

Invenția se referă la industria vinicolă, a rachiurilor și lichiorurilor, și anume la un procedeu de obținere a distilatului de vin, alcoolurilor etilic de vin, de fructe și de pomușoare maturate.

Este cunoscut procedeu de obținere a distilatului de vin învechit (maturat) în flux pulsativ care prevede maturarea distilatului de vin pentru divin timp de trei ani într-o linie constituită din rezervoare divizate în trei compartimente, în fiecare din ele conținându-se distilat de vin pentru divin timp de diferită vârstă: de un an, doi și trei ani, și rezervoare pentru facerea plinului cu distilat de vin crud. Periodic, de 4 ori pe an, se efectuează colectarea a 25...33% de distilat în vârstă de trei ani și facerea plinului la distilatul de un an cu distilat crud, la cel de doi ani cu distilat de un an, la cel de trei ani cu distilat de doi ani. Rezervoarele se umplu prealabil cu doage de stejar tratate prin metoda tradițională, iar activarea lor se efectuează la fiecare 9 luni, cu aer, timp de 5 zile, după golirea periodică a rezervoarelor [1].

Însă, acest procedeu este destinat maturării distilatelor de vin timp de trei ani într-un volum foarte mare de fabricare, necesită un număr mare de rezervoare, pompe, conducte staționare de derivație etc. Tratarea doagelor de stejar prin metoda tradițională nu asigură calitatea înaltă a produsului pentru termenul menționat de maturare, întrucât astfel suprafața doagelor numai se curăță de impurități și nu se pregătește pentru o extracție mai intensă a substanțelor extractive, fiind insuficientă pentru asigurarea derulării proceselor de oxidoreducere necesare pentru maturarea distilatelor, ca rezultat al cărora în buchetul și gustul lor persistă nuanțe specifice maturării. Mai mult ca atât, activarea doagelor cu aer numai o singură dată la 9 luni este evident insuficientă pentru intensificarea proceselor de maturare, întrucât conținutul de oxigen în aer constituie numai 21% și solubilitatea lui în alcool este respectiv slabă - de la 8 la 11,4 mg/dm<sup>3</sup> (la un conținut de extract în limitele de la 2,5 la 0 g/dm<sup>3</sup>), atunci când volumul de oxigen necesar în primii trei ani de maturare constituie 0,4...0,46 mg/dm<sup>3</sup> pe zi la temperatura de 25°C și 0,10...0,19 mg/dm<sup>3</sup> pe zi la temperatura de 10°C [2].

Este cunoscut de asemenea procedeu de maturare a alcoolului folosit pentru pregătirea băuturilor tari, care constă în macerarea alcoolului în prezența talașului de lemn, de exemplu de stejar, oxigenului din aer cu administrarea continuă a distilatului de vin crud sau a alcoolului etilic de vin și îndepărtarea în procesul circulației continue într-un circuit închis, a distilatului îmbogățit cu substanțe din lemnul de stejar [3].

Dezavantajul acestui procedeu constă în faptul că folosirea talașului de lemn de stejar, deși permite acumularea în alcool a unei cantități esențiale de substanțe extractive, nu asigură acel grad de intensificare a proceselor de oxidoreducere, care determină calitatea înaltă a distilatului de vin sau a alcoolului etilic de vin maturat, întrucât procesele de oxidare și transformare a substanțelor se desfășoară mult mai eficient în capilarele lemnului integru, de exemplu în doage, și nu în lemnul cu structură distrusă.

Mai este cunoscut procedeu de maturare a băuturii alcoolice care prevede saturarea băuturii cu oxigen la o presiune excesivă a mediului, circulând băutura dintr-un rezervor în altul prin pulverizare cu formarea peliculei și evacuarea băuturii în alt vas [4].

Însă procedeu menționat de asemenea prevede administrarea periodică a aerului în băutură, care este însoțită de o solubilitate redusă a oxigenului din el, iar pulverizarea menționată și scurgerea produsului într-o peliculă subțire nu poate ridica în mod substanțial concentrația oxigenului necesar pentru intensificarea procesului de maturare.

Cel mai apropiat după esență și rezultatul obținut este procedeu de obținere a distilatului de vin maturat, care în prezent este cel mai frecvent aplicat, ce include cele mai raționale soluții tehnice elaborate anterior și aprobate în producere [5]. Procedeu prevede fabricarea vinurilor materie primă, distilarea lor cu obținerea distilatului de vin crud, maturarea lui în prezența lemnului de stejar: în butoaie de stejar cu un regim de alimentare cu oxigen natural sau în rezervoare cu doage de stejar tratate prealabil prin metoda tradițională și/sau termică, saturându-l cu oxigen gazos din baloane cu ajutorul unor dozatoare speciale de 3-4 ori pe an până la o concentrație masică de 25...35 mg/dm<sup>3</sup>.

Procedeu menționat permite obținerea unor distilate de vin învechite de calitate bună. Dezavantajele acestui procedeu sunt procesul lent de acumulare a substanțelor extractive în cazul utilizării butoaielor și doagelor de stejar vechi cu substanțele extractive dizolvate deja. Ele conțin cantități suficiente de compuși peroxidici ce provoacă procesele de oxidare, însă sunt sărace în substanțe extractive, în care aceste transformări urmează să aibă loc. Aceste distilate de vin adeseori au culoarea paiului, care este incompletă pentru buchetul și gustul lor. Oxigenul administrat de 3-4 ori pe an este suficient numai pentru asemenea distilate și alcooluri slab extractive și insuficient pentru decurgerea procesului de maturare a distilatelor și alcoolurilor cu priză normală de substanțe extractive. Mai mult decât atât, problema stabilității băuturilor tari determină sarcina purificării lor de metalele grele și calciu pentru a atinge o stabilitate garantată a băuturilor tari față de cașările de calciu și coloidale reversibile, precum și sarcina eliminării impurităților toxice, radionuclizilor pentru a ridica puritatea ecologică a produsului final.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție este ridicarea esențială a calității distilatelor alcoolice maturate, asigurarea stabilității garantate și purității ecologice a produsului final.

Procedeu conform invenției înlătură dezavantajele menționate mai sus prin aceea că distilatele alcoolice crude (distilatul de vin, alcoolurile etilic de vin, de fructe și de pomușoare) se supun purificării de metalele grele, calciu, impurități toxice și radionuclizi cu ajutorul rășinilor schimbătoare de ioni: cationitului IR 120 sau C20 și anionitului A 561 sau Termoxid 3A, în doze de 1...3 g/dm<sup>3</sup> într-un regim staționar sau într-un flux cu viteza debitării 1...5 m<sup>3</sup>/h prin 1 m<sup>3</sup> de preparat, iar până la maturare în butoaie de stejar sau rezervoare cu doage de stejar, alcoolurile menționate se maturează timp de trei luni în flux cu recirculație, viteza constituind 200...400 dal/h, într-un circuit închis constituit din schimbător de căldură, unde produsul se încălzește până la temperatura de 30±2°C, reactor cu doage de stejar cu suprafața specifică a doagelor de 250...700 cm<sup>2</sup>/dm<sup>3</sup>, din care 50% sunt tratate termic și 50% în mod obișnuit, iar

oxigenul pur se administrează periodic (o dată la 7 zile timp de 15 min) în fluxul amestecului recirculant printr-un pulverizator titanice de dispersie fină sub presiunea de 5 kG/cm<sup>2</sup> până la atingerea concentrației oxigenului în alcool de 20...25 mg/dm<sup>3</sup>.

Esența procedurii constă în aceea că se realizează:

purificarea produsului cu ajutorul rășinilor schimbătoare de ioni IR 120 sau C 20 și A 561 sau Termoxid 3A de metalele grele, compuși și elemente toxice, radionuclizi, după care practic nu se modifică caracteristicile organoleptice ale lui: aroma și gustul; totodată prin înlăturarea metalelor grele, microelementelor care ulterior pot servi ca centre de formare a cașărilor cristaline, coloidale reversibile și de alt gen, se asigură o stabilitate garantată a alcoolurilor maturate, crește inofensivitatea utilizării produsului finit;

intensificarea proceselor de extracție a substanțelor extractive la maturarea distilatului de vin, alcoolurilor etilic de vin, de fructe și de pomușoare prin menținerea unei temperaturi constante înalte de maturare (+30°C) și prin contactul în flux cu doagele de stejar având suprafața specifică de 250...700 cm<sup>2</sup>/dm<sup>3</sup> permanent irigată;

majorarea suprafeței de contact și intensificarea proceselor de scindare a compușilor extractivi ai lemnului de stejar, datorită pregătirii termice prealabile a 50% din doagele ce contactează cu alcoolul, prin încălzirea lor timp de 72 ore la temperatura de 120...140°C, ce creează fisuri adânci în structura fibroasă a lemnului și face accesibile pentru extracție nu numai straturile superficiale, dar și cele mult mai adânci ale lui, și de asemenea contribuie la descompunerea mai rapidă a ligninei cu formarea aldehydelor aromatice și a altor compuși specifici alcoolurilor maturate;

intensificarea proceselor de oxidoreducere în capilarele și fisurile doagelor de stejar pe baza creării unui regim optim de alimentare cu oxigen a procesului de maturare prin administrarea în fluxul de alcool a unei cantități suficiente de oxigen pur prin dispozitivul de pulverizare de dispersie fină, ceea ce ridică gradul de solubilitate și combinare cu alcoolul; ca rezultat are loc oxidarea mult mai rapidă a substanțelor tanante extrase, deci se măjorează gradul de oxidare, drept consecință alcoolul capătă o culoare aurie elegantă și un gust moale, armonios;

obținerea timp de trei luni a unui produs maturat după compoziția fizico-chimică și calitate, similar celor supuse maturării timp de 2-3 ani în butoaie sau în rezervoare cu doage de stejar.

Rezultatul constă în obținerea distilatului de vin, alcoolurilor etilic de vin, de fructe și de pomușoare suficient oxidate, cu conținut mare de substanțe extractive, eliberat de metalele grele, calciu și elemente toxice, inclusiv radionuclizi, obținerea unui produs de calitate superioară stabil și ecologic pur.

Realizarea procedurii revendicat este prezentată în exemplele ce urmează.

*Exemplul 1.* Vinul materie primă cu tăria de 9% vol. și cu următoarele concentrații masice ale componentelor: acizi titrați 10 g/dm<sup>3</sup>, acizi volatili 1,2 g/dm<sup>3</sup>, zahăr rezidual 1 g/dm<sup>3</sup>, acid sulfuros total 10 mg/dm<sup>3</sup>, extract total 0,2 g/dm<sup>3</sup>, conținând 1% de drojdii de vin a fost supus distilării fracționare la instalația ПУ-500 cu separarea fracțiunii medii - alcoolului etilic de vin crud. Acest alcool a fost maturat după tehnologia cunoscută (martor) și tehnologia solicitată. Conform tehnologiei solicitate, alcoolul etilic de vin crud a fost tratat cu rășini schimbătoare de ioni: cationitul IR 120 și anionitul A 561 în flux pe coloană conținând 1 m<sup>3</sup> de preparat cu viteza fluxului de 1 m<sup>3</sup>/h. Compozițiile fizico-chimice ale alcoolului etilic de vin crud obținut după distilare (martor) și după tratare cu rășinile schimbătoare de ioni sunt prezentate în tabelul 1. Alcoolul etilic de vin purificat a fost maturat în decurs de trei luni la temperatura de +32°C în regim recirculant cu viteza de 300 dal/h prin doagele de stejar (50% tratate termic + 50% tratate în mod obișnuit) cu suprafața specifică de contact de 400 cm<sup>2</sup>/dm<sup>3</sup>; dozarea oxigenului s-a efectuat printr-un pulverizator titanice de dispersie fină de 12 ori câte 15 min sub presiunea de 5 kG/cm<sup>2</sup> până la atingerea concentrației de oxigen dizolvat de 25 mg/dm<sup>3</sup>. În varianta martor alcoolul etilic de vin crud a fost maturat într-un butoi de stejar timp de 3 luni la temperatura de 22,5°C. Compozițiile fizico-chimice ale alcoolului etilic de vin maturat conform procedurii cunoscut și celui solicitat sunt prezentate în tabelul 2.

După cum este prezentat în tabelul 1, compoziția fizico-chimică a alcoolului etilic de vin crud tratat cu rășini schimbătoare de ioni după conținutul compușilor volatili s-a modificat neesențial. Luând în considerație pragurile de percepere a acestor compuși, modificările conținutului acestora nu se reflectă asupra caracteristicilor organoleptice ale produsului tratat (notele degustării - 7,50 și 7,52 puncte). În același timp, reducerea conținutului de fier, cupru și calciu până la cantități tip urmă, de elemente toxice și radionuclizi până la lipsă definitivă a lor sau sub nivelul valorilor admise, are ca rezultat obținerea unor materiale purificate de elemente toxice, radioactive și de substanțele care contribuie la formarea precipitatelor.

Tabelul 1

| Denumirea indicilor                             | Compoziția fizico-chimică a alcoolului etilic de vin crud |   |
|---|---|---|
|   | după distilare (martor)                                   | după tratare cu rășini schimbătoare de ioni |
| Fracția volumetrică a alcoolului etilic, %      | 69,1  | 69,05                                       |
| Concentrațiile masice, mg/100 cm <sup>3</sup> : |   |   |
| alcooli superiori                               | 258   | 256   |
| aldehyde  | 14,8  | 15  |
| eteri neutri                                    | 89  | 87  |
| acizi volatili                                  | 26  | 25  |

|  |       |          |
|--|-------|----------|
| furfurol   | 0,6   | 0,2      |
| acid sulfuros total                                    | 15,8  | 15,9     |
| alcool metilic, g/dm <sup>3</sup>                      | 0,5   | 0,3      |
| fier, mg/dm <sup>3</sup>                               | 0,9   | urme     |
| cupru, mg/dm <sup>3</sup>                              | 1,4   | urme     |
| calciu, mg/dm <sup>3</sup>                             | 24,0  | lipsește |
| plumb, mg/kg   | 0,2   | lipsește |
| cadmiu, mg/kg  | 0,01  | lipsește |
| arsen, mg/kg   | 0,1   | lipsește |
| zinc, mg/kg  | 0,5   | lipsește |
| mercur, mg/kg  | 0,001 | lipsește |
| radionuclizi de Ce <sup>137</sup> , Bk/dm <sup>3</sup> | 50,0  | 2,2      |
| radionuclizi de Sr <sup>90</sup> , Bk/dm <sup>3</sup>  | 60,0  | 1,5      |
| Aprecierea organoleptică, puncte                       | 7,50  | 7,52     |

Tabelul 2

| Denumirea indicilor                                   | Compoziția fizico-chimică a alcoolului etilic de vin maturat 3 luni |                              |
|---|---|------------------------------|
|   | conform procedurii cunoscut   | conform procedurii solicitat |
| Densitatea optică (A=440 nm, lungimea chiuvetei 5 mm) | 0,02  | 0,15                         |
| Concentrații masice, g/dm <sup>3</sup> :              |   |                              |
| extract total   | 0,08  | 0,62                         |
| substanțe tanante                                     | 0,06  | 0,36                         |
| lignină   | 0,01  | 0,15                         |
| vanilină, mg/dm <sup>3</sup>                          | absent  | 2,3                          |
| Gradul de oxidare a substanțelor tanante, %           | 3,0   | 21,2                         |
| Aprecierea organoleptică, puncte                      | 7,58  | 7,80                         |

Datele prezentate în tabelul 2 dovedesc că maturarea conform procedurii solicitat are avantaje esențiale față de cel cunoscut: alcoolul etilic de vin maturat se distinge de martor prin conținutul sporit de substanțe extractive, inclusiv substanțe tanante și lignină, gradul mult mai ridicat de oxidare a substanțelor tanante și prin prezența aldehidei aromatice - vanilinei, avantaje care se ating numai cu intensificarea procesului de maturare a distilatului, ceea ce se confirmă prin punctajul estimativ de degustare mult mai înalt (7,80 față de 7,58 puncte).

*Exemplul 2.* Alcoolul etilic de vin maturat conform procedurii cunoscut și celui revendicat se prepară ca în exemplul 1, cu excepția faptului că purificarea alcoolului se realizează cu Termoxid 3A la viteza fluxului de 5 m<sup>3</sup>/h, rezultatele fiind prezentate în tabelele 3 și 4.

Tabelul 3

| Denumirea indicilor                             | Compoziția fizico-chimică a alcoolului etilic de vin crud |   |
|---|---|---|
|   | după distilare (martor)                                   | după tratare cu rășini schimbătoare de ioni |
| Fracția volumetrică a alcoolului etilic, %      | 67,4  | 67,2  |
| Concentrațiile masice, mg/100 cm <sup>3</sup> : |   |   |
| alcooli superiori                               | 314   | 308   |
| aldehide  | 24,3  | 25,0  |
| eteri neutri                                    | 187   | 178   |
| acizi volatili                                  | 46,0  | 42,5  |
| furfurol  | 0,3   | 0,1   |
| acid sulfuros total                             | 10,4  | 8,9   |
| alcool metilic, g/dm <sup>3</sup>               | 0,2   | urme  |
| fier, mg/dm <sup>3</sup>                        | 0,9   | 0,1   |
| cupru, mg/dm <sup>3</sup>                       | 1,4   | 0,5   |
| calciu, mg/dm <sup>3</sup>                      | 24,0  | 0,36  |
| plumb, mg/kg                                    | 0,2   | 0,001                                       |
| cadmiu, mg/kg                                   | 0,01  | 0,002                                       |
| arsen, mg/kg                                    | 0,1   | lipsește                                    |

|   |       |          |
|---|-------|----------|
| zinc, mg/kg                                     | 0,5   | 0,1      |
| mercur, mg/kg                                   | 0,001 | lipsește |
| radionuclizi de $Ce^{137}$ , Bk/dm <sup>3</sup> | 50,0  | 1,0      |
| radionuclizi de $Sr^{90}$ , Bk/dm <sup>3</sup>  | 60,0  | 1,2      |
| Aprecierea organoleptică, puncte                | 7,60  | 7,60     |

Tabelul 4

| Denumirea indicilor                                   | Compoziția fizico-chimică a alcoolului etilic de vin maturat 3 luni |                              |
|---|---|------------------------------|
|   | conform procedurii cunoscut   | conform procedurii solicitat |
| Densitatea optică (A=440 nm, lungimea chiuvetei 5 mm) | 0,05  | 0,25                         |
| Concentrații masice, g/dm <sup>3</sup> :              |   |                              |
| extract total   | 0,15  | 0,52                         |
| substanțe tanante                                     | 0,09  | 0,29                         |
| lignină   | 0,01  | 0,16                         |
| Gradul de oxidare a substanțelor tanante, %           | 2,7   | 18,8                         |
| Vanilină, mg/dm <sup>3</sup>                          | 0,3   | 2,6                          |
| Aprecierea organoleptică, puncte                      | 7,7   | 7,85                         |

Conform datelor prezentate în tab. 3 și 4, calitatea produsului finit obținut conform procedurii solicitat este evident mai înaltă comparativ cu procedurii cunoscut.