



REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) 1562 (13) G2
(51) Int. Cl.⁷: C 12 H 1/04

(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: 99-0268 (22) Data depozit: 1999.11.26	(43) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului pe răspunderea solicitantului: 2000.11.30, BOPI nr. 11/2000
(71) Solicitanți: Bolotin Oleg, MD; Diaur Galina, MD; Bodorin Valeriu, MD; Savov Radion, MD (72) Inventatori: Bolotin Oleg, MD; Diaur Galina, MD; Bodorin Valeriu, MD; Savov Radion, MD (73) Titulari: Bolotin Oleg, MD; Diaur Galina, MD; Bodorin Valeriu, MD; Savov Radion, MD	

(54) Procedeu de obținere a sorbentului

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la industria alimentară, în special la un procedeu de obținere a sorbentului pentru limpezirea și stabilizarea mustului, sucului, vinului și a altor băuturi.

Esența invenției constă în mărunțirea bentonitei, spălarea ei cu apă dedurizată și tratarea cu agenți chimici în două etape. La etapa întâi bentonita se tratează cu soluție de 0,25...5,00% acid clorhidric la un raport bentonită:soluție de 1:20 timp de 2...4 ore. După spălarea și decantarea la etapa a doua bentonita se agită intens timp de 3...4 ore cu soluție saturată de carbonat de sodiu cu

5

10

15

2
temperatura de 40...50°C până la atingerea pH-ului 8,5...9,2, apoi se plasticifică timp de 3...4 zile. Produsul obținut umed poate fi utilizat nemijlocit ca sorbent sau el se deshidratează la temperatura de 120...125°C în decurs de 8...10 ore și se mărunțește.

Rezultatul invenției constă în mărirea suprafeței active a sorbentului.

Revendicări: 1

MD 1562 G2

3

Descriere:

Invenția se referă la industria alimentară, în special la un procedeu de obținere a sorbentului pentru limpezirea și stabilizarea mustului, sucului, vinului și a altor băuturi.

5 Este cunoscut procedeu de sporire a eficacității de limpezire și de stabilizare a sorbentului prin activarea lui cu soluție de 10% de H_2SO_4 [1].

Dezavantajele procedeuului sunt descompunerea parțială a sorbentului, folosirea concentrației înalte de acid și dificultățile pe care le prezintă controlul gradului de descompunere a mineralului.

Este cunoscut și un procedeu de tratare a bentonitei care se folosește în industria de vinificație cu 0,3...0,5 kg acid citric și cu 5... 35 kg Na_2CO_3 la 1 tonă de sorbent [2].

10 Dezavantajele procedeuului sunt folosirea acidului citric, care este deficitar și costisitor și utilizarea unor cantități mari de Na_2CO_3 .

Este cunoscut, de asemenea, procedeu de obținere a suspensiei de sorbent (bentonită, palâgorskit) care constă în levigarea și dispersarea lui în soluție de sare de fier sau aluminiu cu o concentrație de 5...50% în funcție de capacitatea de schimb a cationilor de metal ai sorbentului, păstrarea timp de 1...2 ore și 15 deshidratarea lui [3].

Dezavantajul procedeuului constă în folosirea sării de fier sau aluminiu care în concentrații considerabile se găsește în sorbenții menționați. În afară de aceasta, îmbogățirea sorbentului cu cationi de fier sau aluminiu influențează negativ asupra caracteristicilor organoleptice și asupra stabilității produsului tratat.

Se mai cunoaște procedeu de obținere a suspensiei de bentonită folosită pentru limpezirea și tratarea 20 sucului, mustului sau vinului ce include dispersarea sorbentului, activarea lui prin tratare cu ultrasunet 120...150 Hz sau 170...200 Hz [4].

Însă procedeu este costisitor, necesită instalații speciale pentru tratarea sorbentului cu ultrasunet.

Mai aproape după esența tehnică de procedeu solicitat este procedeu de obținere a sorbentului ce 25 include mărunțirea bentonitei în soluție de carbonat de sodiu, păstrarea timp de 10...12 ore. La amestecul obținut se adaugă acid clorhidric concentrat (36%) și se fierbe timp de 8 ore sub flegmă. După ce amestecul se răcește, el se tratează cu soluție de acid sau sare a acidului fosforic care contribuie la trecerea fierului sau a aluminiului în substanțe insolubile. Frațiunea solubilă se separă de cea lichidă, se adaugă substanțe care împiedică agregarea glomerulelor și se usucă timp de 10 ore la temperatura de 150°C [5].

Dezavantajele procedeuului sunt: tehnologia de producere complicată și costisitoare, cheltuielile enorme 30 de energie electrică, acid fosforic sau săruri ale acidului fosforic.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție este mărirea suprafeței active a sorbentului, sporind capacitatea lui de limpezire și de stabilizare.

Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că include mărunțirea 35 bentonitei, spălarea ei cu apă, tratarea cu agenți chimici, spălarea ulterioară și decantarea amestecului, plastificarea sorbentului obținut, uscarea și mărunțirea lui. Procedeu propus prevede ca tratarea bentonitei cu agenți chimici să se efectueze în două etape: la etapa întâi - cu soluție de 0,25...5,00% acid clorhidric la un raport mineral:soluție de 1:20 timp de 2...4 ore, după care sorbentul se spală cu apă dedurizată și se decantează, iar la etapa a doua - cu soluție saturată de carbonat de sodiu încălzită până la 40...50°C în doză de 0,8...1,3% de la greutatea mineralului până când pH-ul soluției atinge valoarea 8,5...9,2 cu agitare 40 intensă timp de 3...4 ore și plastificarea sorbentului obținut timp de 3...4 zile.

Tratarea bentonitei cu acid clorhidric aduce la îmbogățirea ei cu montmorillonit, înlăturarea impurităților, mărirea numărului de centre active pe suprafața lui și înlocuirea parțială a cationilor alcalini prin cationi de hidrogen. La așa o tratare ușoară structura rețelei de montmorillonit nu se distruge.

Totodată tratarea cu soluție saturată de carbonat de sodiu aduce la substituirea diferiților cationi din 45 mineral cu cationi de sodiu care măresc suprafața activă, intensifică efectul de dispersare și ca urmare sporește eficacitatea de limpezire și de stabilizare a sorbentului.

Schimbările intervenite în urma tratării bentonitei cu agenți chimici s-au controlat folosind metodele roentgen, de termografie și analize fizico-chimice.

În tab. 1 sunt arătați indicii fizico-chimici ai sorbentului obținuți în urma tratării bentonitei cu HCl și 50 Na_2CO_3 în diferite doze. Cum se vede din tabel, conținutul de montmorillonit și sorbția proteinelor, indicii principali ce caracterizează eficacitatea bentonitei sunt mai sporiți decât cei prevăzuți de normele tehnice (OCT 18-49-71). Folosind soluție de HCl la tratarea bentonitei cu concentrația mai mică decât 0,25%, nu se înlătură complet impuritățile de calcit din mineral în urma căruia activitatea pe suprafața sorbentului este mică. La folosirea concentrației mai mari de 5% se distruge structura montmorillonitului și se micșorează 55 eficacitatea de sorbție a proteinelor. Folosirea carbonatului de sodiu în doză de 0,8...1,3% de la greutatea bentonitei asigură obținerea sorbentului cu pH 8,5...9,2.

MD 1562 G2

4

Indicii fizico-chimici ai sorbentului au fost determinați în conformitate cu OCT-18-49-71 “Бентониты для винодельческой промышленности”.

Tabelul 1

Indicii fizico - chimici	Valoarea indicilor			
	Conform OCT 18-49-71	Sorbenti obținuți conform invenției solicitate		
		HCl 0,25% pH 8,5	HCl 0,5% pH 9,2	HCl 5% pH 9,0
Caracteristica organoleptică	fără miros	fără miros	fără miros	fără miros
Gonflare, %	nu mai puțin de 90,0	90,0	96,0	98,0
Sorbția proteinelor, %	mai mare de 25,0	26,0	38,0	38,4
pH-ul suspensiei de bentonită	nu mai mare de 9,0	8,5	9,2	9,0
Conținutul de montmorillonit	nu mai puțin de 0,4	0,41	0,52	0,54
Concentrația de fier, mg	nu mai mare de 8,0	0,7	0,8	0,7
Concentrația de arseniu	lipsește	lipsește	lipsește	lipsește
Conținutul de nisip, %	nu mai mult de 1,0	0,5	0,5	0,5

5

Conform celor expuse mai sus, obținem un nou rezultat - mărirea suprafeței active a sorbentului, sporind capacitatea lui de limpezire și stabilizare.

Procedeul se realizează în felul următor:

10 În unitățile industriale de prelucrare dotate cu utilaj necesar bentonita din s. Larguța sau Căciulia se mărunțește până la dispersia de 20x20x10, se spală cu apă dedurizată pentru înlăturarea pietrișului și nisipului. După aceea se toarnă soluție de acid clorhidric cu o concentrație de 0,25...5,00% la un raport bentonită:soluție de 1:20. Se amestecă bine și se lasă în repaus timp de 2...4 ore. Apoi sorbentul se spală cu apă dedurizată până la o reacție negativă cu ionii de clor și se decantează fracțiunea lichidă.

15 Franciunea solidă (aproximativ 36%) se tratează cu o agitare intensă timp de 3...4 ore cu o soluție caldă de 40...50°C saturată de carbon de sodiu până când pH-ul suspensiei atinge valoarea de 8,5...9,2 și se lasă pentru plastificare în repaus timp de 3...4 zile. Pentru ca suspensia de bentonită să atingă valoarea pH 8,5...9,2 este necesară o doză de carbonat de sodiu de 0,8...1,3% de la greutatea mineralului sau 0,6...0,65 dm³ soluție saturată de Na₂CO₃ la 1 kg mineral. Sorbentul umed obținut poate fi utilizat nemijlocit la tratarea mustului, vinului sau sucului sau poate fi uscat, mărunțit, ambalat în saci speciali și utilizat după

20

necesitate. Uscarea se efectuează la temperatura de 120...125°C timp de 8...10 ore, iar mărunțirea până la 100...200 μm în uscătorie turn-difuzor.

Exemplul 1

25 Bentonită din s. Larguța sau Căciulia se usucă la aer, se mărunțește până la dispersia de 20x20x10, se trece prin apă dedurizată pentru a se curăți de impurități. Se toarnă soluție de 0,25% de acid clorhidric cu un raport mineral:soluție de 1:20. Se amestecă bine și se lasă în repaus timp de 2 ore. Sorbentul se spală cu apă dedurizată până ce reacția cu ionii de clor este negativă. Franciunea solidă se separă de cea lichidă prin decantare și cu o agitare intensă timp de 3 ore se amestecă cu soluție saturată caldă de 40°C de carbonat de

30

sodiu în doză de 0,8% de la greutatea mineralului până când pH-ul suspensiei atinge valoarea 8,5 și se lasă în repaus timp de 3 zile.

Franciunea umedă de bentonită cu valoarea pH 8,5 s-a folosit nemijlocit pentru limpezirea mustului, preventiv dizolvându-se cu apă dedurizată până la concentrația de 20% .

35

Mustul obținut din soiul de viță de vie Aligote se toarnă în 4 cilindri a câte 500 cm³, se adaugă suspensia de bentonită în doze de 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 g/dm³, se agită și se lasă în repaus pentru limpezirea mustului. Mustul limpezit se decantează de pe sediment și se îndreaptă la fermentare.

Tabelul 2

Doza de bentonită, g/dm ³	Limpezirea mustului	Volumul de sediment, %	Volumul fracțiunii limpezite, %
control	2,6	40	60
0,5	1,9	38	62
1,0	0,9	35	65
1,5	0,8	42	58
2,0	0,7	46	54

MD 1562 G2

Limpezirea mustului s-a efectuat după metoda turbidimetrică.

5 Datele din tab. 2 arată că mustul în urma tratării cu bentonită începând cu doza de 1,0 g/dm³ se limpește bine, coeficientul de limpezire este de 0,7...0,9, însă luând în considerație volumul sedimentului și volumul fracțiunii limpezi concluzionăm că doza optimă de tratare este de 1,0 g/dm³. Mărirea dozei de bentonită peste 1,0 g/dm³ aduce la mărirea volumului de sediment, însă eficacitatea limpezirii se schimbă neesențial.

Exemplul 2

10 Pregătirea și activarea bentonitei se efectuează ca în ex.1, cu excepția că tratarea bentonitei se efectuează cu soluție de acid clorhidric de 5,0% timp de 4 ore și cu soluție saturată încălzită până la 50°C de carbonat de sodiu în doză de 1,3% de la greutatea mineralului agitând 4 ore până când pH-ul suspensiei atinge valoarea 9,2 și plastificarea timp de 4 zile.

După aceea fracțiunea lichidă se înlătură de cea solidă prin decantare și ultima se îndreaptă la uscare.

15 Deshidratarea sorbentului se efectuează în uscătorie turn-difuzor la temperatura de 125°C timp de 8 ore. Sorbentul deshidratat se macină până la dispersia particulelor de 100 μm și se ambalează în saci speciali a câte 50 kg fiecare.

20 Preventiv tratării se pregătește suspensia de bentonită cu o concentrație de 20%. Pentru aceasta 20 g de bentonită se amestecă bine cu 80 g de apă fierbinte, se lasă pentru gonflare pe 20...24 ore. După aceasta suspensia se agită, se încălzește până la fierbere și după răcire se aduce cu apa la nivelul de 100 cm³. Pentru tratare se iau 5 cilindri a câte 500 cm³, se toarnă vin alb sec Sovignion și se administrează suspensie de bentonită începând cu doza de 0,5; 1,0; 1,5; 2,5 g/dm³. Probele se agită bine și se lasă în repaus 1 zi pentru limpezirea vinului. Vinul limpezit se filtrează.

Tabelul 3

Doza bentonitei, g/dm ³	Limpezirea vinului după 24 ore	Rezistența la tulburări		
		proteice	cristaline	concentrația albuminei, mg/dm ³
0,5	turbure	instabil	stabil	28,0
1,0	opalescent	instabil	stabil	20,0
1,5	puțin opalescent	stabil	stabil	10,0
2,0	-----	-----	instabil	7,0
2,5	-----	-----	-----	5,0

25 Datele prezentate în tab. 3 arată că doza optimă de tratare a vinului cu suspensie de bentonită este de 1,5 g/dm³. Tratarea vinului cu așa o concentrație de bentonită scade concentrația de albumine de la 28,0 mg/dm³ la 10,0 mg/dm³.

30 El devine stabil la tulburări proteice și cristaline. Mărirea dozei de bentonită scade neesențial concentrația de albumine față de doza de 1,5 g/dm³, însă apar casări cristaline.

(57) Revendicare:

35 Procedeu de obținere a sorbentului care include mărunțirea bentonitei, spălarea ei cu apă și tratarea cu agenți chimici, spălarea produsului obținut, **caracterizat prin aceea că** tratarea cu agenți chimici se efectuează în două etape, la etapa întâi - cu soluție de 0,25...5,0% acid clorhidric la un raport bentonită:soluție de 1:20, timp de 2...4 ore, iar după decantare, la etapa a doua se agită intens timp de 3...4 ore cu soluție saturată de carbonat de sodiu cu temperatura de 40...50°C până la atingerea pH-ului 8,5...9,2, după care sorbentul obținut se plastifică timp de 3...4 zile.

(56) Referințe bibliografice:

1. Агеева Н.М., Христюк В.Т. Влияние химической и физической активации на осветляющие и стабилизирующие действия дисперсных минералов. Известия ВУЗов, Пищевая технология, 1989, № 4, с. 21-23
2. CS 226831 A
3. SU 1723113 A
4. SU 1392900 A
5. SU 223653 A

MD C2

6

Şef secție:

CRASNOVA Nadejda

Examinator:

BAZARENCO Tatiana

Redactor:

CANȚER Svetlana