



REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) 1929 (13) B1
(51) Int. Cl.⁷: C 12 H 1/22, 1/04;
C 12 G 3/00, 3/07

(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 2001 0347 (22) Data depozit: 2001.07.19	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2002.05.31, BOPI nr. 5/2002
(71) Solicitanți: BAEV Oleg, MD; CERNEȚKY Serghei, MD; FROLOVA Janna, MD (72) Inventatori: BAEV Oleg, MD; CERNEȚKY Serghei, MD; FROLOVA Janna, MD (73) Titulari: BAEV Oleg, MD; CERNEȚKY Serghei, MD; FROLOVA Janna, MD	

(54) Procedeu de obținere a distilatelor alcoolice maturate

(57) Rezumat:

1 Invenția se referă la industria vinicolă, a rachiurilor și lichiorurilor.

Noutatea constă în aceea că după distilare distilatul de vin, alcoolurile etilic de vin, de fructe și de pomușoare (crude) se supun purificării de 5 metale grele, calciu, radionuclizi și impurități toxice, cu ajutorul rășinilor schimbătoare de ioni: cationitul IR 120 sau C 20 și anionitul A 561 sau Termoxid 3A în doze de 1...3 g/dm³ în regim staționar sau în flux cu viteza de debitare 1...5 m³/h, iar până la maturare în butoaie de stejar sau în rezervoare emailate în prezența doagelor de stejar alcoolurile menționate se maturează timp de 3 luni în flux cu recirculație, viteza fiind 200...400 dal/h, într-un circuit închis constituit din schimbător de căldură, unde produsul se încălzește

2 până la temperatura de 30±2°C, reactor cu doage de stejar cu suprafața specifică a doagelor de 5 250...700 cm²/dm³, din care 50% sunt tratate termic și 50% în mod obișnuit, iar oxigenul se administrează în fluxul amestecului recirculant printr-un pulverizator titanice de dispersie fină, o dată în 7 zile, timp de 15 min, sub o presiune de 5 kG/cm² până la concentrația oxigenului în alcool de 10 20...25 mg/dm³.

Rezultatul constă în accelerarea procesului de maturare, obținerea unui produs finit de calitate superioară, stabil și ecologic pur.

Revendicări: 1

MD 1929 B1 2002.05.51

Descriere:

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.

5 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 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].

10 Înșă, 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, 15 întrucât conținutul de oxigen în aer constituie numai 21% și solubilitatea lui în alcool este respectiv slabă - de la 8 la 11,4 mg/dm³ (la un conținut de extract în limitele de la 2,5 la 0 g/dm³), atunci când volumul de oxigen necesar în primii trei ani de maturare constituie 0,4...0,46 mg/dm³ pe zi la temperatura de 25°C și 0,10...0,19 mg/dm³ pe zi la temperatura de 10°C [2].

20 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].

25 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.

30 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].

35 Înșă 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.

40 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/dm³.

45 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 butoaielelor 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 50 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

MD 1929 B1 2002.05.31

calciu pentru a atinge o stabilitate garantată a băuturilor tari față de casările de calciu și coloidale reversibile, precum și sarcina eliminării impurităților toxice, radionuclizilor pentru a ridica puritatea ecologică a produsului final.

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

Procedeele 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 $1...3 \text{ g/dm}^3$ într-un regim staționar sau într-un flux cu viteza debitării $1...5 \text{ m}^3/\text{h}$ prin 1 m^3 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 $200...400 \text{ dal/h}$, într-un circuit închis constituit din schimbător de căldură, unde produsul se încălzește până la temperatura de $30\pm 2^\circ\text{C}$, reactor cu doage de stejar cu suprafața specifică a doagelor de $250...700 \text{ cm}^2/\text{dm}^3$, 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 titanic de dispersie fină sub presiunea de 5 kG/cm^2 până la atingerea concentrației oxigenului în alcool de $20...25 \text{ mg/dm}^3$.

Esența procedurii constă în aceea că se realizează:

20 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 casărilor cristaline, coloidale reversibile și de alt gen, se asigură o stabilitate garantată a alcoolurilor maturate, crește inofensivitatea utilizării produsului finit;

25 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 ($+30^\circ\text{C}$) și prin contactul în flux cu doagele de stejar având suprafața specifică de $250...700 \text{ cm}^2/\text{dm}^3$ permanent irigată;

30 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 $120...140^\circ\text{C}$, 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;

35 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 majorează gradul de oxidare, drept consecință alcoolul capătă o culoare aurie elegantă și un gust moale, armonios;

40 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.

45 Realizarea procedurii revendicată 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^3 , acizi volatili $1,2 \text{ g/dm}^3$, zahăr rezidual 1 g/dm^3 , acid sulfuros total 10 mg/dm^3 , extract total $0,2 \text{ g/dm}^3$, conținând 1% de drojdii de vin a fost supus distilării fracționare la instalația IY-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^3 de preparat cu viteza fluxului de $1 \text{ m}^3/\text{h}$. 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 $+32^\circ\text{C}$ 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 $400 \text{ cm}^2/\text{dm}^3$; dozarea oxigenului s-a efectuat de 12 ori câte 15 min sub presiunea de 5 kG/cm^2 până la atingerea

MD 1929 B1 2002.05.31

5

concentrației de oxigen dizolvat de 25 mg/dm³. 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.

5 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 ³ :		
alcooluri superioare	258	256
aldehide	14,8	15
eteri neutri	89	87
acizi volatili	26	25
furfural	0,6	0,2
acid sulfuros total	15,8	15,9
alcool metilic, g/dm ³	0,5	0,3
fier, mg/dm ³	0,9	urme
cupru, mg/dm ³	1,4	urme
calciu, mg/dm ³	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 ¹³⁷ , Bk/L	50,0	2,2
radionuclizi de Sr ⁹⁰ , Bk/L	60,0	1,5
Aprecierea organoleptică, puncte	7,50	7,52

15

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 ³ :		
extract total	0,08	0,62
substanțe tanante	0,06	0,36
lignină	0,01	0,15
vanilină, mg/dm ³	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 sport

MD 1929 B1 2002.05.31

6

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).

- 5 *Exemplul 2.* Alcoolul etilic de vin maturat conform procedurii cunoscute 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 m³/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 ³ :		
alcooluri superioare	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 ³	0,2	urme
fier, mg/dm ³	0,9	0,1
cupru, mg/dm ³	1,4	0,5
calciu, mg/dm ³	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/L	50,0	1,0
radionuclizi de Sr ⁹⁰ , Bk/L	60,0	1,2
Aprecierea organoleptică, puncte	7,60	7,60

10

Tabelul 4

Denumirea indicilor	Compoziția fizico-chimică a distilatului de vin (pentru coniac) maturat 3 luni	
	conform procedurii cunoscute	conform procedurii solicitate
Densitatea optică (A=440 nm, lungimea chivetei 5 mm)	0,05	0,25
Concentrații masice, g/dm ³ :		
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 ³	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 solicitate este evident mai înaltă comparativ cu procedura cunoscută.

MD 1929 B1 2002.05.31

7

(57) Revendicare:

- Procedeu de obținere a distilatelor alcoolice maturate, care prevede fabricarea vinurilor materie primă, obținerea distilatelor alcoolice crude și maturarea lor în prezența lemnului de stejar,
- 5 **caracterizat prin aceea că** în calitate de distilate alcoolice crude se utilizează distilatul de vin sau alcoolul etilic de vin sau alcoolul etilic de fructe și de pomușoare care se supun purificării de metalele grele, calciu, impurități toxice și radionuclizi cu ajutorul rășinilor schimbătoare de ioni: cationitul IR 120 sau C 20 și anionitul A 561 sau Termoxid 3A în doze de $1...3 \text{ g/dm}^3$, în regim staționar sau în flux cu viteza de debitare $1...5 \text{ m}^3/\text{h}$, iar până la maturare în butoaie de stejar sau în rezervoare cu doage de
- 10 stejar distilatul de vin, alcoolurile etilic de vin, de fructe și de pomușoare se maturează timp de trei luni în flux cu recirculație, viteza fiind $200...400 \text{ dal/h}$, într-un circuit închis constituit din schimbător de căldură, unde produsul se încălzește până la temperatura de $30\pm 2^\circ\text{C}$, reactor cu doage de stejar cu suprafața specifică a doagelor de $250...700 \text{ cm}^2/\text{dm}^3$, din care 50% sunt tratate termic și 50% în mod obișnuit, iar oxigenul se administrează în fluxul amestecului recirculant printr-un pulverizator titanice
- 15 de dispersie fină, o dată la fiecare 7 zile, timp de 15 min, sub o presiune de 5 kG/cm^2 până la atingerea concentrației în alcool de $20...25 \text{ mg/dm}^3$.

(56) Referințe bibliografice:

1. Технологическая инструкция по созреванию коньячного спирта в пульсирующем потоке, утвержденная МПП СССР 22.10.76г. Сборник технологических инструкций, правил и нормативных материалов по винодельческой промышленности, 1985г.
2. Фролова Ж.Н., Семенов Н.Т., Кроитор Н.И. Связывание кислорода коньячным спиртом. Садоводство, виноградарство и виноделие Молдавии, 1976, № 5, с. 23-25
3. SU 215185 A
4. RU 2064497 C1
5. RG 67-02934365-01-96. Regulile principale de producere a DIVIN-ului, aprobate de Ministerul Agriculturii și Alimentației al Republicii Moldova, 23.08.1996

Șef Secție:

CRASNOVA Nadejda

Examinator:

COLESNIC Inesa

Redactor:

CANȚER Svetlana