



MD 826 Y 2014.10.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **826** (13) **Y**
(51) Int.Cl: *C12G 1/02* (2006.01)
C12G 3/00 (2006.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ

În termen de 6 luni de la data publicării mențiunii privind hotărârea de acordare a brevetului de invenție de scurtă durată, orice persoană poate face opoziție la acordarea brevetului	
(21) Nr. depozit: s 2014 0039 (22) Data depozit: 2014.03.19	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2014.10.31, BOPI nr. 10/2014
(71) Solicitant: PRIDA Ivan, MD (72) Inventatori: PRIDA Ivan, MD; IALOVAIA Antonina, MD; KRAJEVSKAIA Alla, MD; BANCOV Victor, MD (73) Titular: PRIDA Ivan, MD	

(54) Procedeu de acidifiere a produselor vinicole

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la industria vinicolă, în special la un procedeu de acidifiere a produselor vinicole cu diferită destinație.

Procedeul, conform invenției, include tratarea produselor vinicole cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electodializă cu substituirea cationilor sărurilor tartrice cu

2
cationi de hidrogen. Totodată produsele vinicole sunt încălzite în prealabil, iar înainte sau în procesul tratării în ele sunt introduse în exces și solubilizate până la saturație săruri tartrice, preponderent piatră de vin.

Revendicări: 2

MD 826 Y 2014.10.31

(54) Process for acidification of wine-making products**(57) Abstract:**

1

The invention relates to the wine industry, particularly to a process for acidification of wine-making products with different destination.

The process, according to the invention, comprises treatment of wine-making products with ion-exchange resins or electrodialysis with substitution of tartrate salt cations by

2

hydrogen cations. At the same time, the wine-making products are preheated, and before or during the treatment process therein are introduced in excess and dissolved to saturation tartrate salts, predominantly cream of tartar.

Claims: 2

(54) Способ подкисления продуктов виноделия**(57) Реферат:**

1

Изобретение относится к винодельческой промышленности, а именно к способу подкисления продуктов виноделия различного назначения.

Способ, согласно изобретению, включает обработку продуктов виноделия ионообменными смолами или электролизом с замещением катионов

2

виннокислых солей на катионы водорода. При этом продукты виноделия предварительно нагревают, а до или во время процесса обработки в них вносят с избытком и растворяют до насыщения виннокислые соли, преимущественно винный камень.

П. формулы: 2

Descriere:

Invenția se referă la industria vinicolă, în special la un procedeu de acidifiere a produselor vinicole cu destinație diferită.

5 Acidifierea produselor vinicole este un procedeu de rutină, inclus în documentele normative la fabricarea acestora cu unele restricții, care se referă la limitele acestui procedeu și natura acidifiantilor utilizați. Pentru struguri proaspeți, must, mustuală, vin în fermentare, suc de struguri, must parțial fermentat, vinuri și produse pe bază de vin este admisă acidifierea cu utilizarea acidului tartric și altor acizi organici [1].

10 Procedul menționat este simplu și cel mai răspândit în industria vinicolă. Ca neajuns se poate menționa doar costul destul de ridicat al acizilor organici și folosirea incompletă a potențialului natural al materiei prime.

Este cunoscut procedul de fabricare a produselor vinicole, în particular a mustului, care include majorarea acidității (acidifierea) prin amestec cu acidifianți naturali — must din soiuri de struguri cu aciditatea ridicată sau obținut la prelucrarea strugurilor verzi, nematurați, la care aciditatea poate să atingă 30 g/dm^3 [2].

15 Procedul cunoscut, cu folosirea în scopul acidifierii a potențialului natural al materiei prime, este costisitor. Mai mult ca atât, acidifiantul natural folosit (mustul cu aciditate ridicată sau din struguri verzi) se caracterizează printr-un conținut nestabil și neoptimal pentru acidifiere, fapt ce poate duce chiar la diminuarea calității produsului finit.

20 Este cunoscut, de asemenea, procedul de acidifiere a produselor vinicole ca mustul [3] sau vinul [4], care prevede schimbarea cationilor sărurilor tartrice, care se conțin în ele (primordial cationii de potasiu K^+), cu cationii de hidrogen (H^+), în procesul tratării produselor vinicole cu rășini schimbătoare de ioni ori tratării prin electrodializă utilizând membrane selective [5].

25 Procedul de acidifiere cunoscut permite în mare măsură folosirea rezervelor interne ale produselor vinicole la acidifierea lor, cu obținerea, la un preț de cost rezonabil și fără modificarea substanțială a altor indici, a unor produse vinicole nu numai acidulate, ci și mai stabile atât din punct de vedere microbiologic, cât și fizico-chimic. Procedul cunoscut de acidifiere, cu folosirea diferitor tehnici, capătă din ce în ce mai multă răspândire pe măsura perfecționării acestor tehnici, fapt confirmat și de recunoașterea lor de către OIVV (Rezoluțiile Organizației Internaționale a Viei și Vinului: Oeno 360/2010, 361/2010 și Oeno 442/2012, 443/2014).

30 În același timp, procedul menționat, efectuat atât prin contact cu rășini schimbătoare de cationi în formă H^+ , cât și prin electrodializă, permițând ridicarea considerabilă a acidității active în produsele vinicole tratate (diminuând pH-ul), este limitat de concentrațiile cationilor sărurilor tartrice din aceste produse.

35 Menționăm că înlocuirea a $1,0 \text{ g}$ de ioni de potasiu (K^+) din produsele vinicole, în care aceștia se află preponderent în componența bitartratului de potasiu (KHTar), cu ioni de hidrogen (H^+) duce la majorarea acidității titrabilă (calculată în acid tartric) doar cu $1,9 \text{ g}$, iar concentrația ionilor de potasiu în aceste produse este limitată de solubilitatea sărurilor (care depinde primordial de temperatură și concentrația alcoolului). Chiar dacă aceste săruri se pot afla în stare de suprasaturație, concentrația lor nu depășește $2,0 \text{ g/dm}^3$ în must și $1,0 \text{ g/dm}^3$ în vinuri materie primă. Ca regulă, concentrația potasiului în aceste produse vinicole este cu mult mai joasă și poate atinge valorile minime de $0,4 \text{ g/dm}^3$ în must și de $0,1 \text{ g/dm}^3$ în vinurile tratate (Кишковский З.Н., Скурихин И.М. Химия вина. Москва, Агропищепромиздат, 1988, p.137).

40 Problemele pe care le rezolvă invenția propusă sunt largirea limitelor de acidifiere a produselor vinicole, inclusiv producerea unor acidifianți alimentari cu aciditate sporită, care pot fi folosiți pentru acidifierea unei game largi de produse alimentare, inclusiv a produselor vinicole.

45 Problemele expuse sunt rezolvate prin aceea că procedul de acidifiere a produselor vinicole propus include tratarea acestora cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electrodializă cu substituirea cationilor sărurilor tartrice cu cationi de hidrogen, totodată produsele vinicole sunt încălzite în prealabil, iar înainte sau în procesul tratării în ele sunt introduse în exces și solubilizate până la saturație săruri tartrice, preponderent piatră de vin.

Produsele vinicole sunt încălzite până la temperatura de $45...95^\circ\text{C}$, iar solubilizarea sărurilor tartrice și tratarea cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electrodializă se efectuează repetat.

Acidifierea produselor vinicole, conform procedului propus, nu este limitată de componența produselor vinicole inițiale, deoarece în calitate de sursă a acidifierii servesc nu numai sărurile care se conțin natural în aceste produse vinicole, ci și sărurile tartrice introduse și solubilizate, inclusiv repetat, cantitatea cărora poate fi stabilită în dependență

5

de scopurile și necesitățile de acidifiere.

Folosirea în calitate de săruri tartrice a pietrei de vin, separată după păstrarea și/sau tratarea produselor vinicole, care este un deșeu natural al industriei vinicole, și care prezintă materie primă disponibilă și destul de ieftină, permite folosirea rațională, în scopul acidifierii produselor vinicole, a materiei prime vinicole naturale, corespunzătoare

10

compoziției lor. Adăugată cu exces în produsele vinicole, piatra de vin asigură obținerea concentrației maxim posibile pentru condițiile date (concentrația de saturație) în termenele și regimurile optime.

Ținând cont de faptul că solubilitatea pietrei de vin în produsele vinicole este limitată și

15

depinde substanțial de temperatură (alături de concentrația alcoolului), solubilizarea acesteia în produsele vinicole, precum și tratarea acestora este efectuată la temperaturi ridicate, în limitele între 45 și 95°C.

Luând în considerație solubilitatea limitată a pietrei de vin în produsele vinicole, în scopul sporirii substanțiale a acidității în produsul finit, cu destinația de a fi folosit în calitate de acidifiant alimentar, introducerea pietrei de vin se presupune a fi efectuată nu

20

doar în exces, dar și solubilizarea acesteia și tratarea cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electrodializă să fie efectuată repetat, pe măsura transformării ei în acid tartric.

Aceasta permite fabricarea unor acidifianți cu aciditatea titrabilă limitată doar de posibilitățile tehnicii existente de electrodializă sau a rășinilor schimbătoare de cationi (la moment această concentrație limită este de până la 150...200 g/dm³ și are tendința de a

25

crește odată cu progresul în aceste domenii).

Pentru efectuarea acestui procedeu de majorare a acidității se utilizează aparatajul (coloane cu rășini schimbătoare de ioni, electrodializatoare) cunoscut pentru modificarea acidității, inclusiv în vinificație.

30

Rezultatul tehnic al invenției constă în lărgirea limitelor de acidifiere a produselor vinicole, inclusiv producerea unor acidifianți alimentari cu aciditate sporită.

Procedeu propus se efectuează în modul următor.

Produsul vinicol (must de struguri, vin materie primă, borhot etc.) este încălzit până la temperatura cuprinsă între 45 și 95°C. Temperatura de încălzire este determinată atât din considerentele nivelului de acidifiere dorit, legat cu solubilitatea (nivelul de jos), cât și din considerentele păstrării nativității acidifiantului alimentar (nivelul de sus).

35

În produsul încălzit sunt introduse în exces și solubilizate până la saturație săruri tartrice, preponderent piatră de vin, care este un deșeu natural, separat după păstrarea și/sau tratarea produselor vinicole, și prezintă primordial tartrat acid de potasiu.

Produsul vinicol încălzit, îmbogățit cu săruri tartrice solubilizate, este supus tratării prin electrodializă și/sau cu rășini schimbătoare de ioni în formă H⁺, cu substituirea cationilor sărurilor tartrice (primordial K⁺) cu cationii hidrogenului (H⁺). După tratare, produsul vinicol acidifiat este răcit până la temperatura ambiantă.

40

Produsul vinicol acidifiat este dirijat la folosire de sine stătător ori în calitate de acidifiant alimentar la fabricarea unei game largi de produse.

45

Deoarece solubilitatea sărurilor tartrice (și a cationilor acestora) în produsele vinicole (mai ales la temperaturi moderate, determinate de cerințele față de calitatea produselor) este limitată, în scopul majorării acidității în aceste produse vinicole, cu destinația de a fi folosite în calitate de acidifiant alimentar, introducerea pietrei de vin se efectuează nu doar în exces, până la concentrația de saturație la temperatura concretă, dar și repetat, pe măsura transformării acesteia în acid tartric în procesul de tratare cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electrodializă a produsului vinicol, îmbogățit cu piatră de vin solubilizată.

50

Exemplul 1

Mustul de struguri proaspăt, separat de mustuială, a fost sulfitat până la concentrația acidului sulfuros de 250 mg/dm³ și limpezit după adăugarea suspensiei de bentonit. Mustul, limpezit după separarea lui de burbe, a fost încălzit până la temperatura de 60°C. În mustul limpezit încălzit a fost introdusă în exces și solubilizată până la saturație piatră de vin.

55

Mustul, încălzit și îmbogățit cu piatră de vin solubilizată la temperatura de 60°C, a fost separat de piatra de vin nesolubilizată și tratat cu rășină schimbătoare de cationi în formă H⁺ la temperatura de încălzire.

60

Datele analitice ale mustului acidifiat după procedeul cunoscut și după procedeul propus sunt prezentate în tabel și indică posibilitatea acidifierii mai puternice a mustului de struguri după procedeul propus. Acest must, fabricat cu utilizarea pietrei de vin, adăugată și solubilizată înainte de tratarea cu cationit, este caracterizat cu o aciditate titrabilă sporită, inclusiv datorită conținutului sporit de acid tartric prețios. Mai mult ca atât, mustul fabricat după procedeul propus cu aciditatea activă sporită prezintă o materie primă sau un produs cu stabilitate sporită.

Mustul fabricat după procedeul propus poate fi dirijat la consum direct sau folosit în calitate de materie primă (inclusiv component de cupaj) la fabricarea altor produse vinicole (vinuri cu zahăr rezidual, sucuri, băuturi nealcoolice etc.).

Exemplul 2

Borhotul, obținut la distilarea vinului materie primă alb, a fost supus tratării cu substanțe de cleire, urmată de sedimentarea statică și de separarea borhotului limpezit de precipitatul format prin filtrare grosieră.

În borhotul limpede, după încălzirea lui până la temperatura apropiată de temperatura de fierbere (95°C), a fost introdusă în exces piatră de vin, care a fost solubilizată până la saturație.

Borhotul fierbinte îmbogățit cu piatră de vin solubilizată, separat de piatră de vin nesolubilizată, a fost trecut prin coloana cu rășină schimbătoare de cationi în H^+ -formă, cu întoarcerea acestuia în repetate randuri peste piatră de vin rămasă de la solubilizarea inițială.

După solubilizarea repetată a pietrei de vin în borhotul fierbinte, trecut prin coloana cu cationit, ciclul de tratare a fost continuat de opt ori, cu adăugarea în câteva etape a pietrei de vin epuizate pe măsura solubilizării acestuia în borhotul fierbinte.

Datele analitice ale borhotului acidifiat după procedeul cunoscut și după procedeul propus, prezentate în tabel, indică posibilitatea fabricării, după procedeul propus, a unui acidifiant alimentar cu conținut sporit în acizi titrabili, preponderent în acid tartric prețios.

Mai mult ca atât, acidifiantul obținut cu aciditate activă majorată prezintă o materie primă cu stabilitate sporită.

Acidifiantul alimentar pe bază de borhot, fabricat după procedeul propus, cu sau fără o tratare suplimentară, poate fi utilizat pentru acidifierea unei game largi de produse alimentare, inclusiv vinuri dezechate, băuturi nealcoolice, sucuri reconstituite etc.

Exemplul 3

Vinul materie primă de struguri alb, sulfat până la concentrația acidului sulfuros de 150 mg/dm³, a fost încălzit până la temperatura de 45°C, după care a fost introdusă în exces piatră de vin și solubilizată prin amestec intensiv până la saturație.

În vinul materie primă, încălzit și îmbogățit cu piatră de vin solubilizată la temperatura de 45°C, au fost înlocuiți cationii sărurilor tartrice cu cationii de hidrogen la trecerea lui (fără separarea preliminară a microcristalelor pietrei de vin nesolubilizate și suspendate) printr-un aparat de electrodializă cu membrană selectivă.

Procesul a fost repetat de cinci ori, cu întoarcerea vinului materie primă în flux circular peste piatră de vin, rămasă de la solubilizarea inițială, la care au fost adăugate cantități suplimentare, pe măsura solubilizării acesteia.

Datele analitice ale vinului materie primă acidifiat după procedeul cunoscut și după procedeul propus sunt prezentate în tabel.

Vinul materie primă, acidifiat după procedeul propus, cu aciditate titrabilă majorată, prezintă un acidifiant alimentar cu conținut sporit în acid tartric prețios.

Mai mult ca atât, acest acidifiant, fabricat cu utilizarea pietrei de vin, adăugată și solubilizată repetat în vinul materie primă încălzit, înainte de tratarea electro-dialitică a acestuia, prezintă nu numai un component de cupaj comod pentru acidifierea vinurilor materie primă cu aciditate scăzută, ci și o materie primă care poate fi folosită la fabricarea componentelor de cupaj (vinuri materie primă extractive, extracte de drojdie etc.).

Indicii fizico-chimici ai produselor vinicole, acidificate conform procedurii propus (P) și procedurii analog (A), sunt prezentați în tabel.

Tabel

Indicii fizico-chimici	Produsele vinicole					
	Must de struguri		Borhot		Vin primă materie	
	P	A	P	A	P	A
Aciditatea inițială:						
- acizi titrabili, g/dm ³ in AT	7,5	7,5	10,4	10,4	6,8	6,8
- acid tartric, g/dm ³	5,5	5,5	8,4	8,4	3,9	3,9
- activă, pH u.c.	3,63	3,63	3,46	3,46	3,33	3,33
Temperatura de solubilizare și tratare, °C	60	20	95	20	45	20
Aciditatea după primul ciclu (etapă) de tratare:						
- acizi titrabili, g/dm ³ in AT	11,1	9,3	26,7	12,2	12,9	8,2
- acid tartric, g/dm ³	7,8	5,5	22,9	8,4	8,8	3,9
- activă, pH u.c.	2,71	2,84	2,43	2,74	2,78	2,92
Aciditatea la sfârșitul procedurii:						
- acizi titrabili, g/dm ³ in AT	11,1	9,3	105	12,2	36,8	8,2
- acid tartric, g/dm ³	7,8	5,5	82,5	8,4	29,5	3,9
- activă, pH u.c.	2,67	2,78	1,69	2,62	2,43	2,84

- Exemplele descrise și datele prezentate în tabel permit de a trage concluzia că procedeul propus permite lărgirea limitelor de acidifiere a produselor vinicole, inclusiv producerea
- 5 unor acidifianți alimentari cu aciditatea sporită.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Reguli generale privind fabricarea producției vinicole. Sub redacția Taran N. și Soldatenko E. Chișinău, Print-Caro, 2010, p. 14-23
2. Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 341-343
3. Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 343
4. Шприцман Э.М., Гаврилюк В.С. Регулирование кислотности вин методом электродиализа. Журнал Садоводство, Виноделие и Виноградарство Молдавии, 1975, № 4, p. 25-28
5. Escudier J-L et al. Acidification et stabilisation tartrique par methodes soustractives. Comparaison de technologies d'echanges d'ions par resines et d'extraction d'ions par membranes. Revue Progres Agricole et Viticole. 2012, 129, № 13-14, p. 324-332

(57) Revendicări:

1. Procedeul de acidifiere a produselor vinicole care include tratarea acestora cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electodializă cu substituirea cationilor sărurilor tartrice cu cationi de hidrogen, **caracterizat prin aceea că** produsele vinicole sunt încălzite în prealabil, iar înainte sau în procesul tratării în ele sunt introduse în exces și solubilizate până la saturație săruri tartrice, preponderent piatră de vin.
2. Procedeul, conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** produsele vinicole sunt încălzite până la temperatura de 45...95°C, iar solubilizarea sărurilor tartrice și tratarea cu rășini schimbătoare de ioni sau prin electodializă se efectuează repetat.

Director Departament:

GUȘAN Ala

Examinator:

COLESNIC Inesa

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii		
(21) Nr. depozit: s 2014 0039 (32) Data de prioritate recunoscută: (22) Data depozit: 2014.03.19 Raport de documentare internațională: ☐ da (71) Solicitant: PRIDA Ivan, MD (54) Titlul: Procedeu de acidifiere a produselor vinicole		
II. Clasificarea obiectului invenției:		
(51) Int.Cl: C12G 1/02 (2006.01) C12G 3/00 (2006.01)		
III. Colecții și Baze de date de brevete cercetate (denumirea, termeni caracteristici, ecuații de căutare reprezentative)		
MD - Intern « Documentare Invenții » (inclusiv cereri nepublicate; trunchiere automată stanga/dreapta): Int.Cl: C12G 1/02 C12G 3/00 acidulare, acidifiere, aciditate, rășini schimbatoare de ioni, electrodiализă, piatră de vin, tartrat EA (Eapatis): Int.Cl: C12G 1/02 C12G 3/00 подкисление, кислотность, ионообменные смолы, электродиализ, винный камень, тартрат		
IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate		
V. Documente considerate a fi relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A, D	Reguli generale privind fabricarea producției vinicole. Sub redacția Taran N. și Soldatenco E. Chișinău, Print-Caro, 2010, p. 14-23	1-2
A, D	Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 341-343	1-2
A, D	Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 343	1-2
A, D	Шприцман Э.М., Гаврилюк В.С. Регулирование кислотности вин методом электродиализа. Журнал Садоводство, Виноделие и Виноградарство Молдавии. 1975, № 4, с. 25-28	1-2
C	Escudier J-L et al. Acidification et stabilisation tartrique par methodes soustractives. Comparasion de technologies d'echanges d'ions par resines et d'extraction d'ions par membranes. Revue Progres Agricole et Viticole. 2012, 129, № 13-14, p. 324-332	1-2

* categoriile speciale ale documentelor citate:	
A – document care definește stadiul anterior general	T – document publicat după data depozitului sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria pe care se bazează invenția
X – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă când documentul este luat în considerație de unul singur	E – document anterior dar publicat la data depozit național reglementar sau după aceasta dată
Y – document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă când documentul este asociat cu unul sau mai multe documente de aceeași categorie	D – document menționat în descrierea cererii de brevet
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expoziție sau la orice alte mijloace de divulgare	C – document considerat ca cea mai apropiată soluție
	& – document, care face parte din aceeași familie de brevete
P - document publicat înainte de data de depozit, dar după data priorității invocate	L – document citat cu alte scopuri
Data finalizării documentării 2014.06.18	
Examinator COLESNIC Inesa	