

Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de obținere a colorantului roșu din tescovină de struguri. 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, desulfurarea și concentrarea în vid. Desulfurarea extractului se efectuează prin electro-dializă cu dozarea apei oxigenate în flux continuu [1].

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

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 câmăzului (*Phitolacca Species*), separarea fazei lichide se efectuează prin presare cu filtrare ulterioară, înainte de concentrare faza lichidă se amestecă cu bentonit, se îngheață la  $-10$  -  $-12^{\circ}\text{C}$  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].

Refrigerarea la temperaturi foarte joase duce la cheltuieli de energie și pierderi parțiale (20-30%) de substanțe colorante la adăul 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, desulfurarea extractului obținut cu acustice cu încălzire preliminară până la temperatura de  $40$ ... $50^{\circ}\text{C}$ , fermentarea extractului desulfurat, 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  $28,4 \text{ g/dm}^3$ , concentrarea în vacuum până la conținutul de substanțe colorante  $50,2 \text{ g/kg}$  [3].

Procedeu, necăutând la avantajele existente, are un șir de neajunsuri: pierderea substanțelor colorante în timpul desulfurării, 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 îmbibarea membranelor, micșorarea productivității și mărirea perioadei de regenerare.

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.

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 refrigerază până la temperatura de la  $-1$  până la  $-2^{\circ}\text{C}$  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%.

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

Concentrarea în două etape prin osmoza inversă permite de a intensifica procesul tehnologic din cauza reducerii procesului de polimerizare a membranelor. Separarea sedimentului de cristale a acidului tartric la refrigerare, permite de a intensifica procesul de concentrare și de a-l efectua fără schimbări esențiale a temperaturii produsului.

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

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

Procedeu se efectuează în felul următor. Tescovina dulce din soiuri roșii clasice se amestecă cu apa potabilă  $\text{H}_2\text{O}$  în raport de 1:1, se dozează suspensie de levuri selecționate pentru vinificație în volum de 1,5 - 2,0%, amestecul se omogenizează și se efectuează fermentarea zaharurilor cu difuzia antocianelor. Procesul se efectuează 12-15 d cu omogenizare periodică. Partea lichidă se separă de tescovină, se menține 8-10 d pentru limpezire. Extractul obținut se purifică prin ultrafiltrare la membranele UAM - 300 (membrane de acetat celuloză pentru ultrafiltrare, 300 - capacitatea de reținere). Parametrii optimali ai procesului: presiunea 0,15 - 0,2 Mpa, viteza fluxului tangențial 2...3 m/sec, ciclul de filtrare 20-22 h, ciclul de regenerare 8 h.

Extractul purificat se concentrează prin osmoză inversă cu utilizarea membranelor de tipul ĀRO-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 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  $1^{\circ}\text{C}$  - minus  $2^{\circ}\text{C}$  cu menținerea la temperatura dată în decurs de 16 - 24 h.

După refrigerare concentratul se decantează de pe sediment și se supune filtrării grosiere prin plasa metalică cu mărimea ochiurilor 0,05 mm.

Concentratul purificat de cristalele acidului tartric se supune concentrării la aceleași membrane ÄRO-95 la presiunea de 4,0-4,5 MPa până la atingerea concentrației de 38-40% substanțe uscate.

#### Exemplu 1.

10 tone de tescovină dulce roșie de soiul Cabernet-Sauvignon s-au amestecat cu apă potabilă în raport 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 antocianelor.

Fermentarea s-a efectuat în decurs de 15 d cu omogenizarea periodică. Extractul s-a separat de tescovină și s-a menținut 10 d pentru limpezire.

S-a obținut extract cu următorii indici: concentrația antocianelor 2,2 g/dm<sup>3</sup>, concentrația acidului tartric 3,2 g/dm<sup>3</sup>, proteine 38 mg/dm<sup>3</sup>, polizaharide 1327 mg/dm<sup>3</sup>, pH 3,1.

Pentru purificare extractul a fost supus ultrafiltrării cu utilizarea membranelor UAM-300 la presiunea de 0,2 MPa la viteza fluxului tangențial 2 m/sec, ciclul de filtrare 20 h, ciclul de regenerare 8 h. În rezultatul ultrafiltrării concentrația substanțelor balast s-a micșorat esențial: proteine 12,6 mg/dm<sup>3</sup>, polizaharide 67,0 mg/dm<sup>3</sup>, restul indicilor sunt: pH 3,1, concentrația antocianelor 2,0 g/dm<sup>3</sup>.

Extractul purificat a fost supus concentrării prin osmoza inversă la prima etapă cu utilizarea membranelor semipermeabile ÄRO-95. Concentrarea s-a efectuat la presiunea de 2,5 MPa până la concentrația de 20% substanțe uscate. Concentratul obținut se refrigerază până la temperatura de minus 1°C și se menține timp de 24 h. După refrigerare concentratul se decantează de pe sediment cu filtrarea grosieră prin sita metalică cu mărimea ochiurilor de 0,05 mm. În rezultatul refrigerării acidul tartric se cristalizează. Concentrația acidului tartric a scăzut de la 18,6 până la 2,8 g/dm<sup>3</sup>.

Concentratul purificat se concentrează la a doua etapă la același tip de membrane ÄRO-95 la presiunea de 4,0 MPa până la concentrația 38% substanțe uscate. Concentratul de colorant roșu are următoarea compoziție chimică: concentrația antocianelor 20,7 g/dm<sup>3</sup>, acidul tartric 8,3 g/dm<sup>3</sup>. Pe parcursul a 6 luni concentratul a fost stabil, fără formarea sedimentului.

#### Exemplu 2.

10 tine de tescovină dulce roșie de soiul Merlot s-au amestecat cu apă potabilă în raport 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 antocianelor.

Procesul s-a efectuat în decurs de 12 d cu omogenizarea periodică. Extractul s-a separat de tescovină și s-a menținut 10 d pentru limpezire.

S-a obținut extract cu următorii indici: concentrația antocianelor 2,7 g/dm<sup>3</sup>, concentrația acidului tartric 4,3 g/dm<sup>3</sup>, proteine 42 mg/dm<sup>3</sup>, polizaharide 1485 mg/dm<sup>3</sup>, pH 3,3.

Purificarea extractului s-a efectuat la membranele semipermeabile UAM-300 la presiunea de 0,15 MPa la viteza fluxului tangențial 2,3 m/sec, ciclul de filtrare 22 h, ciclul de regenerare 8 h. În rezultatul ultrafiltrării concentrația substanțelor balast s-a micșorat esențial: proteine 10,7 mg/dm<sup>3</sup>, polizaharide 55,3 mg/dm<sup>3</sup>, restul indicilor sunt: pH 3,1, concentrația antocianelor 2,6 g/dm<sup>3</sup>.

Extractul purificat a fost supus concentrării prin osmoză inversă la prima etapă cu utilizarea membranelor ÄRO-95 la presiunea de 3,0 MPa până la concentrația de 22% substanțe uscate. Concentratul obținut se refrigerază până la temperatura de minus 2°C și se menține timp de 16 h. După refrigerare concentratul se decantează de pe sediment și se efectuează filtrarea grosieră. Concentrația acidului tartric a scăzut de la 21,4 până la 3,2 g/dm<sup>3</sup>.

Concentratul purificat se concentrează prin osmoza inversă la a doua etapă la presiunea de 4,5 MPa la membranele ÄRO-95 până la concentrația 40% substanțe uscate. Concentratul de colorant roșu are următoarea compoziție chimică: concentrația antocianelor 24,3 g/dm<sup>3</sup>, acidul tartric 9,6 g/dm<sup>3</sup>. Pe parcursul a 6 luni concentratul a fost stabil, fără formarea sedimentului.

Caracteristica colorantului obținut conform procedului revendicat și cele mai apropiate soluții este prezentată în tabel.

Tabel

Caracteristicile	Unitatea de măsură	Procedeul conform invenției		Procedeul conform celei mai apropiate soluții
		Exemplu 1	Exemplu 2	
extractului până la purificare:				
- enină	g/dm <sup>3</sup>	2,2	2,7	3,5
- acid tartic	g/dm <sup>3</sup>	3,2	4,3	3,2
- zahăr	g/dm <sup>3</sup>	1,2	2,3	84
- proteine	g/dm <sup>3</sup>	38	42	340
- polizaharide	mg/dm <sup>3</sup>	1327	1485	3860
după purificare prin ultrafiltrare:				
Presiunea	MPa	0,2	0,15	0,2
- productivitatea specifică	m <sup>3</sup> /m <sup>2</sup> h	3,0	2,7	1,2
- enină	g/dm <sup>3</sup>	2,0	2,2	3,0

- acid tartric	g/dm <sup>3</sup>	3,0	4,3	3,0
- zahăr	g/dm <sup>3</sup>	1,0	2,1	80,0
- proteine	mg/dm <sup>3</sup>	12,6	10,7	260
- polizaharide	mg/dm <sup>3</sup>	67,0	55,3	1270

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