 70% vol., apoi se tratează în condiții dinamice cu eluentul, care conține 40...80% vol. etanol, 40...60% vol. apă, 0,7...1,5% mas. HCl pentru a efectua desorbția coloranților. La 1 g de cationit se iau 5...10 mL de eluent. Eluentul se trece prin cationit la temperatura de 40...50°C cu viteza de 1...3 mL/min, iar filtratul obținut, care conține colorantul pur, se supune concentrării prin distilarea în vid la o presiune de până la 100 Pa, t=35°C.

45

50 Rezultatul obținut la realizarea procedurii constă în obținerea amestecului pur de coloranți naturali din materie primă vegetală, folosind mijloace și resurse minime.

Exemple de efectuare a procedurii

55 Exemplul 1. Fructe coapte de scoruse negre (300 g) au fost strivite pentru a provoca desprinderea scorțișoarei. Masa strivită a fost plasată în pâlnia de decantare, înzestrată cu un filtru, după care a fost tratată cu 450 mL soluție care conține 40% vol. etanol, 60% vol. apă și 0,5% mas. HCl la temperatura camerei. Extragentul a fost adăugat în porțiuni a câte 90 mL, durata fiecărei extracții a constituit 0,5 ore. Extractul total obținut a fost diluat cu apă până la 1,5 L și centrifugat. În extractul străveziu obținut a fost determinat conținutul coloranților, care a alcătuit 1040 mg/L (1560 mg). S-au adăugat 15 g de sulfocationit KY-2 în H-formă. Sorbția a avut loc la temperatura camerei timp de 2 ore. Extractul a fost decantat, cationitul a fost trecut în

MD 2774 F1 2005.05.31

4

coloana termostată cu diametrul de 1 cm și spălat consecutiv cu apă și cu etanol 70% vol. pentru eliminarea impurităților. Coloranții au fost extrași în condiții dinamice cu 150 ml soluție ce conține 60% vol. etanol, 40% vol. apă și 0,7% mas. HCl la temperatura de 40°C, viteza filtrării fiind de 1 mL/min. Randamentul extracției a constituit 81,8% (1276 mg). Filtratul a fost

5
concentrat în vid la o presiune de până la 100 Pa, la $t=35^{\circ}\text{C}$, până la volumul de 10 mL.
Exemplul 2. 400 g scorușe negre au fost pregătite conform exemplului 1. Masa strivită a fost supusă extracției cu 700 mL soluție care conține 50% vol. etanol, 50% vol. apă și 6% mas. acid citric la $t=25^{\circ}\text{C}$. Extragentul a fost adăugat în porțiuni a câte 140 mL, durata fiecărei extracții a constituit 30 min. Extractul obținut a fost diluat cu apă până la 2 L și centrifugat. În extractul

10
străveziu obținut a fost determinat conținutul coloranților, care a constituit 1117 mg/L (2234 mg). În extract au fost adăugate 22 g de sulfocationit Amberlite-IRG-130N în H-formă. Sorbția a avut loc la temperatura camerei timp de 2 ore. Extractul a fost decantat, cationitul a fost trecut în coloana termostată cu diametrul de 1 cm și spălat consecutiv cu apă și cu etanol 70% vol. Coloranții au fost extrași în condiții dinamice cu 200 mL soluție ce conține etanol 80% vol., apă

15
20% vol. și HCl 1,5% mas. la $t=50^{\circ}\text{C}$, viteza filtrării fiind de 1 mL/min. Randamentul a alcătuit 89,6% (2002 mg). Filtratul a fost concentrat la o presiune de până la 100 Pa, la $t=35^{\circ}\text{C}$, până la volumul de 10 mL.

20

(57) Revendicare:

Procedeu de obținere a colorantului roșu din materie primă vegetală care include mărunțirea materiei prime vegetale, în special a scorușelor negre, extracția colorantului cu soluție apoasă conținând 40...50% vol. etanol și 0,5...1,0% mas. HCl sau 6% mas. acid citric, timp de

25
2,5 ore, la temperatura camerei, raportul masei materiei prime vegetale la volumul soluției fiind de 1:(1,5...2,5), diluarea extractului obținut de 2...3 ori cu apă, separarea fazei lichide prin centrifugare, tratarea ei timp de 2 ore cu sulfocationit în H-formă, introdus în cantitate de 1,0...1,5g la 100 mg de colorant din faza lichidă, separarea cationitului de faza lichidă, spălarea lui cu apă și cu etanol 70% vol., extragerea colorantului cu soluție apoasă conținând 60...80%

30
vol. etanol și 0,7...1,5% mas. HCl la temperatura de 40...50°C în condiții dinamice cu viteza volumetrică de 1...3 mL/min, cantitatea soluției fiind de 5...10 mL/g, și concentrarea eluatului obținut prin distilare în vid la presiunea de circa 100 Pa și temperatura de 35°C.

35

(56) Referințe bibliografice:

1. SU 231051 1968.11.15
2. RU 2025475 C1 1994.12.30
3. RU 2018511 C1 1994.04.30

Director Departament:

CRECETOV Veaceslav

Examinator:

GUȘAN Ala

Redactor:

CANȚER Svetlana