



MD 2526 F1 2004.08.31

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Protecția Proprietății Industriale

(11) 2526⁽¹³⁾ F1
(51) Int. Cl.⁷: C 12 H 1/22;
C 12 G 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 2003 0154 (22) Data depozit: 2003.06.24	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2004.08.31, BOPI nr. 8/2004
(71) Solicitant: OENOLAB S.R.L., ÎNTREPRINDERE TEHNICO-ȘTIINȚIFICĂ, MD (72) Inventatori: PRIDA Ion, MD; PRIDA Andrei, MD; IALOVAIA Antonina, MD (73) Titular: OENOLAB S.R.L., ÎNTREPRINDERE TEHNICO-ȘTIINȚIFICĂ, MD (74) Reprezentant: PRIDA Andrei, MD	

(54) Procedeu de maturare accelerată a distilatelor

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la industria vinicolă.
Procedeu, conform invenției, include mace-
rarea termică triplă a distilatelor crude pe lemn de
stejar mărunțit până la 20 mm în cantitatea sumară
de 4...8 g/dm³, cu scăderea temperaturii treptat de
la 70°C până la 60...40°C, durata macerărilor 1, 2
și 3 fiind de 2...3, 3...5 și nu mai puțin de 7 zile
respectiv. După aceasta urmează maturarea distila-

2
5 telor, cu sau fără asamblare, în prezența doagelor
de stejar utilizate, în decurs de nu mai puțin de 5
luni, cu administrarea oxigenului de 1...2 ori în
doză a câte 25...35 mg/dm³.
10 Rezultatul constă în utilizarea mai rațională a
rezervei tehnologice de lemn de stejar și în inten-
sificarea procesului de maturare a distilatelor.
Revendicări: 1

MD 2526 F1 2004.08.31

MD 2526 F1 2004.08.31

3

Descriere:

Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de maturare accelerată a distilatelor.

Este cunoscut procedeu de maturare a distilatelor, care prevede păstrarea lor cel puțin 3 ani în butoaie de stejar sau în vase ermetice în prezența doagelor de stejar [1].

5 Dezavantajele acestui procedeu, considerat tradițional, sunt atât necesitatea de vase costisitoare de stejar (în cazul folosirii butoaielor), cât și folosirea neeficientă a lemnului de stejar costisitor, viteza mică a proceselor de maturare, durata mare de maturare a distilatelor, pierderile mari și calitatea înaltă, însă instabilă, a produsului obținut.

10 Dezavantajele procedurii descrise sunt lichidate în mare măsură într-un alt procedeu cunoscut, care prevede îmbogățirea prealabilă a distilatelor tinere cu componenții lemnului de stejar, la distilare ori înainte de maturare, cu maturarea ulterioară a distilatului îmbogățit în butoaie ori în vase ermetice în prezența doagelor de stejar, inclusiv și anterior epuizate [2].

15 Îmbogățirea prealabilă a distilatelor tinere cu componenții lemnului de stejar este efectuată prin trecerea distilatului prin coloane, încărcate cu cubușoare de stejar (50...120 mm), la temperatura 45...50°C, ori păstrând distilatul la temperatura 35...45°C de la 7...20 zile până la 30...60 zile, în funcție de faptul, care material de stejar a fost utilizat și cum a fost acesta tratat (doagele, leațurile, cubușoarele), ori păstrând distilatul în prezența doagelor de stejar, special tratate, la temperatură ambientă în decurs de 10...60 zile.

20 Procedeu descris permite folosirea mai rațională a lemnului de stejar și accelerarea proceselor de maturare, însă rămâne a fi totuși îndelungat, insuficient de rațional și destul de complicat. Procesul necesită un control anevoios, iar calitatea produsului obținut rămâne instabilă.

În calitate de cea mai apropiată soluție poate servi procedeu care prevede maturarea distilatului în două etape: îmbogățirea prealabilă a distilatelor tinere cu componenții lemnului de stejar și maturarea în butoaie de stejar utilizate anterior sau în rezervoare emailate pe doage utilizate anterior [3].

25 La prima etapă distilatul crud este amplasat în rezervoare cu doage de stejar prelucrate termic și hidrotermic și este saturat cu oxigen gazos. Distilatul se încălzește până la temperatura de 60...70°C o dată pe săptămână și este îmbogățit cu componenții lemnului de stejar prin macerare în decurs de 30...50 zile.

La a doua etapă maturarea este efectuată în butoaie de stejar utilizate anterior sau în rezervoare emailate pe doage utilizate anterior. Durata maturării la a doua etapă este de 4,5...5 luni, până la obținerea produsului cu indicii, care corespund cerințelor înaintate față de distilatul maturat cel puțin 3 ani.

30 Procedeu permite intensificarea proceselor de maturare a distilatelor, folosirea mai rațională a lemnului de stejar, însă nu este lipsit și de unele neajunsuri.

Saturarea distilatului tânăr, în care lipsesc componenții extrași din lemnul de stejar, cu oxigen, și încălzirea lui până la temperatura de 60...70°C, duce la eliminarea oxigenului din distilatul cald și acesta nu mai participă complet la procesele oxidative.

35 Folosirea doagelor de stejar în calitate de sursă a componenților lemnului de stejar nu permite folosirea optimă a acestuia, deoarece la procesul de extracție participă doar substanțele, care se află în stratul cu adâncimea până la 3...5 mm. Doaga epuizată doar la suprafață devine inertă și trebuie schimbată.

40 Îmbogățirea distilatului cu componenții lemnului de stejar la o singură amplasare pe doage (etapa de macerare) nu permite folosirea rațională a vaselor speciale, nici obținerea vitezei maxime de extracție, chiar și la temperaturi ridicate, datorită rezistenței difuzionale sporite, care crește pe parcursul extracției.

Problema pe care o rezolvă invenția este folosirea mai rațională a lemnului de stejar și intensificarea proceselor de maturare a distilatelor.

45 Problema este soluționată prin aceea că procedeu propus prevede macerarea termică triplă a distilatelor crude pe lemn de stejar mărunțit până la 20 mm (talaș, așchii etc.) în cantitatea sumară de 4...8 g/dm³, cu scăderea temperaturii treptat de la 70°C până la 60...40°C, durata macerărilor 1, 2 și 3 fiind de 2...3, 3...5 și nu mai puțin de 7 zile respectiv și maturarea ulterioară a distilatelor, cu sau fără asamblare, în prezența doagelor de stejar utilizate, în decurs de nu mai puțin de 5 luni, cu administrarea oxigenului de 1...2 ori în doză a câte 25...35 mg/dm³.

50 Rezultatul invenției constă în folosirea mai rațională a lemnului de stejar și în intensificarea proceselor de maturare a distilatelor și se datorează faptului că macerarea distilatului se efectuează în 3 etape, în prezența lemnului de stejar mărunțit, la temperaturi în scădere, durata cărora se mărește de la prima la următoarele.

55 Folosirea talașului de stejar permite utilizarea mai rațională a rezervei tehnologice de lemn de stejar datorită reducerii, iar în cazul talașului de fracția până la 20 mm, practic a excluderii părților lemnului, care nu sunt implicate în procesele de extracție.

Pătrunderea distilatului în marea parte ori chiar în tot volumul talașului, face posibilă decurgerea reacțiilor de hidroliză și extracție a substanțelor componente ale lemnului de stejar, într-un strat cu adâncimea de până la 5 mm. Datorită formei neregulate a talașului (rupturi, crăpături etc.), pentru fracția de până la 20 mm aceasta înseamnă posibilitatea epuizării complete, adică folosirea maximă a rezervei

MD 2526 F1 2004.08.31

4

tehnologice a lemnului de stejar. Reieșind din rezerva tehnologică a substanțelor extractive ale lemnului de stejar (100...120 g/kg), care pot fi utilizate în procedeul propus, și din necesitățile tehnologice la maturarea accelerată a distilatelor (0,6...0,8 g/dm³), este determinată cantitatea sumară a talașului de stejar, egală cu 4,0...8,0 g/dm³.

5 În procesul de macerare triplă, la fiecare etapă distilatul crud, tânăr, nu numai că extrage, dar și spală substanțele extractive, care sunt în lichidul din capilarele stejarului. După 3 etape de extracție pot fi utilizate până la 80...90% ale rezervei tehnologice a lemnului de stejar sub formă de talaș cu fracția până la 20 mm.

10 Distilatul crud la fiecare stadiu de extracție, aduce la suprafața de contact a stejarului, deja activată în cursul extracției (extracțiilor) precedente, oxigen dizolvat, care este implicat, direct ori după transformarea în peroxizi, în reacțiile de maturare oxidativă. Datorită suprafeței mari de contact dintre talaș și distilat și duratei de macerare, care crește de la o macerare la alta, aceste reacții, caracteristice și determinante pentru maturare, care au loc la frontiera lemn-lichid, încep și continuă cu viteză sporită paralel cu procesul de extracție. Distilatul, îmbogățit cu componenții lemnului de stejar și peroxizi, formați la suprafața de contact lemn-distilat, cu reacțiile de maturare declanșate, necesită o maturare mai scurtă, doar de câteva luni (nu mai puțin de 5 luni) și o cantitate scăzută de oxigen adăugător (35...70 mg/dm³) pentru a atinge calitatea optimă. Această cantitate este administrată de 1...2 ori a câte 25...35 mg/dm³.

15 Procesul de schimb de masă în capilarele stejarului este favorizat de temperatura în scădere, ce intensifică curenții difuzionali datorită diferenței de temperaturi (și densități) din diferite zone ale distilatului.

20 Limitele temperaturii de macerare (scăderea) sunt determinate ca optime din considerentele vitezei maxime de extracție și de decurgere a reacțiilor de oxidare, care scad brusc mai jos de 40°C și nu se intensifică considerabil mai sus de 75°C.

Procedeul propus se efectuează în modul următor.

25 Talașul de stejar, obținut de la mărunțirea și fracționarea lemnului de stejar, este amplasat în vase, dotate cu sistem de încălzire – răcire și amestecător, în cantitate de 150...200 g/dal (calculată după volumul vasului).

Distilatul crud este amplasat în vas cu o rezervă de volum de 10...15% și este încălzit până la temperatura de 70°C, și supus macerării în decurs de 2...3 zile cu scăderea treptată a temperaturii până la 60...40°C și bruscă până la 30°C.

30 Distilatul este scurs de pe talaș și dirijat la păstrare.

Un alt volum de distilat crud este amplasat în același vas pe talașul rămas după scurgerea distilatului, cu o rezervă de volum de 10...15%, și este încălzit până la temperatura de 70°C. Distilatul este supus macerării în decurs de 3...5 zile cu scăderea treptată a temperaturii până la 60...40°C și bruscă la 30°C.

35 Distilatul este scurs de pe talaș și dirijat la păstrare.

Din nou, un volum de distilat crud, este amplasat pe același talaș, cu o rezervă de volum de 10...15%, și este încălzit până la temperatura de 70°C. Distilatul este supus macerării în decurs de nu mai puțin de 7 zile cu scăderea treptată a temperaturii până la 30°C.

Distilatul scurs de pe talaș este dirijat la păstrare.

40 Distilatul este scurs în cazul când concentrația substanțelor tanante în distilat după prima macerare este mai mare de 1,0 g/dm³, după a doua mai mare de 0,5 g/dm³, iar după a treia de 0,25 g/dm³.

Distilatele, obținute de la toate macerările cu sau fără asamblare, sunt dirijate la maturare în prezența doagelor de stejar parțial epuizate anterior. Maturarea este efectuată la temperatură ambientă, de preferință la temperaturi mai ridicate de 15°C, nu mai puțin de 5 luni. În decursul maturării, în distilat de 1...2 ori este administrat oxigen a câte 25...35 mg/dm³ de fiecare dată.

45 *Exemplul 1*

Talașul de stejar, obținut de la mărunțirea și fracționarea lemnului de stejar, în cantitate de 230 kg a fost introdus într-o cisternă emailată cu capacitatea nominală de 2000 dal, dotată cu sistem de încălzire – răcire și amestecător (pompă).

50 Distilatul de mere crud în cantitate de 1800 dal a fost amplasat pe talașul din cisternă și a fost încălzit prin sistemul de încălzire până la temperatura de 70°C.

După 2 zile de macerare, în decursul căreia temperatura a scăzut până la 55°C, iar concentrația substanțelor tanante a crescut până la 1,0 g/dm³, distilatul a fost răcit brusc până la temperatura de 30°C și scurs de pe talaș.

Prima partidă de distilat a fost dirijată la păstrare.

55 O altă partidă de distilat crud în cantitate de 1850 dal a fost amplasată în cisternă pe talașul rămas după scurgerea distilatului și a fost încălzită până la temperatura de 70°C.

După 5 zile de macerare, în decursul căreia temperatura a scăzut până la 50°C, iar concentrația substanțelor tanante a crescut până la 0,5 g/dm³, distilatul a fost răcit brusc până la temperatura de 30°C, scurs de pe talaș și dirijat la păstrare.

60 A treia partidă de distilat crud în cantitate de 1790 dal a fost amplasată în cisternă pe același talaș și încălzită până la temperatura egală cu 70°C.

MD 2526 F1 2004.08.31

5

După 12 zile de macerare, în decursul cărora temperatura a scăzut până la 45°C, iar concentrația substanțelor tanante în distilat a atins 0,25 g/dm³, distilatul a fost scurs de pe talașul epuizat și a fost dirijat la păstrare.

5 Talașul epuizat a fost spălat cu apă pentru recuperarea alcoolului și a fost descărcat din vas. Cantitatea de talaș de stejar, raportată la volumul distilatului crud la toate trei macerările a fost egală cu 4,25 g/dm³.

10 Distilatele, obținute de la toate trei macerările, au fost asamblate cu obținerea unei partide unice de 5400 dal, și au fost dirijate la maturare în cisterne emailate. Maturarea a fost efectuată în prezența doagelor de stejar, parțial epuizate anterior. Temperatura maturării, egală cu temperatura ambiantă a încăperii, a fost în intervalul 18...26°C. În decursul maturării în distilat a fost administrat de 2 ori oxigen a câte 2...35 mg/dm³ de fiecare dată.

În procesul de maturare distilatul a fost supus testărilor organoleptice, iar după 6 luni și testărilor fizico-chimice. Datele testărilor sunt prezentate în tab. 1.

Tabelul 1

Indicii	Termenul de prelevare a mostrelor	Procedeul propus	Procedeul conform celei mai apropiate soluții
1	2	3	4
Densitatea optică	După macerare	0,18	0,14
	După 6 luni de maturare	0,22	0,16
Concentrația extractului, g/dm ³	După macerare	0,73	0,60
	După 6 luni de maturare	0,78	0,68
Concentrația taninelor, g/dm ³	După macerare	0,51	0,31
	După 6 luni de maturare	0,43	0,41
Concentrația ligninei, g/dm ³	După macerare	0,80	0,39
	După 6 luni de maturare	0,44	0,41
Concentrația vanilinei, mg/dm ³	După macerare	3,2	2,0
	După 6 luni de maturare	4,8	2,5
Caracteristica organoleptică	După macerare	Aromă cu nuanțe de mere și vanilie, gust astringent, puțin amarui	Aromă cu nuanțe de mere și vanilie, gust arzător, extractiv
	După 4 luni de maturare	Aromă de mere, vanilie, stejar, gust astringent	Aromă de mere, vanilie, stejar, gust astringent
	După 6 luni de maturare	Aromă complexă cu nuanțe de mere, vanilie, stejar nobil, învechire, gust rond	Aromă plăcută de mere, stejar, gust astringent grosier

15 Distilatul, maturat accelerat conform procedurii propus, se caracterizează prin calitatea tipică pentru distilatul maturat cel puțin trei ani și este mai calitativ decât distilatul, maturat conform celei mai apropiate soluții.

După rezultatele testărilor, distilatul maturat 6 luni a fost dirijat la producerea băuturilor tari.

20 *Exemplul 2*

Talașul de stejar, obținut de la mărunțirea și fracționarea lemnului de stejar, în cantitate de 500 kg a fost introdus într-o cisternă emailată cu capacitatea nominală de 2500 dal, dotată cu sistem de încălzire – răcire și agitator.

25 Distilatul de vin crud în cantitate de 2200 dal a fost amplasat pe talașul din cisternă și a fost încălzit prin sistemul de încălzire până la temperatura de 70°C.

După 3 zile de macerare, în decursul cărora temperatura a scăzut până la 55°C, iar concentrația substanțelor tanante a crescut până la 1,2 g/dm³, distilatul a fost răcit până la temperatura de 30°C și scurs de pe talaș.

Prima partidă de distilat a fost dirijată la păstrare.

30 O altă partidă de distilat crud în cantitate de 2250 dal a fost amplasată în cisternă pe talașul rămas după scurgerea distilatului și a fost încălzită până la temperatura egală cu 70°C.

După 4 zile de macerare, în decursul cărora temperatura a scăzut până la 50°C, iar concentrația substanțelor tanante a crescut până la 0,6 g/dm³, distilatul a fost răcit brusc până la temperatura de 30°C, scurs de pe talaș și dirijat la păstrare.

MD 2526 F1 2004.08.31

6

A treia partidă de distilat crud în cantitate de 2280 dal a fost amplasată în cisternă pe același talaș scurs și încălzită până la temperatura de 70°C.

După 7 zile de macerare concentrația substanțelor tanante în distilat a atins 0,25 g/dm³, iar temperatura 40°C. Distilatul a fost scurs de pe talaș și a fost dirijat la păstrare.

5 Talașul epuizat, a fost spălat cu apă pentru recuperarea alcoolului și a fost descărcat din vas. Cantitatea de talaș de stejar, raportată la volumul distilatului crud la toate trei macerările, a fost egală cu 7,5 g/dm³.

Distilatele, obținute de la toate trei macerările, în cantitate totală de 6650 dal, au fost dirijate la maturare, separat în cisterne emailate a câte 2200 dal.

10 Maturarea a fost efectuată în prezența doagelor de stejar parțial epuizate anterior. Temperatura maturării, egală cu temperatura ambiantă a încăperii, a variat în intervalul 10...20°C. În decursul maturării în distilatul de la primul stadiu a fost administrat de 2 ori oxigen a câte 35 mg/dm³, în distilatul de la al doilea stadiu de 2 ori câte 25 mg/dm³, iar în distilatul de la al treilea stadiu o dată 25 mg/dm³.

În procesul de maturare mostrele distilatelor au fost asamblate 1:1:1 și supuse testărilor organoleptice, iar după 6 și 8 luni – și testărilor fizico-chimice. Datele testărilor sunt prezentate în tabelul 2.

15

Tabelul 2

Indicii	Termenul de prelevare a mostrelor	Procedeeul propus	Procedeeul conform celei mai apropiate soluții
1	2	3	4
Densitatea optică	După macerare	0,22	0,14
	După 6 luni de maturare	0,24	0,16
	După 8 luni de maturare	0,23	0,17
Concentrația extractului, g/dm ³	După macerare	0,88	0,60
	După 6 luni de maturare	0,92	0,68
	După 8 luni de maturare	0,95	0,71
Concentrația taninelor, g/dm ³	După macerare	0,61	0,31
	După 6 luni de maturare	0,66	0,41
	După 8 luni de maturare	0,68	0,47
Concentrația ligninei, g/dm ³	După macerare	0,92	0,39
	După 6 luni de maturare	0,49	0,41
	După 8 luni de maturare	0,57	0,44
Concentrația vanilinei, mg/dm ³	După macerare	3,1	2,0
	După 6 luni de maturare	5,4	2,5
	După 8 luni de maturare	5,9	2,9
Caracteristica organoleptică	După macerare	Aromă cu nuanțe de flori și vanilie, gust puțin amar	Aromă cu nuanțe de flori și vanilie, gust arzător, extractiv
	După 4 luni de maturare	Aromă de flori, vanilie, stejar, gust astringent	Aromă de flori, stejar, gust astringent
	După 6 luni de maturare	Aromă complexă cu nuanțe de flori, vanilie, stejar, gust grosier	Aromă plăcută de flori, stejar, gust astringent, grosier
	După 8 luni de maturare	Aromă compusă, cu nuanțe de flori, vanilie, stejar nobil, învechire, gust rond	Aromă compusă, cu nuanțe ușoare de flori și învechire, gust rond

20 Distilatul, maturat accelerat conform procedeeului propus, se caracterizează prin calitatea tipică pentru distilatul maturat cel puțin trei ani și este mai calitativ decât distilatul, maturat după procedeeul conform celei mai apropiate soluții.

După rezultatele testărilor distilatele maturate 8 luni au fost asamblate și dirijate la producerea băuturilor tari.

MD 2526 F1 2004.08.31

7

(57) Revendicare:

5 Procedeul de maturare accelerată a distilatelor care include macerarea termică triplă a distilatelor crude pe lemn de stejar mărunțit până la 20 mm în cantitatea sumară de 4...8 g/dm³, cu scăderea temperaturii treptat de la 70°C până la 60...40°C, durata macerărilor 1, 2 și 3 fiind de 2...3, 3...5 și nu mai puțin de 7 zile respectiv și maturarea ulterioară a distilatelor, cu sau fără asamblare, în prezența doagelor de stejar utilizate, în decurs de nu mai puțin de 5 luni, cu administrarea oxigenului de 1...2 ori în doză a câte 25...35 mg/dm³.

10

(56) Referințe bibliografice:

1. Carpov S. Tehnologia generală a industriei alimentare. Tehnologii fermentative. Chișinău, 1997, p. 261
2. Reguli principale de fabricare a divinurilor. RG 67-02934365-01-96, p. 22-31
3. MD 1928 G2 2002.05.31

Șef Secție:

GUȘAN Ala

Examinator:

COLESNIC Inesa

Redactor:

CANȚER Svetlana

RAPORT DE DOCUMENTARE

(21) Nr. depozit: a 2003 0154		
(22) Data depozit: 2003.06.24		
(51) ⁷ : C 12 H 1/22; C 12 G 3/07 Alți indici de clasificare: Titlul : Procedeu de maturare accelerată a distilatelor (71) Solicitantul : OENOLAB S.R.L., INTREPRINDERE TEHNICO-ȘTIINȚIFICĂ, MD Termeni caracteristici : maturare accelerată, lemn de stejar		
I. Minimul de documente consultate (sistema clasificării și indici de clasificare Int. Cl. (7))		
(MD, EA, SU) Int. Cl. ⁷ C 12 H 1/22; C 12 G 3/07 Certificate de autor al URSS MD 1993-2004-04-07 BEA 1996-2004		
II. Documente considerate ca relevante		
Categoria*	Date de identificare ale documentelor citate si indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A	1. Carpov S. Tehnologia generală a industriei alimentare. Tehnologii fermentative. Chișinău, 1997, pag. 261	1
A	2. Reguli principale de fabricare a Divinurilor. RG 67-02934365-01-96. pag. 22-31	1
A	3. MD 1928 G2 2002.05.31	1
<input type="checkbox"/> Documentele următoare sunt indicate în continuare a rubricii II		<input type="checkbox"/> Informația referitoare la brevete paralele se anexează
* categoriile speciale ale documentelor consultate:		P - document publicat înainte de data de depozit dar după data priorității invocate
A - document care definește stadiul anterior general		T - document publicat după data de depozit sau a priorității invocate, care nu aparține stadiului pertinent al tehnicii, dar care este citat pentru a pune în evidența principiul sau teoria care conține baza invenției
E - document anterior dar publicat la data de depozit național reglementar sau după aceasta data		X - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată nouă sau implicând activitate inventivă
L - document care poate pune în discuție data priorității invocate, poate contribui la determinarea datei publicării altor divulgări sau pentru un motiv expres (se va indica motivul)		Y - document de relevanță deosebită: invenția revendicată nu poate fi considerată ca implicând activitate inventivă cand documentul este asociat cu unul sau mai multe alte documente de aceeași natură, aceasta combinație fiind evidentă pentru o persoană de specialitate
O - document referitor la o divulgare orală, un act de folosire, la o expunere sau orice altă		& - document care face parte din aceeași familie de documente
Data finalizării documentării		2004.01.12
Examinatorul		Colesnic Inesa

RAPORT DE DOCUMENTARE

Informația referitoare la brevete paralele		(21) Nr deposit:	
Date de identificare ale documentelor citate in raport	Data publicării	Brevete paralele	Data publicării
1	2	3	4