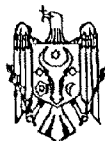




MD 4491 C1 2018.01.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **4491** (13) **C1**
(51) Int.Cl: *C12G 1/04* (2006.01)
C12H 1/02 (2006.01)
C12H 1/10 (2006.01)
C01F 11/02 (2006.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. depozit: a 2016 0042 (22) Data depozit: 2016.04.13	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2017.06.30, BOPI nr. 6/2017
(71) Solicitant: INSTITUȚIA PUBLICĂ "INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE", MD (72) Inventatori: BOUNEGRU Tudor, MD; CRASNOSCIOCOVA Margarita, MD (73) Titular: INSTITUȚIA PUBLICĂ "INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE", MD	

(54) Procedeu de desulfitare a vinului destinat distilării

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la industria vinicolă, și
anume la un procedeu de desulfitare a vinului
destinat distilării.

Procedeul, conform invenției, include
administrarea în vin a suspensiei apoase de
hidroxid de calciu, la agitare continuă, până la

2
atingerea unui pH de 5,5...6,5, menținerea
amestecului obținut, separarea sedimentului
format și filtrarea.

Revendicări: 2

MD 4491 C1 2018.01.31

(54) Process for desulfitation of wine intended for distillation**(57) Abstract:**

1
The invention relates to the wine industry, namely to a process for desulfitation of wine intended for distillation.

The process, according to the invention, comprises the introduction of an aqueous suspension of calcium hydroxide into the wine,

2
with constant stirring, to a pH of 5.5...6.5, maintenance of the resulting mixture, separation of the formed sediment and filtration.

Claims: 2

(54) Способ десульфитации вина предназначенного для дистилляции**(57) Реферат:**

1
Изобретение относится к винодельческой промышленности, а именно к способу десульфитации вина предназначенного для дистилляции.

Способ, согласно изобретению, включает введение в вино водной суспензии гидроксида кальция, при

2
постоянном перемешивании, до pH 5,5...6,5, выдерживание полученной смеси, отделение сформировавшегося осадка и фильтрацию.

П. формулы: 2

Descriere:**(Descrierea se publică în redacția solicitantului)**

5 Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de desulfurare a vinului destinat distilării.

Este cunoscut faptul că la obținerea distilatului de vin se folosesc vinuri tinere, la fabricarea cărora nu s-a utilizat anhidrida sulfuroasă.

10 În ultimii ani la întreprinderile vinicole rămân stocuri importante de vinuri preconizate pentru a fi comercializate din cauza restricțiilor impuse pe unele piețe de desfacere. Ca regulă, la obținerea acestor vinuri se utilizează anhidrida sulfuroasă, care este prezentă în toate aceste vinuri.

Prin urmare, distilarea acestor vinuri prezintă mari probleme. Pe de o parte, anhidrida sulfuroasă este destul de volatilă și în timpul distilării trece în distilatul de vin, diminuând calitatea lui. Conform actelor normative în vigoare (SM 312:2014. 15 Distilat de vin. Condiții tehnice), concentrația anhidridei sulfuroase în distilatul de vin este strict reglementată. Pe de altă parte, anhidrida sulfuroasă este un reactiv chimic foarte activ, care reacționează foarte puternic cu materialul, din care este confecționat utilajul de distilare (fier, cupru și aliajele lor). Astfel, în câțiva ani, la distilarea unor asemenea vinuri, utilajul iese din funcțiune.

20 Pentru soluționarea acestor probleme sunt cunoscute mai multe soluții. În cazurile când materia primă supusă distilării conține anhidridă sulfuroasă în distilatul de vin obținut se administrează o bază alcalină și permanganat de potasiu cu sau fără redistilare, ori se efectuează o distilare fracționată a materiei prime cu înlăturarea fracției ce conține anhidridă sulfuroasă, dar odată cu această fracție se pierd și cantități 25 considerabile de distilat de vin [1]. Acest fapt prezintă un mare dezavantaj al tehnologiilor utilizate.

Este cunoscut și procedeul, care într-o mare măsură rezolvă problemele sus- menționate prin faptul că pentru eliminarea anhidridei sulfuroase din vin se administrează peroxid de hidrogen cu concentrații între 30 și 50%. Conform procedurii 30 dat peroxidul de hidrogen oxidează acidul sulfuros, prezent în vin, până la acid sulfuric, care nu este volatil și nu este atât de toxic ca anhidrida sulfuroasă [2].

Cu toate acestea, procedeul cunoscut are și unele dezavantaje, care limitează aplicarea lui, și anume:

35 - peroxidul de hidrogen este un oxidant puternic și administrat în vinul ce conține anhidridă sulfuroasă reacționează atât cu anhidrida sulfuroasă, cât și cu alți componenți ai vinului, care manifestă proprietăți de reducător, spre exemplu, aldehydele, care formează buchetul organoleptic al vinului, iar ulterior, după distilarea lui, și a distilatului de vin, care la fel reacționează cu peroxidul de hidrogen transformându-se în acizi organici;

40 - administrarea peroxidului de hidrogen în volume industriale la concentrații de 30...50% este inadmisibil, deoarece până a decurge difuzia lui în volumul de vin, el va reacționa energetic cu toate substanțele reducătoare din vin.

În calitate de cea mai apropiată soluție poate servi procedeul de desulfurare a vinului, în care pentru înlăturarea anhidridei sulfuroase din vin se utilizează soluția apoasă de 45 3% a peroxidului de hidrogen. Cantitatea de peroxid de hidrogen care, va fi administrată în vin, se calculează reieșind din cantitatea de anhidridă sulfuroasă ce se conține în acest vin. Acidul sulfuric format se neutralizează cu carbonat de calciu adăugat echimolar.

Pe lângă avantajele evidente, soluția proximă are și unele dezavantaje:

50 - peroxidul de hidrogen este un oxidant puternic, care fiind introdus în vin, va oxida nu numai acidul sulfuros, ci și alte substanțe reducătoare (ele sunt multe în vin). Spre exemplu, anhidridele, prezente în vin, se oxidează până la acizi organici. La distilarea acestui vin conținutul de aldehide, care în distilatul de vin este reglementat, va fi diminuat. Astfel distilatul de vin obținut nu va întruni calitățile organoleptice necesare;

55 - în vin se conține acid tartric, care la fel reacționează cu carbonatul de calciu, formând un precipitat mai puțin solubil decât sulfatul de calciu. Astfel, carbonatul de calciu introdus în vin va servi pentru neutralizarea atât a acidului sulfuric format, cât și a acidului tartric prezent în vin. De fapt administrarea peroxidului de hidrogen și ulterior a carbonatului de calciu nu soluționează problema dată.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție constă în desulfurarea vinului printr-un procedeu simplificat, utilizând un reagent ecologic, ieftin și accesibil.

Invenția soluționează problema prin aceea că se propune un procedeu de desulfurare a vinului destinat distilării, care include administrarea în vin a suspensiei apoase de hidroxid de calciu (lapte de var), la agitare continuă, până la atingerea unui pH de 5,5...6,5, menținerea amestecului obținut, separarea sedimentului format și filtrarea.

Totodată, se utilizează o suspensie apoasă de hidroxid de calciu cu o concentrație de 7,4 g/dm³.

Sedimentul format se separă de vin prin filtrare, se usucă și se dirijează spre obținerea acidului tartric. Vinul astfel desulfurat se distilează. El deja nu mai este agresiv și nu corodează utilajul tehnologic, utilizat în procesul de distilare.

Rezultatul tehnic al invenției constă în utilizarea în calitate de reactiv pentru înlăturarea anhidridei sulfuroase din vin a laptelui de var, care este un material ecologic, ieftin și tehnologic mai ușor de utilizat. La distilarea vinului cu conținut de anhidridă sulfuroasă și tratat cu lapte de var se înlătură complet acțiunea corozivă a anhidridei sulfuroase asupra utilajului tehnologic, se micșorează conținutul de anhidridă sulfuroasă în distilatul de vin mai jos de norma admisibilă, nu sunt depistați ioni de calciu în distilatul de vin și nu se diminuează calitatea distilatului de vin.

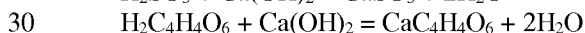
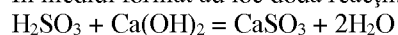
Realizarea procedurii

În calitate de materie primă pentru eliminarea anhidridei sulfuroase a servit vinul tânăr din soiul Aligote cu un conținut de anhidridă sulfuroasă de 158 mg/dm³.

În calitate de agent chimic pentru eliminarea anhidridei sulfuroase a servit suspensia apoasă de lapte de var cu concentrația de 7,4 g/dm³.

Pentru eliminarea anhidridei sulfuroase vinul se introduce într-un vas prevăzut cu agitator mecanic, astfel ca volumul lichidului (măsurat prealabil) să nu depășească 3/4 din volumul vasului. Agentul chimic utilizat pentru eliminarea anhidridei sulfuroase din vin se introduce treptat sub agitare continuă.

În mediul format au loc două reacții:



Pe parcursul agitării se urmărește variația pH-ului. Când dispersia obținută atinge pH-ul 5,5...6,5, procesul de agitare se oprește, suspensia se lasă în repaus pentru separarea fazelor, apoi se filtrează printr-un filtru-carton. Vinul filtrat este supus distilării la una din instalațiile de distilare: Charente, periodică de distilare directă sau în flux continuu. Distilatul de vin obținut corespunde normelor prevăzute și poate fi utilizat pentru fabricarea divinului, brandy sau a altor băuturi spirtoase.

Precipitatul obținut după filtrare se usucă și se utilizează în continuare pentru obținerea acidului tartric prin o tehnologie deja cunoscută.

Exemple de realizare a procedurii

Exemplul 1

S-au preparat 7 probe a câte 400 ml de vin Aligote, cu aciditatea sumară de 7 g/dm³ și concentrația alcoolică de 11,3% vol., sulfitat până la concentrația de 163 mg/dm³ SO₂, în care s-a adăugat suspensie apoasă de lapte de var până la un pH anumit, în intervalul 3...9.

Vinurile s-au filtrat printr-o hârtie de filtru bandă albastră. În aceste vinuri s-a determinat conținutul de SO₂.

S-a luat câte o porție alicotă de vin de 250 ml, care s-a introdus într-o colbă de sticlă cu fund plat cu capacitatea de 500 cm³, prevăzută cu un refrigerent de sticlă, un captator de lichid – colbă cotelată de 250 cm³ distilat. Vinul a fost distilat, în distilatul obținut, 250 ml, s-a determinat conținutul de SO₂. Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul 1.

Tabelul 1

Dependența conținutului de SO₂ de pH-ul vinului Aligote tratat cu Ca(OH)₂

Nr. probei	1	2	3	4	5	6	7	8
PH	2,85	3,85	4,35	5,45	6,15	6,85	7,85	8,85
SO ₂ în vin, mg/dm ³	183	66,5	72,9	52,6	51,2	32,0	30,1	6,4
SO ₂ în distilat, mg/dm ³	112	60,1	30,7	14,1	2,6	2,0	2,6	2,6

Din datele tabelului reiese că în vinul tratat cu suspensie de var la un pH mai mare de 6,15 conținutul anhidridei restante în vin este minimal și constituie circa 2,6 mg/dm³. Menționăm că la un pH mai mare de 7 se schimbă deja culoarea vinului tratat.

Exemplul 2

- 5 Au fost preparate 2 variante de vin sec tânăr Aligote, roada anului 2014, cu volumul de 10 litri. În vinul Aligote din varianta I nu s-a administrat anhidridă sulfuroasă. Vinul dat a fost supus distilării în instalația-pilot periodică de distilare directă. Rezultatele analizei fizico-chimice a distilatului de vin obținut sunt prezentate în tabelul 2.

- 10 În vinul Aligote din varianta II a fost administrat K₂S₂O₅ cristalin, amestecul format a fost amestecat până la dizolvarea completă a sării administrate, apoi la vinul sulfat a fost administrată suspensie de lapte de var până la un pH egal cu 5,85. După sedimentarea precipitatului format vinul a fost decantat de pe sediment și introdus în instalația-pilot periodică de distilare directă, unde a fost distilat în aceleași condiții, distilatul obținut a fost supus analizelor fizico-chimice, rezultatele fiind prezentate în

- 15 tabelul 2.

După cum rezultă din datele tabelului, aceste distilate corespund cerințelor SM312.

Tabelul 2

Caracteristicile fizico-chimice ale distilatelor de vin obținute din vin Aligote, recolta anului 2014

Caracteristici	Conform SM 312	I variantă Distilat de vin obținut din vin Aligote în care nu s-a administrat SO ₂	II variantă Distilat de vin obținut din vin Aligote ce conține SO ₂ și tratat cu Ca(OH) ₂
Concentrația alcoolcă, % vol.	52 - 86	70,6	68,6
Concentrația în masă a alcoolilor superiori, g/dm ³ alcool anhidru, inclusiv:	1,0 - 6,0	2,65	2,59
izopropanol		<0,001	
2-butanol		<0,001	<0,005
n-propanol		0,22	0,16
izobutanol		0,46	0,41
n-butanol		0,03	<0,005
izopentanol		1,94	2,02
Concentrația în masă a aldehydelor, exprimată în aldehydă acetică, g/dm ³ alcool anhidru	0,03 - 0,5	0,11	0,08
Concentrația în masă a esterilor medii, exprimată în acetat de etil, g/dm ³ alcool anhidru	0,2 - 2,5	0,58	0,42
Concentrația în masă a acizilor volatili, exprimată în acid acetic, g/dm ³ alcool anhidru	0,02-0,8	0,11	
Concentrația în masă a acidului sulfuros total, mg/dm ³	max 45	10,6	7,7
Concentrația în masă a alcoolului metilic, g/dm ³ alcool anhidru	max 2,0	0,09	0,63
Concentrația în masă a furfuralului, mg/100 cm ³ alcool anhidru	max 3,0	0,02	
Concentrația în masă a fierului, mg/dm ³	max 1,5	0,12	

După cum se observă, conținutul de SO₂ în distilatul de vin obținut conform invenției este de 7,7 mg/dm³, mai mic decât în distilatul de vin Aligote, în care nu a fost administrat SO₂ și cu mult mai mic decât norma admisibilă.

5 Distilatul de vin obținut din vinul Aligote, în care nu s-a administrat anhidridă sulfuroasă (varianta I), la o instalație-pilot periodică de distilare directă are următoarele caracteristici organoleptice: limpede, incolor, arzător, simplu, tipic. Nota medie 7,66.

10 Distilatul de vin obținut din vinul Aligote ce conține SO₂, tratat cu Ca(OH)₂ (varianta II), la o instalație-pilot periodică de distilare directă are următoarele caracteristici organoleptice: limpede, incolor, aromă curată, cu nuanțe etero-aldehidice, gust simplu, arzător, tipic. Nota medie 7,63.

Menționăm că pentru distilatele de vin tinere, nota de apreciere minimă este de 7,60.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Гитенштейн Е.М., Каратун Т.А. Крепкие напитки из нестандартного фруктового сырья (обзор). Кишинев, Институт экономических исследований и научно-технической информации, 1967, p.16
2. GB 2100750 A 1983.01.06
3. Десульфитация. Вино, виноделие, 2008-2010 Găsit Internet, URL: <<http://eni.w.ru/desulfitaciya.htm>>

(57) Revendicări:

1. Procedeu de desulfitare a vinului destinat distilării, care include administrarea în vin a suspensiei apoase de hidroxid de calciu, la agitare continuă, până la atingerea unui pH de 5,5...6,5, menținerea amestecului obținut, separarea sedimentului format și filtrarea.

2. Procedeu, conform revendicării 1, în care se utilizează o suspensie apoasă de hidroxid de calciu cu o concentrație de 7,4 g/dm³.

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii

(21) Nr. depozit: a 2016 0042 (32) Data de prioritate recunoscută:
 (22) Data depozit: 2016.04.13 Raport de documentare internațională: ☐ da
 (67) Numărul cererii transformate și data transformării:
 (71) Solicitant: **INSTITUȚIA PUBLICĂ "INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE", MD**
 (54) **Titlul: Procedeu de eliminare a anhidridei sulfuroase din vinul supus distilării**

II. Clasificarea obiectului invenției:

(51) **Int.Cl:** *C12G 1/04* (2006.01)
C12H 1/02 (2006.01)
C12H 1/10 (2006.01)
C01F 11/02 (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*
C12H 1/02
C12H 1/10
C01F 11/02

Hidroxid de calciu, desulfurare, var, anhidrida sulfuroasa, sulfit, vin, distilare

"Worldwide" (Espacenet):

Int.Cl: *C12G 1/04*
C12H 1/02
C12H 1/10
C01F 11/02

Calcium hydorxid, lime, sulphurous anhydride, sulphite, desulfitation, wine, distillation

EA, CIS (Eapatis):

Int.Cl: *C12G 1/04*
C12H 1/02
C12H 1/10
C01F 11/02

Гидроксид кальция, десульфитация, сернистый ангидрид, известковое молоко, вино, дистилляция

FIPS.RU:

Int.Cl: *C12G 1/04*
C12H 1/02
C12H 1/10
C01F 11/02

Гидроксид кальция, десульфитация, сернистый ангидрид, известковое молоко, вино, дистилляция

SU:

Int.Cl: *C12G 1/04*
C12H 1/02
C12H 1/10

IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate

www.google.com

V. Documente considerate a fi relevante

Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	MD 524 Y 2012.06.30	1-4
A	MD 3014 F1 2006.03.31	1-4
A	MD 2500 F1 2004.07.31	1-4
A	WO2014092556 A1 2014.06.19	1-4
A	SU 319638 A1 1971.11.02	1-4
A	SU 40704 A1 1934.12.31	1-4
A	SU 664991 A1 1979.05.30	1-4
A, D	Гитенштейн Е.М., Каратун Т.А. Крепкие напитки из нестандартного фруктового сырья (обзор), Кишинев, Институт экономических исследований и научно-технической информации, 1967, p.16	1-4
A, D	GB 2100750 A 1983.01.06	1-4
A, C	Десульфитация. Вино, виноделие, 2008-2010 Găsit Internet, URL: < http://eniw.ru/desulfitaciya.htm >	1-4

* 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 2017.03.21

Examinator COLESNIC Inesa