



MD 952 Z 2016.04.30

REPUBLICA MOLDOVA



**(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală**

(11) 952 (13) Z
(51) Int.Cl: C12G 1/04 (2006.01)
C12G 1/00 (2006.01)

**(12) BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ**

(21) Nr. depozit: s 2015 0013 (22) Data depozit: 2015.01.30	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2015.09.30, BOPI nr. 9/2015
(71) Solicitant: PRIDA Ivan, MD (72) Inventatori: PRIDA Ivan, MD; IALOVAIA Antonina, MD; KRAJEVSKAIA Alla, MD; STURZA Rodica, MD; COVACI Ecaterina, MD (73) Titular: PRIDA Ivan, MD	

(54) Procedeu de sulfitare a produsului vinicol

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la procedee de sulfitare a produselor vinicole.

Procedeul de sulfitare a produsului vinicol, conform invenției, prevede pregătirea soluției apoase de sulfit de potasiu, adăugarea în

2
aceasta a acidului tartric în formă solidă sau de soluție apoasă, amestecarea intensivă cu separarea opțională a precipitatului format, precum și administrarea amestecului în produsul vinicol.

Revendicări: 4

MD 952 Z 2016.04.30

(54) Process for sulphitation of wine product

(57) Abstract:

1
The invention relates to the wine industry, namely to processes for sulphitation of wine products.

The process for sulphitation of wine product, according to the invention, provides for the preparation of an aqueous solution of potassium sulfite, addition therein of tartaric

2
acid in solid form or in the form of aqueous solution, intense stirring with optional separation of the formed precipitate, as well as administration of the mixture into the wine product.

Claims: 4

(54) Способ сульфитации винодельческого продукта

(57) Реферат:

1
Изобретение относится к винодельческой промышленности, а именно к способам сульфитации винодельческих продуктов.

Способ сульфитации винодельческого продукта, согласно изобретению, предусматривает приготовление водного раствора сульфита калия, добавление в него

2
винной кислоты в твердой форме или в форме водного раствора, интенсивное перемешивание с опциональным отделением сформированного осадка, а также введение смеси в винодельческий продукт.

П. формулы: 4

Descriere:

Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la procedee de sulfitare a produselor vinicole.

- 5 Sulfitarea produselor vinicole este un procedeu de rutină, folosit pe larg în industria vinicolă la diferite etape de producere și inclus în documentele normative și tehnologice la fabricarea acestora, cu unele restricții, care se referă la limitele sulfitării și natura sursei de dioxid de sulf.

- 10 Mai mult ca atât, sulfitarea produselor vinicole, ținând cont de toxicitatea dioxidului de sulf (și acidului sulfuros, format în soluții după solubilizarea acestuia), rămâne o operațiune tehnologică indispensabilă la fabricarea produselor vinicole datorită proprietăților acestuia antiseptice, antioxidante și conservante. În dependență de necesitățile și posibilitățile tehnice și tehnologice, sulfitarea produselor vinicole este efectuată folosind în calitate de sursă a dioxidului de sulf, a sulfului nativ, a dioxidului de sulf lichefiat și a sărurilor acidului
- 15 sulfuros – a sulfiților.

Sulfitarea produselor vinicole cu utilizarea în calitate de sursă a sulfului nativ este efectuată prin arderea acestuia și dizolvarea dioxidului de sulf gazos, format în urma oxidării sulfului nativ la ardere, în produsele vinicole [1].

- 20 Procedul este simplu de executat (ca regulă, sulful nativ este ars în dispozitive speciale sub formă de fitile), însă este practic imposibil de a asigura concentrații precise în produsele vinicole tratate. Procedul se folosește, ca regulă, în condițiile vinificației artisanale, pentru sulfitarea vinurilor în butoaie etc.

- 25 Cel mai răspândit procedeu de sulfitare a produselor vinicole este realizat cu utilizarea dioxidului de sulf lichefiat, pentru pregătirea prealabilă a soluțiilor de lucru (inclusiv apoase) și/sau pentru introducerea directă în mustuală, must, vin materie primă și alte produse sau semifabricate vinicole în flux continuu sau cu amestecare intensivă [2].

Procedul de sulfitare a produselor vinicole cu utilizarea dioxidului de sulf lichefiat este pe larg utilizat la întreprinderile vinicole mari pentru sulfitarea volumelor industriale de produse vinicole.

- 30 În același timp, folosirea dioxidului de sulf lichefiat, care este un produs cu grad înalt de primejdie și toxicitate, necesită folosirea unor baloane speciale (anticorozive, care rezistă la presiune) și crearea condițiilor speciale de stocare a acestora. Utilizarea dioxidului de sulf lichefiat necesită, de asemenea, condiții speciale de pregătire a soluțiilor de lucru, de utilizare a sistemelor și dozatoarelor speciale etc.

- 35 Este cunoscut, de asemenea, procedul de sulfitare a produselor vinicole cu utilizarea sărurilor acidului sulfuros – sulfiților de potasiu [3].

- 40 Procedul de sulfitare a produselor vinicole cu utilizarea sărurilor acidului sulfuros – sulfiților de potasiu, este simplu, nu necesită precauții deosebite la păstrarea materialelor (sulfiții sunt săruri destul de stabile, sub formă de praf, cristale, tablete higroscopice, care pot fi păstrate în ambalaje ermetice din plastic, folii de aluminiu etc. în condiții obișnuite). Folosirea acestor săruri pentru sulfitare nu necesită nici calificare înaltă, nici precauții deosebite. Sulfitarea cu utilizarea sulfiților de potasiu se limitează la cântărirea cantității calculate de acest material și introducerea lui în volumul necesar de produs vinicol (cu amestec intensiv) cu sau fără solubilizarea prealabilă a acestuia în apă sau produs vinicol.

- 45 Procedul de sulfitare a produselor vinicole cu utilizarea sărurilor acidului sulfuros – sulfiților de potasiu, datorită avantajului evident, a căpătat o răspândire mare nu numai în vinificația artisanală, ci și la întreprinderile vinicole mari.

- 50 În același timp, dezavantajul de bază al acestui procedeu este îmbogățirea produselor vinicole cu ioni de potasiu, fapt ce duce la apariția riscului de tulburări cristaline în urma precipitării sărurilor tartrice și limitează aplicarea procedurii cunoscut la primele etape de fabricare a produselor vinicole.

- 55 Problema pe care o rezolvă invenția propusă este sporirea stabilității produselor vinicole prin diminuarea riscurilor de tulburări cristaline la sulfitarea acestora cu utilizarea soluțiilor de sulfiți de potasiu, fapt ce face posibilă utilizarea procedurii pentru toate etapele de producere a produselor vinicole.

Problema expusă este rezolvată prin aceea că procedul de sulfitare a produsului vinicol prevede pregătirea soluției apoase de unul din sulfiții de potasiu, adăugarea în aceasta a acidului tartric în formă solidă sau de soluție apoasă, amestecarea intensivă cu separarea opțională a precipitatului format, precum și administrarea amestecului în produsul vinicol.

Acidul tartric în formă solidă se adaugă în soluția de sulfit în cantitate stoichiometrică în raport cu cantitatea de potasiu.

Din sulfiții de potasiu se utilizează, de preferință, metabisulfitul de potasiu, din care se pregătește o soluție apoasă cu concentrația de 100 g/dm^3 .

- 5 Soluția apoasă de acid tartric are o concentrație de $250...300 \text{ g/dm}^3$ și se adaugă în soluția de metabisulfit de potasiu în raport de 1:2 respectiv, după volum.

Rezultatul invenției constă în sporirea stabilității produselor vinicole sulfitate cu utilizarea soluțiilor din sulfiți de potasiu.

- 10 Riscurile de instabilitate a producției vinicole sulfitate cu utilizarea soluțiilor din sulfiți de potasiu sunt cauzate de introducerea în ele a cantităților considerabile de potasiu, care pot provoca tulburări cristaline în urma schimbării echilibrului fizico-chimic și precipitării sărurilor tartrice din ele.

În calitate de sulfiți, care pot fi folosiți în industria vinicolă, menționăm sulfitul de potasiu, bisulfitul de potasiu și metabisulfitul de potasiu.

- 15 Ținând cont de cele expuse, putem menționa că sulfitarea produselor vinicole cu sulfiți admiși prin introducerea a 100 mg/dm^3 de dioxid de sulf (doză obișnuită în practica vinicolă) poate duce la îmbogățirea lor cu $61...122 \text{ mg/dm}^3$ de potasiu.

- 20 Cantitățile menționate de potasiu sunt capabile a reacționa cu acidul tartric, ce se conține în cantități considerabile în produsele vinicole (de regulă exprimate în grame). Reacționând cu $234...469 \text{ mg/dm}^3$ de acid tartric, aceste cantități de potasiu pot forma $281...562 \text{ mg/dm}^3$ de bitartrat de potasiu, component cu o solubilitate limitată, care și este cauza principală a tulburărilor cristaline în produsele vinicole.

- 25 În legătură cu faptul că dintre sulfiții admiși, metabisulfitul de potasiu nu numai că are potențialul maximal de eliberare a dioxidului de sulf ($1,73 \text{ g/g}$), ci și ponderea minimă de potasiu la o unitate de dioxid de sulf eliberat (61 mg la fiecare 100 mg), acesta este determinat preferențial pentru executarea procedurii propus. Totodată, realizarea procedurii prin pregătirea prealabilă a soluțiilor de metabisulfit de potasiu și acid tartric cu concentrațiile menționate (100 și respectiv $250...300 \text{ g/dm}^3$) și amestecul acestora în raport de 2:1 asigură un raport apropiat de cel stoichiometric între metabisulfitul de potasiu și acidul tartric și simplifică gestionarea procedurii, care nu necesită personal calificat.

Mai mult ca atât, concentrația soluției de lucru, obținută din metabisulfitul de potasiu în așa mod, este comodă pentru utilizare practică și formează un precipitat lejer decantabil.

- 35 Menționăm că cristalele de bitartrat de potasiu, fiind introduse în produsele vinicole cu soluția formată, în dependență de condițiile concrete, pot să servească în calitate de centre de cristalizare pentru asemenea săruri de bitartrat cu mărirea stabilității (în cazul când ultimele se află în concentrații mai joase decât concentrația lor de saturație) sau să se dizolve cu diminuarea stabilității (în caz contrar).

- 40 Din aceste considerente, adiționarea soluției obținute din metabisulfitul de potasiu, tratat cu acid tartric, în produsele vinicole poate fi efectuată împreună cu cristalele formate (de pildă, în produsele vinicole instabile). Mai mult ca atât, în unele cazuri, adiționarea soluției obținute cu cristalele formate poate aporta un rezultat pozitiv suplimentar (de pildă – la sulfitarea vinurilor în procesul de tratare la frig cu scopul stabilizării lor contra tulburărilor cristaline).

- 45 Însă, utilizarea soluției obținute este preconizată, ca regulă, după separarea cristalelor (în produsele vinicole la ultimele etape de prelucrare – de pildă, în vinurile tratate înainte de îmbuteliere, în licoarea de expediție la fabricarea vinurilor spumante etc.).

Pentru efectuarea acestui procedeu nu este necesar aparatul sau vase cu cerințe deosebite, se utilizează aparatul standard.

Procedul propus se efectuează în modul următor.

- 50 Prealabil, în funcție de volumul de produs vinicol și doza necesară de sulfitare, este determinată cantitatea de sulfiți, necesară pentru utilizare.

Din cantitatea cântărită de sulfit se pregătește o soluție (pe bază de apă ori produs vinicol), în care se adăunează acid tartric.

- 55 De preferință, se utilizează metabisulfitul de potasiu, din care se pregătesc soluții de 100 g/dm^3 , iar acidul tartric prealabil se dizolvă până la concentrația de $250...300 \text{ g/dm}^3$.

Soluțiile se amestecă în raport de 2 : 1 (după volum), se mențin în repaus în decurs de câteva ore și, cu precauție, sunt introduse direct în vin cu precipitatul format, sau, de preferință, după separarea grosieră a acestuia.

Exemplul 1

Pentru sulfatarea a 20 dm³ de vin materie primă nestabil în doză de 50 mg/dm³ de dioxid de sulf a fost utilizat bisulfitul de potasiu (E228). Ținând cont de cantitatea stoichiometrică (120 mg de bisulfid este echivalent cu 64 mg de dioxid de sulf), a fost calculată cantitatea

5 necesară de acest produs, egală cu 1,875 g.

Având în vedere faptul că bisulfitul nu este absolut și are umiditate admisă, pentru sulfatare au fost cântărite 2 g de bisulfid, din care a fost pregătită o soluție cu vin cu concentrația de aproximativ 5% (40 cm³).

10 În soluția de bisulfid a fost introdus acid tartric în cristale, în cantitatea prealabil calculată stoichiometric (în 120 mg de bisulfid de potasiu se conțin 39 mg de potasiu), pentru combinarea potasiului, care se conține în 2 g de bisulfid (150 mg de acid tartric combină 39 mg de potasiu), egală cu 2,5 g.

După un amestec intensiv, soluția de lucru s-a tulburat, cu formarea în volum a cristalelor de bitartrat de potasiu. Fără a aștepta limpezirea soluției de lucru, ea a fost introdusă în vinul

15 materie primă instabil, care a fost supus stabilizării contra eventualelor tulburări cristaline prin răcire și menținere la frig.

Vinul, sulfat în așa mod, a atins stabilitatea cristalină după tratarea lui cu frig la temperatura de -4°C în decurs de 24 ore.

20 Vinul, sulfat cu aceeași doză de bisulfid de potasiu după procedeul cunoscut, a atins stabilitatea cristalină după tratarea lui cu frig la temperatura de -4°C în decurs de peste 48 ore.

Exemplul 2

Pentru sulfatarea a 1000 dal de vin materie primă tratat, destinat îmbutelierii, în doză de 25 mg/dm³ de dioxid de sulf, a fost utilizat metabisulfitul de potasiu (E220). Ținând cont de

25 cantitatea stoichiometrică (222 mg de metabisulfid este echivalent cu 128 mg de dioxid de sulf), a fost calculată cantitatea necesară de acest produs, egală cu 433,6 g.

Având în vedere că metabisulfitul nu este absolut și are umiditate admisă, pentru sulfatare au fost cântărite 460 g de metabisulfid, din care a fost pregătită o soluție cu apă dedurizată cu concentrația de 100 g/dm³ - 4,6 dm³ (2/3 din volumul total al soluției de lucru). Paralel a fost

30 pregătită soluția de acid tartric cu concentrația de 250 g/dm³ în volum de 2,3 dm³ (1/3 din volumul total al soluției de lucru).

După un amestec intensiv, soluția de lucru obținută, în volum de 6,7 dm³, s-a tulburat, cu formarea cristalelor de bitartrat de potasiu.

35 După precipitarea cristalelor formate (2...4 ore), soluția a fost decantată și introdusă în vinul materie primă stabil, care a fost dirijat la îmbuteliere.

Vinul, sulfat în așa mod, nu și-a schimbat stabilitatea cristalină (temperatura de saturație a bitartratului de potasiu nu s-a mărit).

40 În vinul sulfat cu aceeași doză de metabisulfid de potasiu după procedeul cunoscut s-a mărit riscul instabilității cristaline (temperatura de saturație a bitartratului de potasiu s-a mărit cu 2,5°C).

Exemplul 3

Pentru sulfatarea licorii de expediție, pregătită cu destinația de a fi folosită la producerea vinurilor spumante, în volum de 500 dal în doză de 500 mg/dm³, a fost utilizat metabisulfitul de potasiu (E220) în cantitate prealabil calculată stoichiometric și egală cu 4336 g.

45 Având în vedere faptul că metabisulfitul nu este absolut și are umiditate admisă, pentru sulfatare au fost cântărite 4500 g de metabisulfid, din care a fost pregătită o soluție cu apă dedurizată cu concentrația de 100 g/dm³ - 45 dm³ (2/3 din volumul total al soluției de lucru). Paralel a fost pregătită soluția de acid tartric cu concentrația de 300 g/dm³ în volum de 22,5 dm³ (1/3 din volumul total al soluției de lucru).

50 După un amestec intensiv, soluția de lucru obținută, în volum de 67,5 dm³, s-a tulburat, cu formarea cristalelor de bitartrat de potasiu.

După precipitarea cristalelor formate (3...6 ore), soluția a fost decantată și introdusă, cu amestec intensiv, în licoarea de expediție, care a fost dirijată la odihnă.

55 Licoarea de expediție, sulfată după procedeul propus, a rămas stabilă, fără tulburări și precipitat, a fost folosită la producerea vinurilor spumante de rezervor, fără afectarea stabilității lor cristaline (temperatura de saturație a bitartratului de potasiu în vinurile spumante fabricate nu s-a schimbat).

Licoarea de expediție, sulfată după procedeul cunoscut cu metabisulfid de potasiu în aceeași doză, s-a tulburat și a format precipitat la odihnă. Folosită la producerea vinurilor

spumante de rezervor, cu filtrație suplimentară, ea a diminuat gardul de stabilitate cristalină al acestora (temperatura de saturație a bitartratului de potasiu în vinurile spumante a crescut cu 2,1...3,8°C).

- 5 Exemplele descrise permit de a trage concluzia că procedeul propus permite obținerea rezultatului pozitiv preconizat, adică majorarea stabilității produselor vinicole prin diminuarea riscurilor de tulburări cristaline.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 208-209
2. Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 209-215
3. Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 215-216

(57) Revendicări:

1. Procedeu de sulfitare a produsului vinicol, care prevede pregătirea soluției apoase de unul din sulfiții de potasiu, adăugarea în aceasta a acidului tartric în formă solidă sau de soluție apoasă, amestecarea intensivă cu separarea opțională a precipitatului format, precum și administrarea amestecului în produsul vinicol.
2. Procedeu, conform revendicării 1, în care acidul tartric în formă solidă se adaugă în soluția de sulfit în cantitate stoichiometrică în raport cu cantitatea de potasiu.
3. Procedeu, conform revendicării 1 și 2, în care din sulfiții de potasiu se utilizează metabisulfitul de potasiu, din care se pregătește o soluție apoasă cu concentrația de 100 g/dm³.
4. Procedeu, conform revendicărilor 1 și 3, în care soluția apoasă de acid tartric are o concentrație de 250...300 g/dm³ și se adaugă în soluția de metabisulfit de potasiu în raport de 1:2 respectiv, după volum.

Șef Direcție Brevete:

GUȘAN Ala

Șef Secție Examinare:

LEVIȚCHI Svetlana

Examinator:

COLESNIC Inesa

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii		
(21) Nr. depozit: s 2015 0013 (22) Data depozit: 2015.01.30 (71) Solicitant: PRIDA Ivan, MD (54) Titlul: Procedeu de sulfitare a produselor vinicole (32) Data de prioritate recunoscută: Raport de documentare internațională: ☐ da		
II. Clasificarea obiectului invenției:		
(51) Int.Cl: C12G 1/04 (2006.01) C12G 1/00 (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 1/04 C12G 1/00 Sulfitare, sulfiți, metabisulfit, acid tartric, îmbogățirea cu kalium, potasiu EA, (Eapatis): Int.Cl: C12G 1/04 C12G 1/00 Сульфитация, сульфиты, метабисульфит, обогащение калием, винная кислота		
IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate		
V. Documente considerate a fi relevante		
Categorie*	Date de identificare ale documentelor citate și, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A, D	Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 208-209	1-3
A, D	Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 209-215	1-3
A, C	Rusu Emil. Vinificația primară. Chișinău, Continental Grup, 2011, p. 215-216	1-3
* 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 evidență 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 2015.06.03	
Examinator COLESNIC Inesa	