



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

A23L 29/00 (2024.01); A23L 33/16 (2024.01); C01F 11/46 (2024.01)

(21)(22) Заявка: 2023133064, 13.12.2023

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
13.12.2023Дата регистрации:
04.07.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 13.12.2023

(45) Опубликовано: 04.07.2024 Бюл. № 19

Адрес для переписки:

308015, г. Белгород, ул. Победы, 85, НИУ
"БелГУ", Токтарева Татьяна Михайловна

(72) Автор(ы):

Никулин Иван Сергеевич (RU),
Воропаев Валерий Сергеевич (RU),
Никуличева Татьяна Борисовна (RU),
Алфимова Наталия Ивановна (RU),
Титенко Алексей Анатольевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет" (НИУ "БелГУ") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: SU 245630 A1, 04.06.1969. EA 38221
B1, 26.07.2021. Z. PAN et al. "Preparation of
calcium sulfate dihydrate and calcium sulfate
hemihydrate with controllable crystal morphology
by using ethanol additive", CERAMICS
INTERNATIONAL, v.39, Is. 5, July 2013, p. 5495-
5502. SU 263577 A1, 10.02.1970. RU 2612780 C2,
13.03.2017. WO 2018073165 A1, 26.04.2018.

(54) Способ получения пищевой добавки E516

(57) Реферат:

Изобретение относится к получению пищевой добавки E516, представляющей собой сульфат кальция. Способ получения пищевой добавки E516 включает сушку цитрогипса от избыточной влаги в барабанной сушилке в течение 4-х часов при температуре 60°C с постоянным перемешиванием. Затем просушенное сырье подают в систему вибрационных сит с

наименьшим размером ячейки 44 мкм для грохочения и очищают в магнитном сепараторе. Изобретение позволяет снизить энергозатратность способа и удешевить полученный продукт за счет использования в качестве сырья цитрогипса, являющегося побочным продуктом синтеза лимонной кислоты. 1 ил., 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
A23L 29/00 (2016.01)
A23L 33/16 (2016.01)
C01F 11/46 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
A23L 29/00 (2024.01); A23L 33/16 (2024.01); C01F 11/46 (2024.01)

(21)(22) Application: **2023133064**, 13.12.2023

(24) Effective date for property rights:
13.12.2023

Registration date:
04.07.2024

Priority:

(22) Date of filing: 13.12.2023

(45) Date of publication: 04.07.2024 Bull. № 19

Mail address:
308015, g. Belgorod, ul. Pobedy, 85, NIU "BelGU",
Toktareva Tatyana Mikhajlovna

(72) Inventor(s):

**Nikulin Ivan Sergeevich (RU),
Voropaev Valerii Sergeevich (RU),
Nikulicheva Tatiana Borisovna (RU),
Alfimova Nataliia Ivanovna (RU),
Titenko Aleksei Anatolevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia "Belgorodskii gosudarstvennyi
natsionalnyi issledovatel'skii universitet" (NIU
"BelGU") (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING FOOD ADDITIVE E516**

(57) Abstract:

FIELD: food industry.

SUBSTANCE: invention relates to production of food additive E516, which is calcium sulphate. Method of producing the food additive E516 involves drying of citrogypsum from excess moisture in a drum dryer for 4 hours at temperature of 60°C with constant stirring. Then the dried material is fed into a system of

vibrating sieves with the smallest cell size of 44 μm for screening and cleaned in a magnetic separator.

EFFECT: invention enables to reduce energy consumption of the method and reduce the cost of the obtained product due to use of citrogypsum as a raw material, which is a by-product of citric acid synthesis.

1 cl, 1 dwg, 2 tbl

R U 2 8 2 2 3 5 6 C 1

R U 2 8 2 2 3 5 6 C 1

Предлагаемое изобретение относится к области производства пищевых добавок, а именно к получению пищевой добавки E516, представляющей собой сульфат кальция, который в соответствии с Приложением 2 и 28 технического регламента таможенного союза ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств» может использоваться для обработки муки, как уплотнитель и носитель, где под термином «носитель» понимается пищевая добавка, предназначенная для растворения, разбавления, диспергирования или других физических модификаций пищевых добавок, ароматизаторов, ферментных препаратов, нутриентов и/или иных веществ, не влияющая на их функции для повышения эффективности и упрощения их использования. А также согласно ТД (ТР ТС 029/2012, Приложение 24. Гигиенические нормативы применения питательных веществ (подкормки) для дрожжей) может использоваться в качестве питательного вещества (подкормки) для дрожжей).

Содержание сульфата кальция в пищевой добавке E516 должно составлять 99% и более. По внешнему виду это вещество более всего напоминает белый или слегка желтоватый кристаллический порошок горьковато-соленого вкуса и без запаха. Его химический состав включает в себя сернокислый кальций и различные примеси: фториды, селен и другие. Молекулярную формулу вещества можно обозначить в виде: CaSO_4 . (<https://foodandhealth.ru/dobavki/sulfat-kalciya-e516/?ysclid=lq29le9xnl318148092>).

Известен способ кристаллизации гипса реакцией хлорида кальция с сульфатом калия (статья С. Peng et al., Gypsum crystallization and potassium chloride regeneration by reaction of calcium chloride solution with potassium sulfate solution or solid, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 20, Issue 4, 2010, Pages 712-720), в котором рассматривается получение гипса с одновременной регенерацией KCl по реакции раствора CaCl_2 с K_2SO_4 . В результате данной реакции, кристаллы гипса с хорошо развитой структурой получают при добавлении раствора K_2SO_4 в раствор CaCl_2 путем медленного титрования или в несколько стадий в течение 2-8 часов с последующим 2-часовым уравниванием.

Однако приведенный способ получения гипса для использования в качестве пищевой добавки является затратным ввиду использования различных растворов, а также длительным по времени и сложным из-за необходимости медленного непрерывного титрования.

Известен способ перекристаллизации полугидрата сульфата кальция в дигидрат (Патент SU 263577, опубл. 10.02.1970, Бюл. №8), в котором рассматривается получение двухводного гипса из полуводного путем обработки полугидрата сульфата кальция в воде или в водных растворах фосфорной кислоты газообразным или водным раствором углекислого газа.

Недостатком данного способа является большой расход воды из-за необходимости репульпации, а также необходимость барботирования углекислым газом. Кроме того, использование фосфорной кислоты не позволяет использование полученного дигидрата сульфата кальция в качестве пищевой добавки без дополнительной очистки.

Известен способ получения дигидрата сульфата кальция с регулируемой морфологией кристаллов с использованием добавки этанола (статья Z. Pan et al., Preparation of calcium sulfate dihydrate and calcium sulfate hemihydrate with controllable crystal morphology by using ethanol additive, Ceramics International, Volume 39, Issue 5, 2013, Pages 5495-5502), в котором рассматривается синтез двухводного гипса с посредством реакции H_2SO_4 и $\text{Ca}(\text{OH})_2$ с использованием этанола в качестве модификатора морфологии. Кроме того, в работе

установлено, что время осаждения дигидрата сульфата кальция резко сокращается, а морфология кристаллов изменяется с увеличением добавления этанола.

Однако приведенный способ получения дигидрата сульфата кальция является дорогостоящим ввиду использования серной кислоты в синтезе гипса и этилового спирта в качестве модификатора.

Известен способ получения двухводного гипса путем сушки фосфогипса (Патент SU245630, опубл. 04.06.1969, Бюл. №19), в котором часть исходного фосфогипса в количестве 20-40% предварительно высушивают при 200-300°C в течение 30 мин до получения частично дегидратированного продукта, а затем смешивают с остальной частью исходного сырья. В процессе сушки фосфогипса при 200-300°C примерно 76-86% исходного дигидрата превращается в растворимый ангидрит, а 3-13% - в полугидрат. После смешивания высушенного продукта с влажным в течение суток происходит превращение полугидрата и растворимого ангидрита в двухводный гипс за счет механически связанной влаги, содержащейся в исходном продукте.

Однако данная технология является трудновоспроизводимой и энергозатратной при крупных объемах сырья. Кроме того, в фосфогипсе есть различные примеси, которые необходимо удалять.

Задачей предлагаемого изобретения является разработка способа получения высокочистого сульфата кальция пригодного для использования в качестве пищевой добавки E516.

Ожидаемый технический результат - снижение энергозатратности способа и дешевизна полученного продукта за счет использования в качестве сырья цитрогипса - побочного продукта синтеза лимонной кислоты, накапливаемого на полигонах открытого типа.

Поставленная задача и технический результат достигаются тем, что:

- цитрогипс, как исходное сырье состоит на 99% из $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, и в отличие от фосфогипса не содержит примесей тяжелых металлов, т.е. не требуется проведение дополнительной очистки;

- не требуется использование высоких температур во время просушки, что обеспечивает простоту технологии обработки данного сырья;

- кроме того, цитрогипс является побочным продуктом синтеза лимонной кислоты, что позволяет получить низкую себестоимость готовой продукции, а также снизить негативное воздействие на окружающую среду отвалов цитрогипса на полигонах открытого типа.

Новизна и изобретательский уровень заявленного способа заключается в том, что несмотря на известность высокого содержания CaSO_4 в цитрогипсе, из уровня техники не выявлено предположение о возможности способа его использования в качестве сырья для получения пищевой добавки E516.

Заявленный способ получения пищевой добавки E516 включает сушку цитрогипса от избыточной влаги в барабанной сушилке в течение 4-х часов при температуре 60°C с постоянным перемешиванием, затем просушенное сырье подают в систему вибрационных сит с наименьшим размером ячейки 44 мкм для грохочения и очищают в магнитном сепараторе.

Технологическая схема, поясняющая сущность изобретения, представлена на Фиг.

1.

Способ осуществляют следующим образом.

Складируемый на полигонах цитрогипс обладает избыточной влажностью вследствие того, что хранится под открытым небом. Из-за своей высокой гигроскопичности двухводный сульфат кальция может впитывать избыточное количество внешней влаги

и нуждается в предварительной просушке. Поэтому на первом этапе исходный, с высокой влажностью, цитрогипс из бункера 1 через подающее устройство 2 подают в барабанную сушилку 3, где на протяжении 4-х часов при температуре 60°C с постоянным перемешиванием происходит осушение цитрогипса от избыточной влаги. Далее по транспортеру 4 просушенное сырье подают в систему вибрационных сит 5 с наименьшим размером ячейки 44 мкм для грохочения, что позволяет получить однородный мелкодисперсный порошок. После такого просева сырье пропускают через магнитный сепаратор 6 с целью очистки от примесей. Оставшуюся крупную фракцию с примесями через систему отсева 7 выводят из производственного цикла. Просеянная очищенная мелкодисперсная фракция в свою очередь поступает в бункер-накопитель 8.

Конкретный пример осуществления способа

100 кг цитрогипса с влажностью 40% из бункера 1 через подающее устройство 2 подают в барабанную сушилку 3, где на протяжении 4-х часов при температуре 60°C с постоянным перемешиванием происходит осушение цитрогипса от избыточной влаги. Далее по транспортеру 4 просушенное сырье подают в систему вибрационных сит 5 с наименьшим размером ячейки 44 мкм для грохочения, что позволяет получить однородный мелкодисперсный порошок. После такого просева сырье пропускают через магнитный сепаратор 6 с целью очистки от примесей. Оставшуюся крупную фракцию с примесями через систему отсева 7 выводят из производственного цикла. Просеянная очищенная мелкодисперсная фракция в свою очередь поступает в бункер-накопитель 8.

Выход готового продукта составляет 50% от исходного сырья.

Полученная в результате осуществления заявленного способа мелкодисперсная фракция дигидрата сульфата кальция соответствует требованиям технического регламента таможенного союза ТР ТС 029/2012 «Требования безопасности пищевых добавок, ароматизаторов и технологических вспомогательных средств». Результаты представлены в таблице 1.

Таблица 1. Соответствие полученного сырья установленным нормам

Показатели	Требования к E516	Обработанное сырье
Содержание основного вещества (на безводной основе)		
CaSO ₄ , %	не менее 99,0	99,0
Токсичные элементы, мг/кг, не более		
As	3 мг/кг	< 3 мг/кг
Pb	5 мг/кг	< 2 мг/кг
Hg	1 мг/кг	< 1 мг/кг
Cd	–	–

В лабораторных условиях проведены исследования на бактериальную и грибную обсемененность исходного цитрогипса, природного гипса и продукта, получаемого из цитрогипса по заявленному способу. Результаты исследования, приведенные в таблице 2 показали, что обсемененность находится на уровне естественной обсемененности природного гипса, а наличия грибных колониеобразующих единиц не выявлено.

Таблица 2. Показатели обсемененности

№	Наименование материала	Показатели контроля		НД на методы контроля
		Общее количество колониеобразующих единиц, КОЕ / г		
		бактериальных	грибных	
5 1	Цитрогипс исходный	66 900	2 100	ГФ XII «Микробиологическая чистота лекарственных препаратов». ГОСТ 17.4.4.02-2017. Межгосударственный стандарт. Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа
10 2	продукт, полученный из цитрогипса по заявленному способу	56 000	Не обнаружено	
15 3	Природный гипс	65 600	800	

20 Следовательно, предлагаемый способ позволяет получить из цитрогипса, побочного продукта синтеза лимонной кислоты, сульфат кальция, соответствующий по своим свойствам требованиям, предъявляемым к пригодного для использования в качестве пищевой добавки, такой как E516.

25 Исходя из полученных результатов, можно сделать вывод, что предложенная технология обработки цитрогипса с целью использования в качестве пищевой добавки E516 является высокоэффективной и малозатратной. Следовательно, поставленная задача достигнута.

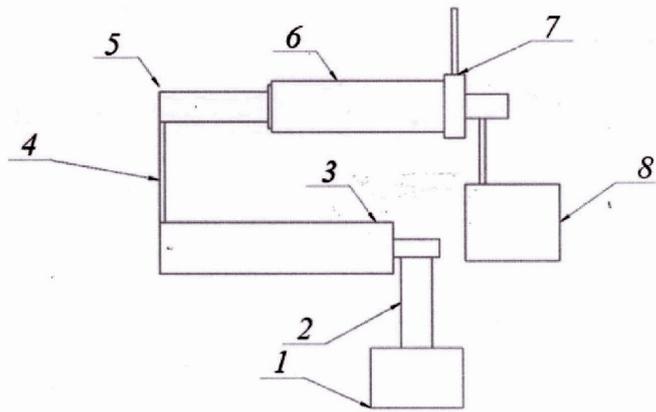
(57) Формула изобретения

30 Способ получения пищевой добавки E516, включающий сушку цитрогипса, побочного продукта синтеза лимонной кислоты, от избыточной влаги в барабанной сушилке в течение 4-х часов при температуре 60°C с постоянным перемешиванием, после чего просушенное сырье подают в систему вибрационных сит с наименьшим размером ячейки 44 мкм для грохочения и очищают в магнитном сепараторе.

35

40

45



Фиг.1