



MD 602 Y 2013.02.28

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **602** ⁽¹³⁾ **Y**
(51) Int.Cl: *G01N 30/72* (2006.01)
B01D 15/00 (2006.01)
B01D 15/08 (2006.01)
C12G 1/00 (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 2012 0026 (22) Data depozit: 2012.02.03	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2013.02.28, BOPI nr. 2/2013
(71) Solicitant: INSTITUȚIA PUBLICĂ INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE, MD (72) Inventatori: RUSU Emil, MD; DUMANOV Veronica, MD; MARCOVSCHII Mihail, RU; GUGUCICHINA Tatiana, RU (73) Titular: INSTITUȚIA PUBLICĂ INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE, MD	

(54) **Procedeu de determinare a compușilor volatili în vinul alb**

(57) **Rezumat:**

1
Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de determinare a compușilor volatili în vinul alb.

Procedeu, conform invenției, include pregătirea probei de vin prin adăugarea sulfatului de amoniu și 2-heptanolului, pregătirea prealabilă a unui adsorbant solid din polistiren suprarețiculat, amplasat într-un cartuș, prin tratarea succesivă a acestuia cu clorură de metilen și etanol, spălarea cu apă distilată și suflarea cu un jet de aer; adsorbția compușilor volatili la trecerea probei prin cartuș sub vid și spălarea adsorbantului cu apă

2
distilată; desorbția compușilor volatili la trecerea prin adsorbant a unui solvent, format din acetat de etil și clorură de metilen în proporție de 1:1 după volum, cu obținerea unui eluat, tratarea acestuia cu sulfat de sodiu anhidru, evaporarea până la obținerea unui concentrat în cantitate de 0,5 ml și determinarea compușilor volatili prin cromatografie și spectrometrie de masă.

15
Rezultatul constă în majorarea capacității de adsorbție și a numărului de compuși determinați.

Revendicări: 1

MD 602 Y 2013.02.28

(54) Method for determining the volatile compounds in white wine

(57) Abstract:

1 The invention relates to the wine industry, namely to a method for determining the volatile compounds in white wine.

The method, according to the invention, comprises the preparation of wine sample by adding ammonium sulfate and 2-heptanol, preliminary preparation of a solid adsorbent of hypercrosslinked polystyrene, placed in a cartridge, by its subsequent treatment with methylene chloride and ethanol, washing with distilled water and blowing with an air stream; adsorption of volatile compounds during passage of sample through the cartridge under vacuum and washing of adsorbent with

2 distilled water; desorption of volatile compounds during passage through the adsorbent of a solvent, consisting of ethyl acetate and methylene chloride in the ratio of 1:1 by volume, by obtaining an eluate, its treatment with anhydrous sodium sulfate, evaporation to the obtaining of a concentrate in the amount of 0.5 ml and determination of volatile compounds by chromatography and mass spectrometry.

The result is an increase in the adsorption capacity and number of determined components.

Claims: 1

(54) Способ определения летучих соединений в белом вине

(57) Реферат:

1 Изобретение относится к винодельческой промышленности, а именно к способу определения летучих соединений в белом вине.

Способ, согласно изобретению, включает подготовку пробы вина путем добавления сульфата аммония и 2-гептанола, предварительную подготовку твердого адсорбента из сверхсшитого полистирола, помещенного в картридж, путем его последовательной обработки метиленхлоридом и этанолом, промывание дистиллированной водой и продувку потоком воздуха; адсорбцию летучих соединений при прохождении пробы через картридж под

2 вакуумом и промывание адсорбента дистиллированной водой; десорбцию летучих соединений при прохождении через адсорбент растворителя, состоящего из этилацетата и метиленхлорида в соотношении 1:1 по объему, с получением элюата, его обработку безводным сульфатом натрия, испарение до получения 0,5 мл объема концентрата и определение летучих соединений путем хроматографии и массовой спектрометрии.

Результат состоит в увеличении способности адсорбции и числа определяемых компонентов.

П. формулы: 1

Descriere:

Invenția se referă la industria vinicolă, și anume la un procedeu de determinare a compușilor volatili în vinul alb.

5 Înainte de detectarea compușilor volatili prin cromatografie și spectrometrie de masă (GC-MS) este necesar să se efectueze extracția corespunzătoare a acestora.

10 Este cunoscut procedeul discontinuu de extracție lichid-lichid a compușilor volatili din vin cu un solvent organic, care prevede răcirea a 100 ml de vin cu adăugarea standardelor etalon de 0,05 ml de soluție alcoolică echivalentul a 29 μg de 3-octanol și a 23 μg de 4-nonanol; ulterior se efectuează adăugarea solventului diclormetan în cantitate de 40 ml și amestecarea la viteza de 350
10 rot/min timp de 20 min; centrifugarea soluției obținute la viteza de 8500 rot/min timp de 10 min la temperatura de 5°C cu recuperarea fazei organice și deshidratarea acesteia cu sulfat de sodiu și concentrarea până la un volum final de 0,1 ml prin distilare în vid și injectarea probei la GC-MS [1].

15 Dezavantajul acestui procedeu constă în aceea că permite determinarea numai a 26 de compuși volatili ai vinului, procesul este îndelungat, necesită un volum mare de reactivi și nu este posibilă automatizarea lui.

De asemenea, este cunoscut procedeul discontinuu de extracție lichid-lichid a compușilor volatili din vin, în care 25 ml de vin se introduc într-un cilindru cu dop șlefuit, se adaugă 6...8 g de NaCl cristalin, se amestecă bine, apoi se adaugă 2 ml de ester dietilic. Se efectuează extragerea
20 timp de 10...15 min, apoi se lasă până la stratificare. Pentru analiză se folosește stratul superior [2].

Dezavantajul acestui procedeu constă în aceea că detectarea compușilor volatili se efectuează la un gaz-cromatograf, procedeul poate fi considerat mai mult calitativ decât cantitativ, se utilizează pentru compararea cu aromogramma aromatizatorului sintetic-etalon, necesită soluții de
25 aromatizatori sintetici-etalon.

Mai este cunoscut procedeul de microextracție pe fază solidă în baza SBSE (Stir Bar Sorptive Extraction), care prevede prelevarea unei probe de vin în volum de 5 ml și trecerea lui într-un balon, amplasarea directă în vin a unei tije de extracție, care reprezintă o tija din sticlă utilizată ca agitator magnetic acoperită cu un strat de adsorbție constituit din polidimetilsiloxan; balonul se
30 închide și este supus agitării magnetice timp de 1 h; ulterior tija se extrage cu un clește, se clătește cu apă distilată, se plasează într-un tub de sticlă pentru desorbție termică care este cuplat cu cromatograful GC-MS [3].

Dezavantajele acestui procedeu constau în aceea că sunt necesare utilaje suplimentare pentru desorbția termică, permite determinarea numai a 50 de compuși volatili ai vinului, precum și
35 incapacitatea de extragere deplină a constituenților volatili din cauza că extracția este întotdeauna limitată de coeficienții fazei de distribuție a substanțelor extractibile și de raportul dintre volumele fazelor soluției și adsorbantului într-un sistem de echilibru.

Cea mai apropiată soluție tehnică de prezenta invenție este procedeul de extracție pe fază solidă în concentrare dinamică, conform căruia soluția de probă este trecută printr-un cartuș de extracție, care are forma unei seringi, în interiorul căreia se află masa adsorbantă. De regulă, trecerea (eluția) prin cartuș a unui volum lichid (probă sau solvent) este favorizată de crearea unui vid la capătul cartușului. În calitate de adsorbant se utilizează polistiren suprareticulat. După aceasta se efectuează spălarea materialului cu un solvent adecvat pentru îndepărtarea eventualelor
45 contaminanți ai adsorbantului; uscarea materialului adsorbant, care se realizează prin trecerea continuă a unui curent de aer prin cartuș sau prin aplicarea în condiția unei suprapresiuni a unui gaz inert; acomodarea materialului adsorbant cu solventul probei prin trecerea unui volum mic din acesta prin masa adsorbantă; urmează extracția propriu-zisă, care constă în trecerea unui volum bine stabilit de probă peste materialul adsorbant; apoi spălarea adsorbantului, această a doua
50 spălare se realizează în scopul îndepărtării efectelor de matrice, care pot apărea datorită unor fenomene de reținere neselectivă, se folosește de obicei solventul probei. Nu se vor utiliza solvenți care să permită solubilizarea și desorbția compușilor interesați. Se continuă cu uscarea adsorbantului, care se realizează prin intermediul unui curent de aer sau a unui gaz inert; desorbția, etapa constă în solubilizarea compușilor interesați și antrenarea lor din interiorul matricei solide în care au fost anterior reținuți, prin intermediul unui solvent adecvat. În cazul în care concentrația analitului după desorbție se situează sub limita de detecție a sistemului cromatografic, este absolut
55 necesară o etapă de preconcentrare. Preconcentrarea se realizează în general prin evaporarea selectivă a solventului într-un flux moderat de gaz inert [4].

Dezavantajul acestui procedeu constă în lipsa unei proceduri specifice de pregătire a fazei solide pentru extragerea din vin a compușilor volatili în scopul analizei ulterioare a extractului obținut la cromatograful GC-MS.

Problema pe care o rezolvă prezenta invenție este pregătirea prealabilă a adsorbantului solid din polistiren suprareticulat, în scopul majorării efectului de adsorbție a compușilor volatili din vin și reducerii procedurii de pregătire a probelor.

Procedeeul, conform invenției, include pregătirea probei de vin prin adăugarea sulfatului de amoniu și 2-heptanolului, pregătirea prealabilă a unui adsorbant solid din polistiren suprareticulat, amplasat într-un cartuș, prin tratarea succesivă a acestuia cu clorură de metilen și etanol, spălarea cu apă distilată și suflarea cu un jet de aer; adsorbția compușilor volatili la trecerea probei prin cartuș sub vid și spălarea adsorbantului cu apă distilată; desorbția compușilor volatili la trecerea prin adsorbant a unui solvent, format din acetat de etil și clorură de metilen în proporție de 1:1 după volum, cu obținerea unui eluat, tratarea acestuia cu sulfat de sodiu anhidru, evaporarea până la obținerea unui concentrat în cantitate de 0,5 ml și determinarea compușilor volatili prin cromatografie și spectrometrie de masă.

Rezultatul constă în majorarea capacității de adsorbție și a numărului de compuși determinați.

Utilizarea la pregătirea fazei solide a acetatului de etil, clorurii de metilen și etanolului asigură o gonflare eficientă și majorarea capacității de adsorbție a compușilor volatili. Datorită acestui fapt numărul de compuși aromatici, determinați la cromatograful GC-MS, este de 129 și este de circa 2 ori mai mare în raport cu procedeele cunoscute.

Folosirea apei distilate pentru spălarea cartușului încărcat asigură o înlăturare mai eficientă a compușilor chimici de altă natură, spre exemplu a compușilor fenolici, este inertă față de substanțele aromate adsorbite și nu modifică natura lor.

Utilizarea în calitate de soluție standard intern a 2-heptanolului permite determinarea cu o mare precizie a concentrației substanțelor volatile identificate, iar utilizarea sulfatului de amoniu asigură o separare bună a alcoolilor volatili din vin ce participă la formarea aromei.

Utilizarea acetatului de etil și clorurii de metilen în amestecul utilizat pentru eluția substanțelor aromate asigură practic desorbția totală a acestora de pe suprafața fazei solide.

Astfel, utilizarea compușilor menționați, cum ar fi clorura de metilen, etanolul și apa distilată la pregătirea prealabilă a suprafeței cartușului, precum și a sulfatului de amoniu dizolvat în vinul investigat permit o separare mai bună a alcoolilor volatili. Utilizarea soluției de 2-heptanol în calitate de soluție standard intern și a clorurii de metil în amestecul folosit pentru desorbția substanțelor aromate permite obținerea unor noi rezultate, care constă în majorarea de circa 2 ori a numărului de compuși volatili identificați în vinurile albe supuse investigării la cromatograful GC-MS.

Procedeeul propus se efectuează în felul următor.

Cartușul cu fază solidă, alcătuită din polistiren suprareticulat, de exemplu tip „DIAPAK P”, Federația Rusă în cantitate de 3...6 ml, este tratat succesiv cu 5 ml de clorură de metilen, apoi cu 5 ml de etanol și la sfârșit cu 10 ml de apă distilată. După care, mostra de vin preconizată pentru investigare în cantitate de 50 ml, în care se adaugă 10 g de sulfat de amoniu și 0,5 ml soluție de 2-heptanol cu concentrația de 98%, este trecută sub vid prin cartușul pregătit cu o viteză de 0,5 ml/min. După finalizarea procesului cartușul este spălat cu apă distilată în cantitate de 10 ml și suflat cu un jet de aer timp de 5 min. Desorbția compușilor volatili de pe suprafața cartușului se efectuează cu un amestec de acetat de etil și clorură de metilen în proporție de 1:1 (după volum) în cantitate de 4 ml. Extractul obținut este tratat cu sulfat de sodiu anhidru, pentru asanarea acestuia și legarea compușilor fenolici, și concentrat prin evaporare până la obținerea unui volum de 0,5 ml. După pregătirea respectivă extractul este injectat în cromatograful GC-MS.

Exemplu

Cartușul, constituit din polistiren suprareticulat de natură hidrofobă, este supus în prealabil pregătirii, care cuprinde trecerea succesivă prin acesta a clorurii de metilen în cantitate de 5 ml, apoi a 5 ml de etanol și la final a 10 ml de apă distilată. În 50 ml de vin alb supus investigării se adaugă 10 g de sulfat de amoniu și 0,5 ml de soluție 2-heptanol cu concentrația de 98%, după care amestecul obținut este trecut sub vid prin cartușul pregătit cu o viteză de 0,5 ml/min. După finalizarea procesului cartușul, pe suprafața căruia sunt adsorbite substanțele aromate, este spălat cu 10 ml de apă distilată și suflat cu un jet de aer timp de 5 min.

Desorbția compușilor aromatici de pe suprafața cartușului se realizează cu o soluție de eluție, alcătuită din 2 ml de acetat de etil și 2 ml de clorură de metilen, amestecul obținut fiind trecut prin cartuș și colectat aparte. În extractul obținut se adaugă sulfat de sodiu anhidru în cantitate ce

asigură adsorbția apei din acesta, apoi se separă de sare și se concentrează prin evaporare cu ajutorul unui curent slab de aer până la obținerea unui volum de 0,5 ml.

Extractul concentrat ce conține substanțe aromate este injectat în cromatograf pentru a fi analizat.

- 5 Analiza compușilor aromatici ai extractului se realizează la cromatograful GC-MS cu spectrometru de masă tip „Clarus 600 T”, având coloană „PE-WAX ETR” cu lungimea de 50 m și diametrul interior de 0,32 mm. Condițiile de analiză: purtător de gaz - heliu, temperatura camerei de evaporare de 220°C, a coloanei de 75°C, intervalul încălzirii de 4°C/min până la temperatura de 225°C.

- 10 Identificarea picurilor cromatografice s-a efectuat conform bibliotecii generale a spectrometrului de masă „NIST”. Durata totală a unei analize este de circa 60 min.

În tabelul 1 sunt prezentate rezultatele analizei extractului de compuși aromatici obținut din vinul de soiul Riton, anul de recoltă 2008, prin cea mai apropiată soluție, iar în tabelul 2 prin procedeul propus.

- 15 Compușii aromatici ai extractului obținut prin procedeul de extragere lichid-lichid (vinul RITON, recolta anului 2008)

Tabelul 1

Nr. d/r	Timp, min	Nr. d/r a comp. prin cea mai apropiată soluție	Denumirea compusului	Nr. de înregistrareCA S	Ioni	Suprafața	Suprafața reală	Pondere, %
1	3,16	3	Acetaldehidă	75-07-0	44	63380	0,4051	0,302
2	3,76	5	Acetonă	67-64-1	43	283100	1,8100	1,350
3	3,96	7	1,1-dietoxi-metan	462-95-3	103	35570	0,2274	0,170
4	4,48	9	Butanon	78-93-3	43	2687000	17,1800	12,809
5	4,82	10	3-metil-2-butanon	563-80-4	43	429200	2,7440	2,046
6	5,02	12	Etilpropanoat	105-37-3	57	784200	5,0130	3,738
7	5,43	16	2-pentanon	107-87-9	86	15450	0,0988	0,074
8	5,70	18	2-metil-3-pentanon	565-69-5	57	14140	0,0904	0,067
9	5,79	20	2-butanol	14898-79-4	45	100600	0,6431	0,480
10	5,92	1	Acetonitril(standard intern)	75-05-8	40	156400	1,0000	0,746
11	6,81	29	Butilacetat	123-86-4	56	13130	0,0839	0,063
12	6,93	31	Izobutanol	78-83-1	43	17210	0,1100	0,082
13	7,76	35	Izoamilacetat	123-92-2	70	25030	0,1600	0,119
14	8,03	36	Butanol	71-36-3	56	12780	0,0817	0,061
15	9,42	38	Izoamilol	123-51-3	70	503800	3,2210	2,402
16	10,21	40	Etilhexanoat	123-66-0	88	4895	0,0313	0,023
17	13,02	51	Hexanol	111-27-3	69	9300	0,0595	0,044
18	13,06	52	Etilactat	97-64-3	45	13670	0,0874	0,065
19	14,47	55	t-2-hexenol	928-95-0	57	2925	0,0187	0,014
20	15,24	56	Etiloctanoat	106-32-1	88	15840	0,1012	0,076
21	16,12	60	Acid acetic	64-19-7	60	7952000	50,8300	37,909
22	17,95	63	Linalol	78-70-6	93	2613	0,0167	0,012
23	18,48	66	Benzaldehidă	100-52-7	106	1002	0,0064	0,005
24	20,56	74	Acid butanoic	107-92-6	60	81850	0,5232	0,390
25	21,36	76	Dietilsuccinat	123-25-1	129	144500	0,9238	0,689
26	22,09	80	Terpineol	98-55-5	93	2944	0,0188	0,014
27	24,36	86	Acid crotonic	3724-65-0	86	47030	0,3006	0,224
28	25,11	89	2-feniletil acetat	103-45-7	104	78170	0,4997	0,373
29	25,22	91	Geraniol	106-24-1	69	1924	0,0123	0,009
30	25,52	93	Acid hexanoic	142-62-1	60	81750	0,5226	0,390
31	27,15	100	2,6-dimetil-3,7-octadien-2,6-diol	13741-21-4	82	15340	0,0981	0,073
32	27,23	101	Feniletanol	60-12-8	91	6427000	41,0800	30,639
33	30,02	106	Dietilmalat	626-11-9	117	83700	0,5350	0,399

MD 602 Y 2013.02.28

6

34	30,50	107	Acid octanoic	124-07-2	60	140400	0,8978	0,669
35	35,72	114	2-metoxi-4-vinilfenol	7786-61-0	150	170100	1,0870	0,811
36	37,53	117	Hidroximetildehidrofuran-2-one	194-17-0	85	129500	0,8278	0,617
37	41,34	120	Acid 9-decanoic	14436-32-9	55	26140	0,1671	0,125
38	45,72	124	2-metilbenzenaldehidă	529-20-4	120	403200	2,577	1,922
Total						20976783		100

Compușii aromatici ai extractului obținut prin procedeul de extracție propus
(vinul RITON, recolta anului 2008)

Tabelul 2

5

Nr. d/r	Timp min	Nr. d/r a comp. prin procedul propus	Denumirea compusului	Nr. de identificare CAS	Ioni	Suprafața	Suprafața reală	Ponderea, %
1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	3,18	2	Acetaldehidă	75-07-0	44	50890	0,00097	0,010
2	3,80	3	Acetonă	67-64-1	43	337200	0,00641	0,064
3	4,04	4	1,1-dietoxi-metan	462-95-3	103	151600	0,00288	0,029
4	4,58	5	Butanon	78-93-3	43	14020000	0,26660	2,646
5	5,01	7	2,4,5-trimetil-1,3-dioxolan	3299-32-9	101	2541000	0,04833	0,480
6	5,19	8	Etilpropanoat	105-37-3	57	4653000	0,08848	0,878
7	5,28	9	Acid 2-metil-propanoic	97-62-1	71	27180	0,00052	0,005
8	5,45	10	Propilacetat	109-60-4	61	39880	0,00076	0,008
9	5,60	11	2-butilacetat	105-46-4	56	86260	0,00164	0,016
10	5,64	12	2-pentanon	107-87-9	86	101500	0,00193	0,019
11	5,93	14	2-metil-3-pentanon	565-69-5	57	81350	0,00155	0,015
12	6,03	15	Izobutilacetat	110-19-0	56	30330	0,00058	0,006
13	6,05	16	2-butanol	14898-79-4	45	684700	0,01302	0,129
14	6,30	17	2-metil-3-buten-2-ol	115-18-4	71	78000	0,00148	0,015
15	6,31	18	3-metil-2-pentanon	565-61-7	57	46220	0,00088	0,009
16	6,35	19	Propanol	71-23-8	31	255700	0,00486	0,048
17	6,40	20	1,1-dietoxi-butan	3658-95-5	103	19370	0,00037	0,004
18	6,44	21	Etilbutirat	105-54-4	71	121200	0,00231	0,023
19	6,77	22	Etil-2-metilbutirat	7452-79-1	57	19580	0,00037	0,004
20	7,07	23	Etil-3-metilbutirat	108-64-5	88	26590	0,00051	0,005
21	7,20	24	Butilacetat	123-86-4	56	98360	0,00187	0,019
22	7,35	25	Izobutanol	78-83-1	43	5857000	0,11140	1,105
23	7,69	26	3-etoxi-2-butanon	ID:19319051*	45	69090	0,00131	0,013
24	7,70	28	1-(1-etoxietoxi)pentan	13442-89-2	145	12130	0,00023	0,002
25	8,29	29	Izoamilacetat	123-92-2	43	613800	0,01167	0,116
26	8,62	30	Butanol	71-36-3	56	228000	0,00434	0,043
27	9,00	31	2,2-dimetil-4-hidroxi-3-hexanon	92975-70-7	57	12370	0,00024	0,002
28	9,28	32	β-mircen	123-35-3	93	7206	0,00014	0,001
29	10,01	34	2-heptanon	110-43-0	43	85120	0,00162	0,016
30	10,27	35	Izoamilol	123-51-3	55	93890000	1,78600	17,720
31	10,59	36	Limonen	5989-27-5	68	12670	0,00024	0,002
32	11,16	37	Etilhexanoat	123-66-0	88	233000	0,00443	0,044
33	11,49	38	Pentanol	71-74-0	55	39190	0,00075	0,007
34	11,67	39	3-metil-3-buten-1-ol	763-32-6	68	5230	0,00010	0,001
35	12,37	42	Etilpiruvat	617-35-6	43	308200	0,00586	0,058
36	13,02	46	1-metil-4-(1-metiletiliden)-	586-62-9	93	2370	0,00005	0,0004

MD 602 Y 2013.02.28

7

			ciclohexen					
37	13,41	1	2-heptanol (standard intern)	543-49-7	45	52580000	1,00000	9,924
38	13,81	48	3-metil-1-pentanol	589-35-3	56	382500	0,00727	0,072
39	13,92	49	Acid 2-oxo-propanoic	127-17-3	43	54250	0,00103	0,010
40	14,58	51	Hexanol	111-27-3	69	745100	0,01417	0,141
41	14,61	52	Etil lactat	97-64-3	45	4729000	0,08992	0,893
42	15,00	53	Trans-3-hexenol	928-97-2	41	112000	0,00213	0,021
43	15,12	54	3-pentanol	584-02-1	59	9789	0,00019	0,002
44	15,59	55	3-etoxi-1-propanol	111-35-3	31	27260	0,00052	0,005
45	15,73	56	3-hexen-1-ol	928-96-1	67	77620	0,00148	0,015
46	16,16	57	1-metoxi-1-octen-4-on	136015-87-7	59	104300	0,00198	0,020
47	16,27	58	Nonanal	124-19-6	57	29410	0,00056	0,006
48	16,64	59	2-hexen-1-ol	928-95-0	57	13710	0,00026	0,003
49	17,23	60	Etilcaprilat	106-32-1	88	344100	0,00654	0,065
50	17,77	61	Heptanol	111-70-6	70	56010	0,00107	0,011
51	17,80	62	cis-Linalol oxid	5989-33-3	111	10110	0,00019	0,002
52	18,29	63	Acid acetic	64-19-7	43	46910000	0,89200	8,853
53	18,90	64	Furfural	98-01-1	95	10820	0,00021	0,002
54	19,86	66	trans-5-hidroxi-2-metil-1,3-dioxan	ID:10178863*	44	114500	0,00218	0,022
55	20,21	68	Etil 3-hidroxi-butanoat	5405-41-4	43	81910	0,00156	0,015
56	20,62	69	Linalol	78-70-6	71	141300	0,00269	0,027
57	20,69	70	2,3-butandiol	19132-06-0	45	800700	0,01523	0,151
58	20,82	71	Acid pentanoic	10348-47-7	69	280200	0,00533	0,053
59	20,99	73	1-octanol	111-87-5	56	12460	0,00024	0,002
60	21,12	74	Benzaldehidă	100-52-7	77	23190	0,00044	0,004
61	21,26	76	Acetoin	513-86-0	45	47450	0,00090	0,009
62	21,83	79	Dietil malonat	105-53-3	115	16890	0,00032	0,003
63	21,94	80	Acid izobutiric	79-31-2	43	345500	0,00657	0,065
64	22,70	81	Hotrienol	29957-43-5	43	178800	0,00340	0,034
65	22,90	82	1-metoxi-2-butanol	53778-73-7	59	33570	0,00064	0,006
66	23,13	84	trans-4-hidroximetil-2-metil-1,3-dioxolan	ID:85967*	43	259900	0,00494	0,049
67	23,51	85	Etildecanoat	110-38-3	88	51290	0,00098	0,010
68	23,59	86	Etil 2-furoat	1335-40-6	95	108900	0,00207	0,021
69	23,68	88	Etilmetilsuccinat	627-73-6	115	36180	0,00069	0,007
70	23,80	89	Acid butanoic	107-92-6	60	1372000	0,02609	0,259
71	24,10	90	1-nonanol	143-08-8	56	6398	0,00012	0,001
72	24,11	91	4-vinilfenol	ID:56234*	120	11510	0,00022	0,002
73	24,25	92	4-metilbenzaldehydă	104-87-0	91	15240	0,00029	0,003
74	24,65	93	Butirolactonă	96-48-0	42	262200	0,00499	0,049
75	24,83	94	Dietilsuccinat	123-25-1	101	15600000	0,29670	2,944
76	24,91	95	Acid 3-metilbutanoic	503-74-2	60	2813000	0,05350	0,531
77	25,07	96	cis-4-hidroximetil-2-metil-1,3-dioxolan	ID:85967*	103	116000	0,00221	0,022
78	25,15	97	Etil 9-decenoat	67233-91-4	88	27810	0,00053	0,005
79	25,18	98	2,6-dimetil-3,7-octadien-2,6-diol	13741-21-4	82	85840	0,00163	0,016
80	25,66	99	Terpineol	98-55-5	59	244900	0,0466	0,046
81	26,36	100	3-metiltio-1-propanol	505-10-2	106	6134	0,00012	0,001
82	26,80	102	1,3-propandiolacetat	628-66-0	43	161600	0,00307	0,030
83	27,22	106	Citronellol	106-22-9	69	15250	0,00029	0,003
84	27,69	107	2,7-dimetil-4,5-octandiol	82343-35-9	69	57930	0,00110	0,011
85	27,84	108	Dietilglutarat	818-38-2	143	17430	0,00033	0,003
86	28,18	109	Etil izobutylsuccinat	ID:140973*	101	13520	0,00026	0,003
87	28,40	110	Acid 2-butenic	107-93-7	86	347300	0,00661	0,066

MD 602 Y 2013.02.28

8

88	28,44	111	Etil pentilacetat	101-97-3	91	47350	0,00090	0,009
89	28,56	112	Etil 4-hidroxibutanoat	ID:317608*	87	460300	0,00875	0,087
90	28,71	113	Metil 2-hidroxibenzoat	119-36-8	120	19790	0,00038	0,004
91	29,11	115	cis-5-hidroxi-2-metil-1,3-dioxan	ID:10178863*	103	74060	0,00141	0,014
92	29,12	116	□-metil-benzenmetanol	98-85-1	122	5104	0,00010	0,001
93	29,36	117	2-feniletacetat	103-45-7	104	211800	0,00403	0,040
94	29,59	118	Geraniol	106-24-1	69	80630	0,00153	0,015
95	29,91	120	Acid hexanoic	142-62-1	60	5107000	0,09712	0,964
96	30,05	122	5-(tetrahidro-2H-piran-2-iloxi)-1-fenildecen-3-on	115495-47-1	85	26690	0,00051	0,005
97	30,23	123	N-3-metilbutilacetamidă	13434-12-3	30	400400	0,00761	0,076
98	30,51	124	1,4-butandiol diacetat	628-67-1	43	65500	0,00125	0,012
99	31,01	126	Fenilmetanol	100-51-6	79	224900	0,00428	0,042
100	31,20	128	Etil-3-metilbutilsuccinat	349-24-1	101	116700	0,00222	0,022
101	32,03	129	2-feniletanol	60-12-8	91	90870000	1,72800	17,150
102	32,83	131	2,6-dimetil-7-octen-2,6-diol	29210-77-3	71	159000	0,00302	0,030
103	33,52	132	4-metil-benzenmetanol	589-18-4	107	30930	0,00059	0,006
104	33,76	133	S-N-(1-ciclohexanetil)-acetamidă	100992-58-3	86	14300	0,00027	0,003
105	34,77	135	2H-piran-2,6(3H)-dion	5926-95-4	112	143300	0,00273	0,027
106	35,05	136	2,5-dimetil-4-hidroxi-3(2H)-furanon	3658-77-3	128	41020	0,00078	0,008
107	35,06	137	Dietilmalat	626-11-9	71	10480000	0,19930	1,978
108	35,46	138	Acid octanoic	124-07-2	60	6357000	0,12090	1,200
109	36,38	139	5-etoxipentan	88083-47-0	85	51740	0,00098	0,010
110	36,48	140	cis-terpinhidrat	2451-01-6	81	25830	0,00049	0,005
111	36,81	141	2,6-dimetil-1,7-octadien-3,6-diol	51276-33-6	67	69370	0,00132	0,013
112	37,92	143	Etilacetaminoacetat	1906-82-7	72	102000	0,00194	0,019
113	38,11	145	Dietil-2-hidroxipentandioat	ID:13752979*	85	6062000	0,11530	1,144
114	39,47	147	2-metoxi-4-vinilfenol	7786-61-0	150	744300	0,01415	0,140
115	40,22	148	2,3-dihidroxipirazină	ID:2055086*	112	8853	0,00017	0,002
116	40,73	150	(S)-(+)-2',3'-Dideoxiribonolactonă	32780-06-6	85	5212000	0,09911	0,984
117	41,00	151	Acid decanoic	334-48-5	60	619100	0,01177	0,117
118	41,95	154	Etil-2-hidroxi-3-fenilpropanoat	ID:4935051*	91	866700	0,01648	0,164
119	42,19	155	2-feniletanal	122-78-1	91	92600	0,00176	0,017
120	43,08	156	Acid 9-decenoic	14436-32-9	55	936600	0,01781	0,177
121	43,38	157	Acid geranic	459-80-3	69	359200	0,00683	0,068
122	45,10	158	Etilhidrogensuccinat	1070-34-4	101	140500000	2,67200	26,517
123	45,92	159	2,3-dihidrobenzofuran	496-16-2	120	1762000	0,03350	0,333
124	48,25	161	Trietilcitrat	77-93-0	157	8581	0,00016	0,002
125	49,85	163	Acid benzoic	65-85-0	105	1299000	0,02470	0,245
126	55,77	166	Acid 2-fenilacetic	103-82-2	91	318700	0,00606	0,060
127	56,08	167	N-(2-feniletil)-acetamidă	877-95-2	104	251700	0,00479	0,048
128	57,72	169	Etil-5-oxo-2-pirolidincarboxilat	197-38-6	84	788200	0,01499	0,149
129	59,06	171	Etilvanilat	617-05-0	151	87350	0,00166	0,016
Total						529849665		100

*Notă: ID număr de identificare. The free chemical database, găsit Internet: < URL: <http://www.chemspider.com/StructureSearch.aspx>>

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Bavcar Dejan, Basa Cesnik Helena. Validation of the method for the determination of some wine volatile compounds, 2011.09.03, găsit Internet: < URL: <http://aas.bf.unilj.si/september2011/14bavcar.pdf> >
2. Reglementare tehnică privind metodele de analiză în domeniul fabricării vinurilor, găsit Internet: < URL: http://www.gov.md/public/files/ordinea_de_zi/15.09.2011/Intr23.pdf >
3. Boloni Monica, Tatteo Fernando, Liuzzi Vitantonio. Application of Bar Sorption to Evaluate the Volatile Compounds Profile of Primitovo Wine. Jurnal of Food tehnology 3(3): 319-325, 2005, găsit Internet: <URL: <http://docsdrive.com/pdfs/medwelljournals/jftech/2005/319-325.pdf> >
4. David Victor, Medvedovici Andrei. Metode de separare și analiză cromatografică. Editura din București, 2008, p. 90-105, găsit Internet: <URL: http://cachescan.bcub.ro/2008_05_28/cap_6_1_pag_90_104.pdf >

(57) Revendicări:

Procedeu de determinare a compușilor volatili în vinul alb, care include pregătirea probei de vin prin adăugarea sulfatului de amoniu și 2-heptanolului, reieșind din calculul, la 50 ml probă 10 mg sulfat de amoniu și 0,5 ml 2-heptanol, pregătirea prealabilă a unui adsorbant solid din polistiren suprareticulat, amplasat într-un cartuș, prin tratarea succesivă a acestuia cu clorură de metilen și etanol, în raport de (3...6):5, respectiv, spălarea cu apă distilată și suflarea cu un jet de aer; adsorbția compușilor volatili la trecerea probei prin cartuș cu viteza de 0,5 ml/min sub vid și spălarea adsorbantului cu apă distilată; desorbția compușilor volatili la trecerea prin adsorbant a unui solvent, în raport de (3...6):4, format din acetat de etil și clorură de metilen în proporție de 1:1 după volum, cu obținerea unui eluat, tratarea acestuia cu sulfat de sodiu anhidru în cantitate ce asigură adsorbția apei din el, evaporarea până la obținerea unui concentrat în cantitate de 0,5 ml și determinarea compușilor volatili prin cromatografie și spectrometrie de masă.

Șef Secție:

COLESNIC Inesa

Examinator:

DUBĂSARU Nina

Redactor:

LOZOVANU Maria

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii		
(21) Nr. depozit: s 2012 0026 (32) Data de prioritate recunoscută: (22) Data depozit: 2012.02.03 Raport de documentare internațională: ☐ da (71) Solicitant: INSTITUȚIA PUBLICĂ INSTITUTUL ȘTIINȚIFICO-PRACTIC DE HORTICULTURĂ ȘI TEHNOLOGII ALIMENTARE, MD (54) Titlul: Procedeu de determinare a compușilor volatili în vinul alb		
II. Clasificarea obiectului invenției:		
(51) Int.Cl: <i>B01D 15/00</i> (2006.01) <i>B01D 15/08</i> (2006.01) <i>C12G 1/00</i> (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): B01D 15/00 B01D 15/08 C12G 1/00 compuși volatili clorură de metilen sulfat de amoniu solvent adsorbție cromatograf "Worldwide" (Espacenet): EA, CIS (Eapatis): B01D 15/00 B01D 15/08 C12G 1/00 соединение растворитель адсорбция хроматограф SU (nonpublic): Alte BD –		
IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate		
http://web.ubbcluj.ro/ro/pr-acad/rezumat/2010/fizica/Kovacs_Melinda_Haydee_Ro.pdf http://doctorat.ubbcluj.ro/sustinerea_publica/rezumat/2011/fizica/IORDACHE_ANDREEA_MARIA_RO.pdf http://www.usamvcluj.ro/files/teze/2011/rusu.pdf http://www.chim.upt.ro/comunicate-cadre/6501602_MetodeDeAnaliza_Aromatizanti_GC-MS.pdf http://ro.scribd.com/doc/30632280/Capitolul-III		
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	Dejan BAVCAR, Helena BASA CESNIK, Validation of the method for the determination of some wine volatile compounds. 2011.09.03, găsit Internet: < URL: http://aas.bf.unilj.si/september2011/14bavcar.pdf >	1
A/D	Reglementare tehnica privind metodele de analiza in domeniul fabricarii vinurilor, găsit Internet: < URL: http://www.gov.md/public/files/ordinea_de_zi/15.09.2011/Intr23.pdf >	1
A/D	BOLONI Monica, TATTEO Fernando, LIUZZI Vitantonio, Application of Bar Sorption to Evaluate the Volatile Compounds Profile of Primitovo Wine. jurnal of Food tehnology 3(3): 319-325, 2005<URL: http://docsdrive.com/pdfs/medwelljournals/jftech/2005/319-325.pdf >	1
A/C	Victor DAVID, Andrei MEDVEDOVICI, Metode de separare si analiză cromatografică. Editura din Bucuresti. 2008, p. 90-105. gasit Internet: <URL: http://cachescan.bcub.ro/2008_05_28/cap_6_1_pag_90_104.pdf >	1
A	MD 1747 G2 2001.09.30	1
A	MD 2018 C2 2002.10.31	1
A	RU 2046338 C1 1995.10.20	1

*** 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 2012.11.05

Examinator DUBĂSARU Nina