



MD 1708 Z 2024.02.29

REPUBLICA MOLDOVA



(19) Agenția de Stat
pentru Proprietatea Intelectuală

(11) **1708** (13) **Z**
(51) Int.Cl: C12H 1/22 (2006.01)

(12) BREVET DE INVENȚIE
DE SCURTĂ DURATĂ

(21) Nr. depozit: s 2022 0060 (22) Data depozit: 2022.09.21	(45) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului: 2023.07.31, BOPI nr. 7/2023
(71) Solicitant: PRIDA Ivan, MD (72) Inventator: PRIDA Ivan, MD (73) Titular: PRIDA Ivan, MD	

(54) Procedeu de învechire a distilatului alcoolic

(57) Rezumat:

1
Invenția se referă la industria alcoolului, în special la fabricarea produselor alcoolice învechite, și anume la un procedeu de învechire a distilatului alcoolic.

Procedeu, conform invenției, prevede îmbogățirea preliminară a distilatului crud cu substanțe extractive ale lemnului de stejar, maturarea ulterioară a distilatului în prezența

2
lemnului de stejar mărunțit, periodic suspendat în volumul distilatului, omogenizarea și oxigenarea periodică a distilatului, totodată oxigenarea se efectuează prin administrarea oxigenului gazos într-o cantitate care asigură flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului.

Revendicări: 3

MD 1708 Z 2024.02.29

(54) Method for maturation of alcoholic distillate**(57) Abstract:**

1

The invention relates to the alcohol industry, in particular to the production of aged alcoholic products, namely to a method for maturation of alcoholic distillate.

The method, according to the invention, provides for the preliminary enrichment of the young distillate with extractive substances of oak wood, subsequent maturation of the distillate in the presence of

2

crushed oak wood, periodically suspended in the volume of the distillate, periodic mixing and oxygenation of the distillate, at the same time oxygenation is carried out by introducing gaseous oxygen in an amount that ensures partial flotation of the crushed oak wood on the surface of the distillate.

Claims: 3

(54) Способ созревания спиртового дистиллята**(57) Реферат:**

1

Изобретение относится к алкогольной промышленности, в частности к производству выдержанной алкогольной продукции, а именно к способу созревания спиртового дистиллята.

Способ, согласно изобретению, предусматривает предварительное обогащение молодого дистиллята экстрактивными веществами древесины дуба, последующую выдержку дистиллята в

2

присутствии измельченной древесины дуба периодически взвешенной в объеме дистиллята, периодические перемешивание и оксигенацию дистиллята, при этом оксигенацию проводят путем введения газообразного кислорода в количестве обеспечивающем частичную флотацию измельченной древесины дуба на поверхность дистиллята.

П. формулы: 3

Descriere:

- Invenția se referă la industria alcoolului, în special la fabricarea produselor alcoolice învechite, și anume la un procedeu de învechire a distilatului alcoolic.
- Este cunoscut un procedeu de învechire a distilatelor în prezența lemnului de stejar, care prevede plasarea lor în butoaie de stejar și păstrarea îndelungată în contact cu suprafața stratului de lemn a părților interioare ale doagelor de stejar din care sunt fabricate butoaiele [1].
- Procedeul cunoscut permite fabricarea băuturilor tari de calitate excepțională, însă este foarte îndelungat și costisitor. Procedeul necesită cheltuieli capitale mari (datorită prețului butoaielor de stejar cu termenul activ de exploatare de 6-9 ani) și este însoțit de pierderi sporite ale produsului.
- Mai mult ca atât, procedeul cunoscut nu permite folosirea rațională a lemnului de stejar care este implicat în procesele de extracție și transformări complexe, doar numai straturile aferente suprafeței părții interioare a doagelor, care reprezintă mai puțin de $\frac{1}{2}$ din suprafața lor totală.
- Este cunoscut de asemenea procedeul de învechire a distilatelor, care prevede colectarea lemnului de stejar, fasonarea lui cu pregătirea doagelor, păstrarea îndelungată a doagelor, tratarea și plasarea doagelor în rezervoare ermetice, contactarea îndelungată a distilatelor cu straturile lemnului de stejar de la suprafața exterioară a doagelor [2].
- Procedeul cunoscut, folosit pe larg la fabricarea unor produse de calitate satisfăcătoare, permite diminuarea semnificativă a prețului de cost al produsului finit datorită micșorării atât a cheltuielilor capitale, cât și a pierderilor de producere. Mai mult ca atât, procedeul cunoscut permite folosirea mai rațională a rezervelor tehnologice ale lemnului de stejar datorită implicării în procesele de extracție și transformări complexe a straturilor aferente suprafeței exterioare a tuturor părților doagelor.
- În același timp, pe lângă faptul că este limitat în calitatea produsului finit, procedeul nu permite folosirea complexă a rezervelor tehnologice de substanțe extractive ale lemnului de stejar, deoarece în procesele de extracție și transformări complexe sunt implicate straturile aferente suprafeței exterioare cu adâncimea doar de 3-5 mm.
- Epuizarea parțială și/sau completă a rezervelor tehnologice ale stejarului are loc doar în aceste straturi, după care doagele devin inerte din acest punct de vedere, rămânând însă active din punct de vedere al proceselor fizico-chimice (preponderent) catalitice, care sunt determinante pentru învechirea (maturarea) distilatelor.
- Mai este cunoscut procedeul de învechire a distilatelor, care prevede renovarea doagelor de lemn de stejar epuizate la contactarea preliminară, îndelungată cu distilatele alcoolice în procesul învechirii acestora, prin eliminarea de la suprafața doagelor a stratului de lemn epuizat de 4-5 mm, urmată de contactarea ulterioară îndelungată a distilatelor cu suprafața doagelor renovate [3].
- Procedeul menționat permite folosirea mai rațională a lemnului de stejar și prelungirea termenelor de activitate a doagelor de stejar la învechirea distilatelor.
- Cu toate acestea, procedeul nu permite folosirea completă a rezervelor tehnologice de substanțe extractive ale stejarului, fiindcă din doage sunt eliminate straturile de lemn cu grad diferit de epuizare (de la practic epuizate - cele de la suprafața doagelor, până la practic neepuizate - cele de la adâncimea de 4-5 mm). Aceste straturi ale lemnului sunt practic inerte din punct de vedere extractiv ca rezultat al ecranării lor cu stratul de la suprafața nemijlocită a doagelor.
- Mai mult ca atât, procedeul cunoscut nu permite crearea condițiilor optime pentru realizarea și intensificarea proceselor de învechire a distilatelor și ameliorarea substanțială a calității produsului, ca rezultat al înlăturării stratului de lemn reactiv din punct de vedere fizico-chimic, situat în nemijlocită apropiere de suprafața doagelor utilizate.
- În calitate de cea mai apropiată soluție poate servi procedeul care permite parțial eliminarea contradicției la utilizarea îndelungată a doagelor de stejar epuizate, și anume, învechirea în contact cu ele a distilatelor prealabil îmbogățite cu substanțe extractive din alte doage sau din talaș, fapt ce permite păstrarea stratului "activ" al doagelor, fără diminuarea concentrației substanțelor "reactive" (substanțele extractive ale stejarului) [4].
- Totuși, învechirea distilatelor îmbogățite cu concentrații inițial sporite în substanțe extractive în prezența doagelor de stejar epuizate nu modelează total învechirea clasică și nu este optimă.
- Raportul neadecvat dintre concentrația inițială de substanțe extractive în distilat și suprafața (inclusiv internă) a stratului de stejar epuizat (stratul "activ") nu permite accelerarea proceselor de învechire și ameliorare a calității produsului finit.
- Problema pe care o rezolvă procedeul propus este accelerarea proceselor de învechire și ameliorarea calității produsului finit.

Problema este rezolvată prin aceea că procedeul de învechire a distilatului propus prevede obținerea distilatului crud, îmbogățirea preliminară a acestuia cu substanțe extractive din stejar și maturarea ulterioară în vase ermetice în prezența lemnului de stejar cu oxigenare periodică.

Totodată, maturarea se efectuează în prezența lemnului de stejar mărunțit, periodic suspendat în volumul distilatului, iar oxigenarea lui – prin introducerea periodică a oxigenului gazos în cantități, care asigură de fiecare dată flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului.

Lemnul de stejar mărunțit se utilizează preferabil de fracția 1,0-5,0 mm, în cantitate de 10-100 g/dm³ și este obținut din lemn de stejar, prealabil epuizat de substanțe extractive la contactarea acestuia cu distilate alcoolice.

Oxigenarea optimă a distilatului se efectuează prin administrarea a câte 60-80 mg de oxigen la fiecare g de substanțe extractive ale distilatului.

Procedeul propus poate fi efectuat și în flux pulsant, cu ramplasarea, la fiecare pulsație, a câte 40-60% din volumul distilatului în proces de maturare cu o porție proaspătă de distilat îmbogățit.

Adiționarea lemnului de stejar mărunțit în distilat mărește considerabil interfața lichid-solid, care este formată direct în volumul distilatului.

La această suprafață, care este "zona reactivă" a vaselor de învechire, au loc principalele procese fizico-chimice caracteristice și determinante învechirii distilatelor. Aceasta permite accelerarea proceselor menționate direct în volumul distilatului îmbogățit datorită atât suprafeței mari de contact (adică a zonei "catalitice") formată de lemnul de stejar mărunțit cu eliminarea barierelor difuzionale, cât și concentrațiilor sporite de substanțe reagente la această suprafață (oxigen, substanțe fenolice etc.).

Lemnul de stejar mărunțit adăugat în distilatul îmbogățit, după îmbibarea cu distilat, are tendința de a se sedimenta, fapt ce diminuează treptat suprafața "zonei reactive" și pentru menținerea activității înalte a acesteia, el este periodic suspendat în volumul distilatului.

Oxigenarea periodică a distilatului este efectuată prin introducerea oxigenului gazos în distilat la maturare (preferabil cu dispersare intensă și formarea unei emulsii cvasistabile de bule fine ale oxigenului în distilat), în cantități care asigură de fiecare dată flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului.

Oxigenul introdus, mai ales cu dispersare intensă, are tendința de formare a unei emulsii (microbule cvasistabile), care se dizolvă destul de lent (în pofida micilor dimensiuni și suprafeței mari de interacțiune) în distilat până la concentrația de saturație. Bulele din volumul distilatului au tendința de a se contopi (de a se uni) și pot ieși la suprafața distilatului fără să se dizolve complet.

În același timp, o parte considerabilă de microbule sunt absorbite de faza solidă – lemnul de stejar mărunțit, de unde treptat continuă dizolvarea în distilat (până la atingerea concentrației de saturație).

Bulele fine ale oxigenului introdus în distilat acumulate pe suprafața lemnului de stejar mărunțit, la atingerea unor anumite cantități (0,15-0,25 ml/g), conferă lemnului de stejar proprietăți de flotare și creează condiții de reținere a lemnului de stejar mărunțit parțial flotat și a cantităților suplimentare de oxigen, în volumul distilatului.

Cantitatea de oxigen a microbulelor potențial reținute în "căciula" flotantă este în legătură directă cu cantitatea lemnului de stejar mărunțit și dimensiunile acestuia, și poate alcătui cantități de oxigen cu mult mai mari decât minimul necesar pentru flotarea acestuia (până la 1,0 ml/1,5 mg de oxigen la fiecare g de lemn de stejar mărunțit).

Solubilizarea lentă a microbulelor de oxigen absorbite de lemnul de stejar mărunțit păstrează direct la suprafața acestuia concentrații maxim posibile ale oxigenului (concentrația de saturație), asigurând activitatea intensă a "zonei reactive", generarea și efectuarea reacțiilor oxidative, caracteristice și determinante învechirii distilatelor.

Pentru maturarea distilatului este preferabil de a utiliza lemn de stejar mărunțit cu fracția de 1,0-5,0 mm, mărimea căruia este determinată din considerentele menținerii îndelungate a acestuia în volumul distilatului fără dificultăți tehnico-tehnologice atât la pompare-omogenizare-transvazare cu aparataj standard, cât și la filtrările ulterioare. Mai mult ca atât, lemnul de stejar mărunțit umed cu fracția mai mică de 1,0 mm are proprietatea de aglomerare la sedimentare, cu formarea unor precipitate greu agitate, fapt ce duce la blocarea suprafețelor active.

Lemnul de stejar mărunțit este folosit, de regulă, în cantitate de la 10 până la 100 g/dm³ – din considerentele asigurării activității optime a "zonei reactive", fără diminuarea considerabilă a volumului de lucru în vasele ermetice de învechire.

Utilizarea lemnului de stejar mărunțit pregătit din lemn de stejar prealabil epuizat la contactarea îndelungată și/sau extragerea acestuia cu distilate, permite implicarea directă în proces a

”centrelor reactive” formate anterior în acest lemn (primordial datorită sorbției în el a metalelor polivalente).

Cantitatea de oxigen adăugată (și practic consumată) egală cu 60-80 mg la fiecare g de substanțe extractive ale distilatelor a fost stabilită empiric ca necesară și suficientă pentru efectuarea principalelor transformări oxidative a substanțelor extractive ale distilatului.

Adăugarea (și consumul) în distilat a cantităților mai mici de oxigen nu permite efectuarea transformărilor satisfăcătoare în el, fapt depistat primordial organoleptic. Adăugarea (și consumul) cantităților mai mari de oxigen, poate conduce la oxidarea excesivă a substanțelor extractive, determinată atât prin pierderea solubilității acestora, cât și organoleptic.

Mai mult ca atât, după adăugarea (și consumul) acestor cantități de oxigen, viteza de consum a acestuia de substanțele extractive scade considerabil și cantitățile excesive adăugate ulterior pot duce la oxidarea anormală a etanolului cu formarea aldehidei acetice și chiar a acidului acetic.

Acest parametru (cantitatea oxigenului) stabilit ca optim la maturarea distilatului, nu exclude utilizarea unei alte cantități de oxigen, pentru cazuri specifice.

Mai mult ca atât, învechirea distilatului conform procedului propus nu exclude o păstrare-maturare-învechire ulterioară a acestuia, pentru finalizarea proceselor oxidative inițiate cu participarea oxigenului introdus și consumat anterior.

Realizarea procedului propus în flux pulsant are avantaje vădite, primordial din care este accelerarea proceselor oxidative ca rezultat a menținerii îndelungate în vasele de învechire a lemnului de stejar mărunțit, activitatea reacțională a căruia crește în timp.

În acest caz, ca regulă, ramplasarea distilatului îmbogățit în proces de maturare este efectuată, la fiecare pulsație, în volum de 40-60%.

Rezultatul tehnic al invenției constă în accelerarea proceselor de învechire și ameliorarea calității produsului finit și este în legătură directă cu esența invenției.

Accelerarea proceselor oxidative caracteristice învechirii sunt favorizate atât de ”zona reactivă” mare, formată direct în volumul distilatului de lemnul de stejar mărunțit suspendat (suprafața internă sporită, excluderea barierelor difuzionale), cât și de concentrațiile sporite ale oxigenului, sorbțional legat de lemnul de stejar mărunțit (inclusiv și parțial flotat cu formarea ”căciului” care se distruge lent pe parcursul dizolvării și consumului oxigenului).

Procedul propus poate fi efectuat cu folosirea vaselor ermetice special dotate sau modificate, a sistemelor de oxigenare și/sau a pompelor utilizate în secțiile de învechire a distilatelor.

Procedul propus se efectuează în modul următor.

Distilatul alcoolic crud (de exemplu, distilatul de vin crud) este recepționat și îmbogățit preliminar cu substanțe extractive ale lemnului de stejar (din doage, talaș special tratat). Îmbogățirea distilatului poate fi efectuată atât până la concentrații moderate de 1,0-1,5 g/dm³, cât și până la concentrații sporite.

Distilatul îmbogățit este transvazat în vase ermetice pentru maturare ulterioară, în prezența lemnului de stejar și a oxigenului.

Vasele ermetice, ca regulă, sunt dotate cu sistem de control, de omogenizare și de oxigenare. În vase pot fi montate stive din lemn de stejar, care, totuși, nu trebuie să perturbeze procesul omogenizării distilatelor.

Prealabil, din lemn de stejar special tratat, este pregătit, prin mărunțire (și, la necesitate, tamizare), lemnul de stejar mărunțit preferabil cu fracția de 1,0-5,0 mm. Lemnul de stejar mărunțit poate fi separat și din lemnul de stejar calibrat la producerea talașului de stejar, însă preferabilă este obținerea din lemn de stejar, prealabil epuizat de substanțe extractive la contactul anterior al acestuia cu distilate.

Lemnul de stejar mărunțit, în cantitate de 10-100 g/dm³, este introdus în distilatul îmbogățit înainte sau în procesul maturării acestuia, ca regulă, direct în vasele ermetice de învechire, prin orificiile superioare ale acestora.

Cantitatea de lemn de stejar mărunțit este determinată în dependență de efectul tehnologic preconizat, de natura acestuia, cât și de temperatura medie a proceselor. Pentru învechirea periodică a distilatului cu extractivitatea moderată această cantitate este în limitele de 20-40 g/dm³, cantitățile mai mari fiind recomandate la învechirea distilatelor cu extractivitate mare și/sau când procedul este efectuat în flux pulsant.

Distilatul îmbogățit din vasele ermetice este periodic omogenizat și oxigenat, cu suspendarea în volum a lemnului de stejar mărunțit, care, după îmbibarea acestuia cu distilat, are tendința de a se sedimenta.

Periodicitățile oxigenării și omogenizării distilatului cu suspendarea lemnului de stejar mărunțit în volumul acestuia sunt determinate de viteza consumului oxigenului în distilat (care la

rândul său este în funcție de temperatură, particularitățile sedimentării lemnului de stejar mărunțit, concentrația de oxigen etc.).

Pentru un distilat cu extractivitatea moderată la temperaturi obișnuite de 20-25°C, periodicitatea omogenizării este de o dată pe săptămână, iar a oxigenării este, de regulă, de cel puțin o dată la două-trei săptămâni.

În aceste intervale, de regulă are loc sedimentarea lemnului de stejar mărunțit flotat și consumul, înainte de fiecare oxigenare, a 65-85% din oxigenul prealabil introdus (concentrația acestuia scade de la concentrația de saturație de 25-35 mg/dm³ până la 5-15 mg/dm³).

Oxigenarea distilatului este efectuată, de regulă, prin dispersarea intensă a oxigenului gazos în distilat cu formarea microbulelor cvasistabile în lichid (emulsionare).

Microbulele de oxigen suspendate în distilat sau absorbite la suprafața lemnului mărunțit cu suprafața de contact mare, facilitează solubilizarea intensă a acestuia până la atingerea concentrației de saturație a oxigenului în distilate.

Oxigenul este introdus în distilat până este atinsă flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit cu formarea unei "căciuli" flotante la suprafața distilatului.

Cantitatea de oxigen introdusă, este ca regulă, cu 25-50% mai mare decât cantitatea, necesară pentru atingerea concentrațiilor de saturație.

Maturarea distilatelor îmbogățite este efectuată, de regulă, la temperaturile ambiante ale secțiilor, fapt ce nu exclude reglarea temperaturii și efectuarea procedurii la temperaturi mai ridicate (preferabil la maturarea distilatelor cu extractivitate sporită).

Termenul (durata) maturării distilatelor îmbogățite conform procedurii propus trebuie să asigure pe toată perioada introducerea periodică și consumul total a 60-80 mg de oxigen la fiecare g de substanțe extractive din distilat.

Acest termen, pentru distilatul cu extractivitatea moderată, efectuată la temperatura ambiantă a secțiilor de învechire (maturare) este, de regulă, nu mai mic de 3 luni, în decursul cărora sunt efectuate omogenizări repetate și 3-4 oxigenări.

Ridicarea temperaturii distilatului până la 35-45°C poate diminua termenul necesar de învechire de 2-3 ori.

Distilatul îmbogățit maturat este separat de lemnul de stejar mărunțit (după limpezire statică) și dirijat la cupajare (fabricarea băuturilor tari învechite) sau la maturare-învechire ulterioară în alte condiții.

Procedul propus poate fi efectuat și în flux pulsant.

În acest scop din vasele de învechire sunt ramplasate, la fiecare pulsație, un volum de 40-60% distilat în proces de maturare, cu același volum de distilat preliminar îmbogățit, proaspăt.

Ramplasarea distilatului îmbogățit cu extractivitate moderată, aflat în proces de maturare pulsantă, cu distilat îmbogățit nou (proaspăt) este efectuată, preponderent, după 2-3 cicluri de omogenizare-oxigenare-dispersare cu un consum de oxigen, la fiecare ciclu, de 30-40 mg/dm³.

Ramplasarea distilatului are loc, de regulă, după limpezirea parțială a distilatului din vas după ultimul ciclu de oxigenare și sedimentarea lemnului de stejar mărunțit îmbibat cu distilat.

Distilatul (40-60% din volumul vasului) este transvazat în vase intermediare pentru odihnă, iar după testări fizico-chimice și organoleptice, utilizat conform necesităților de producere.

Exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1

Partida de distilat de vin crud în volum de 2350 dal, îmbogățit preliminar cu substanțe extractive ale lemnului de stejar prin extracția talașului de stejar special tratat, cu concentrația substanțelor extractive de 1,26 g/dm³, a fost plasată într-un vas ermetic vertical destinat învechirii distilatelor conform procedurii propus.

O parte din talașul de stejar extras (epuizat), care prealabil a fost uscat, a fost supus mărunțirii cu o moară cu palete. Prin tamizare din lemnul de stejar mărunțit a fost separată fracția de 1,0-5,0 mm, care, în cantitate de 700 kg (30 g/dm³), a fost introdusă în vasul ermetic cu distilat de vin îmbogățit, prin orificiul superior al acestuia.

Lemnul de stejar mărunțit, inițial situat la suprafața distilatului, pe măsura îmbibării acestuia cu distilat a început să se scufunde în lichid și încet să se sedimenteze. După 5 zile de la introducerea lemnului de stejar mărunțit a trecut în lichid total, iar după încă 5 zile practic tot lemnul de stejar mărunțit s-a sedimentat.

Concentrația oxigenului în distilat la introducerea în ele a lemnului de stejar mărunțit constituia 7,8 mg/dm³, iar după primele 10 zile a scăzut până la 2,3 mg/dm³.

Omogenizarea lemnului de stejar mărunțit, sedimentat, în volumul distilatului a fost efectuată concomitent cu introducerea în el a oxigenului gazos, folosind un sistem de recirculare și emulgare,

dotat cu sistem de dozare-măsurare și cu o pompă emulgatoare (centrifugală, de turajii mari - 2800 min⁻¹, cu productivitatea de 10 m³ pe oră).

Oxigenul gazos a fost introdus în fluxul recirculant al distilatului înainte de pompa de emulsionare, cu un debit stabilit și controlat de rotametrul de 8 dm³/min. Emulsia fină de distilat-oxigen obținută după pompă a fost tangențial introdusă în partea de jos a rezervorului asigurând dispersarea lemnului mărunțit în volumul distilatului și omogenizarea intensă a conținutului.

După 55 min de recirculație cu omogenizare-oxigenare-dispersare în decursul căreia au fost adăugate 440 dm³ de oxigen gazos (aproximativ 630 g), concentrația acestuia în volumul distilatului s-a stabilizat la valoarea de 28 mg/dm³ (a fost atinsă concentrația de saturație).

Procesul de omogenizare-oxigenare-dispersare a fost continuat încă 10 min până la flotarea vădită a unei părți ale lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului. În acest scop a mai fost efectuată administrarea suplimentară a circa 80 dm³ de oxigen sau 114 g, sau 4,7 mg/dm³.

Distilatul oxigenat și omogenizat a fost lăsat pentru maturare.

Monitorizarea procesului a permis de a stabili că concentrația de saturație a oxigenului în distilat a început să scadă numai după 5 zile și a continuat să scadă rapid în decursul următoarelor 10 zile (până la 16 mg/l sau 1,2 mg/l pe zi), după care viteza de consum a scăzut considerabil (aproximativ 0,4 mg/l pe zi), fapt care corelează cu dinamica sedimentării lemnului de stejar în volumul distilatului. După încă 7 zile de maturare concentrația oxigenului în distilat a atins valoarea de 13,2 mg/l.

La această primă etapă de maturare a distilatului cantitatea minimă de oxigen consumată este estimată ca egală cu 20-22 mg/l (inclusiv 5-7 mg/l – la concentrația de saturație, 10-14 mg/l – în perioada de viteză maximă și 3 mg/l – în ultimele 7 zile).

Reieșind din aceste considerente, maturarea ulterioară a distilatului a fost continuată cu ciclul de oxigenare de 21 zile, însoțit de ciclul de omogenizare de 7 zile, care au asigurat viteza maximă de consum a oxigenului pe tot parcursul în limitele de 1,2-1,4 mg/l pe zi și un consum în limitele de 24-26 mg/l.

Ciclurile oxigenări au fost repetate cu omogenizări-suspendări intermediare ale lemnului de stejar mărunțit până la decizia organoleptică de calitate satisfăcătoare a distilatului învechit, care a fost atinsă după 4 cicluri de oxigenare, cu consumul sumat aproximativ 100 mg/l sau 80 mg/g de extract.

Distilatul, după ultima etapă de omogenizare-oxigenare-dispersare, a fost lăsat pentru limpezirea lui completă și transvazat într-un rezervor intermediar pentru odihnă, iar după testări fizico-chimice și organoleptice, utilizat la pregătirea băuturilor tari învechite conform necesităților de producere.

Durata totală a învechirii distilatului conform procedurii propusă a constituit aproximativ 100 zile.

Datele obținute în rezultatul învechirii distilatului conform procedurii propuse și descrise în exemplul 1, precum și datele ce se referă la învechirea distilatului conform procedurii cunoscut, sunt prezentate în tabelul 1.

Tabelul 1

Indicii tehnologici	Distilat inițial	Procedul cunoscut	Procedul propus
Temperatura procesului, °C	-	10-25	15-25
Cantitatea de lemn de stejar mărunțit, g/dm ³	-	-	30,0
Durata procesului de maturare, zile	-	360	100
Cantitatea de oxigen sumară - introdusă (și consumată) în distilat, mg/dm ³	-	100	100
Viteza medie de consum a oxigenului - în distilat, mg/dm ³ pe zi	-	0,208	1,2
Indicii fizico-chimici ai distilatelor, concentrația:			
- alcoolului, % vol.	64,0	63,8	63,5
- aldehydelor, mg/dm ³ a.a.	230	255	296
- alcoolilor superiori, mg/dm ³ a.a.	2100	2033	1854
- eterilor, mg/dm ³ a.a.	1250	1280	1310
- acizilor volatili, mg/dm ³ a.a.	310	337	345
- suma aldehydelor aromatice, mg/dm ³	32	65	88
- inclusiv vanilinei, mg/dm ³	4,2	6,9	9,1
- extractului sec nereducător, g/dm ³	1,26	1,19	1,06

- inclusiv taninurilor, mg/dm ³	340	330	320
Nota organoleptică a distilatelor, puncte	corespunde	8,5	8,9

Exemplul 2

Partida de distilat de vin crud în volum de 4500 dal, îmbogățit preliminar cu substanțe extractive prin extracția talașului din stejar special tratat, cu concentrația de substanțe extractive de 0,85 g/dm³ a fost plasată într-un vas ermetic vertical, destinat învechirii distilatelor conform procedeul propus.

Prealabil straturile epuizate ale doagelor de stejar foste în contact îndelungat (10-12 ani) cu distilate la învechirea lor (stratul de lemn al doagelor din interiorul butoaielor vechi) eliminate pentru renovarea butoaielor, au fost mărunțite cu separarea fracției de 1,0-5,0 mm.

Lemnul de stejar mărunțit separat, în cantitate de 2500 kg (55 g/dm³), a fost introdus în vasul ermetic cu distilat îmbogățit prin orificiul superior al acestuia.

Lemnul de stejar mărunțit inițial situat la suprafața distilatului, pe măsura îmbibării acestuia cu distilat a început să se scufunde în lichid și încet să se sedimenteze. După 5 zile de la introducerea lemnului de stejar mărunțit a trecut în lichid total.

În pofida faptului că concentrația inițială a oxigenului în distilatul îmbogățit a constituit 6,8 mg/dm³, prima etapă a procesului de oxigenare a fost efectuată direct după îmbibarea completă a lemnului de stejar mărunțit cu distilat și scufundarea acestuia.

Introducerea în distilat a oxigenului gazos a fost efectuată folosind un sistem de recirculare dotat cu comunicații unite la nivele diferite ale vasului, un sistem de dozare-măsurare și o pompă multisețională centrifugală de turaj mari (3200 min⁻¹) cu productivitatea de 20 m³/oră. Oxigenul gazos a fost introdus în fluxul recirculant al distilatului prin sistemul de dozare, înainte de pompă, cu debitul stabilit și controlat de rotametrul egal cu 10 dm³/min.

Amestecul de distilat-oxigen obținut după pompa de emulsionare a fost tangențial introdus la câteva nivele ale înălțimii rezervorului.

Omogenizarea conținutului rezervorului a fost asigurată datorită unui amestecător cu elice, introdus în partea de jos a acestuia.

După 78 min de recirculație cu omogenizare-oxigenare-dispersare în decursul căreia au fost adăugate aproximativ 780 dm³ de oxigen gazos (aproximativ 1115 g) concentrația acestuia în volumul distilatului s-a stabilizat la valoarea de 30 mg/dm³ (a fost atinsă concentrația de saturație).

Procesul de omogenizare-oxigenare-dispersare a fost continuat încă aproximativ 30 min până la flotarea covârșitoare a lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului (cu adăugarea suplimentară a încă 300 dm³ de oxigen, adică 428,6 g, adică 9,5 mg/dm³) după care distilatul a fost lăsat pentru maturare.

Monitorizarea procesului a permis de a stabili că concentrația de saturație a oxigenului în distilat la maturare a început să scadă numai după 10 zile (odată cu sfârșitul sedimentării) și a atins după încă 10 zile valoarea de 15 mg/dm³.

Cantitatea estimată de oxigen consumată de distilat la prima etapă a constituit aproximativ 20 mg/l.

În acest moment din considerentele că concentrația oxigenului a scăzut considerabil, a fost efectuată următoarea oxigenare și omogenizare mecanică cu introducerea aproximativ a 20 mg/l de oxigen gazos, care a asigurat concentrația de saturație a acestuia, precum și flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit.

Omogenizarea lemnului de stejar mărunțit în volumul distilatului a fost repetată peste 10 zile de la oxigenare.

După a doua etapă de oxigenare, omogenizare și menținere ulterioară în decurs de 10 zile în decursul cărora practic tot lemnul de stejar mărunțit s-a sedimentat, din vasul de învechire au fost transvazate aproximativ 2200 dal de distilat învechit (½ din volumul vasului).

Distilatul a fost transvazat din partea de sus a vasului, din partea limpezită (fără lemn de stejar mărunțit în volum).

Distilatul învechit transvazat a fost dirijat la odihnă-păstrare, iar după testări organoleptice și fizico-chimice a fost utilizat conform necesităților de producere.

Volumul distilatului transvazat a fost ramplasat cu distilat îmbogățit nou în aceeași cantitate de 2200 dal, după care procedeul a fost început în flux pulsant.

Procedeul de maturare a distilatelor în flux pulsant a fost continuat cu pulsația (ramplasarea distilatului din vasul de învechire cu distilat nou) a 50% din volum după fiecare două cicluri complete de oxigenare (fiecare 20 zile, total 40 zile) cu omogenizare-suspendare intermediară (la fiecare 10 zile) a lemnului de stejar în volumul distilatului.

Durata totală dintre pulsații a constituit aproximativ 40 zile, în decursul cărora, în amestecul de distilate la învechire au fost introduse (în două etape a câte 20 mg/dm³) și consumate aproximativ 40 mg/dm³ de oxigen (adică convențional 80 mg de oxigen la fiecare dm³ de distilat învechit pentru toată perioada sau aproximativ 70 mg de oxigen la fiecare g de extract din distilat).

Datele obținute în rezultatul învechirii distilatului conform procedurii propus și expus în exemplul 2, precum și datele ce se referă la învechirea distilatului conform procedurii cunoscut, sunt prezentate în tabelul 2.

Tabelul 2

Indicii tehnologici	Distilat inițial	Procedul cunoscut	Procedul propus
Temperatura procesului, °C	-	5-25	15-20
Cantitatea de lemn de stejar mărunțit, g/dm ³	-	-	8,0
Durata procesului de maturare, zile	-	360	2x40=80
Cantitatea de oxigen sumară - introdusă în distilat, mg/dm ³	-	80	(20x2)x2=80
Viteza medie de consum a oxigenului - în distilat, mg/dm ³ pe zi	-	0,28	1,25
Indicii fizico-chimici ai distilatelor, concentrația:			
- alcoolului, % vol.	65,0	64,6	64,4
- aldehydelor, mg/dm ³ a.a.	350	390	430
- alcoolilor superiori, mg/dm ³ a.a.	1500	1340	1280
- eterilor, mg/dm ³ a.a.	1800	1720	1680
- acizilor volatili, mg/dm ³ a.a.	550	650	790
- suma aldehydelor aromatice, mg/dm ³	33	52	82
- inclusiv vanilinei, mg/dm ³	3,6	4,3	6,9
- extractului sec nereducător, g/dm ³	1,15	1,08	1,02
- inclusiv taninurilor, mg/dm ³	610	590	585
Nota organoleptică a distilatelor, puncte	corespunde	8,5	8,8

Exemplul 3

Partida de distilat de vin crud în volum de 950 dal, îmbogățit preliminar cu substanțe extractive ale lemnului de stejar prin extracția talașului din stejar special tratat, cu concentrația substanțelor extractive de 5,16 g/dm³ a fost plasată într-un vas ermetic vertical destinat învechirii distilatelor, dotat cu cămașă de încălzire-răcire, amestecător mecanic încorporat și sistem de recirculare cu pompă de omogenizare-emulsionare de turajii mari.

În distilatul îmbogățit din vas prin orificiul superior al acestuia a fost introdus lemnul de stejar mărunțit pregătit din lemn de stejar epuizat, cu fracția de 1,0 - 5,0 mm, în cantitate de 855 kg (aproximativ 90 g/dm³) după care conținutul vasului a fost omogenizat intens cu ajutorul amestecătorului mecanic încorporat și încălzit până la temperatura de 45°C.

Concentrația oxigenului în distilat la introducerea în el a lemnului de stejar mărunțit constituia 8,9 mg/dm³, iar după încălzire și menținere 3 zile a scăzut până la 1,3 mg/dm³.

Distilatul îmbogățit încălzit a fost oxigenat administrând în el, prin sistemul de dispersare fină concomitent cu omogenizarea conținutului (lemnului de stejar mărunțit în volumul distilatului), a unei cantități de oxigen, care a asigurat flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului.

Oxigenul gazos a fost introdus cu debitul de 2,0 dm³/min în decurs de 120 min (240 dm³ sau 350 g, sau 36,5 mg/dm³). Concentrația oxigenului în distilat s-a stabilizat după 80 min de oxigenare la valoarea de 25 mg/dm³, care și este concentrația de saturație a acestuia.

Monitorizarea procesului a permis de a stabili, că „căciula” flotantă a început să dispară chiar din prima zi a oxigenării în care a început diminuarea concentrației oxigenului în distilat la maturare. După două zile această concentrație a atins valoarea de 10 mg/dm³.

Cantitatea de oxigen estimată ca consumată de extractul distilatului în aceste 3 zile constituie aproximativ 25 mg/dm³, inclusiv 10 mg/dm³ din bulele absorbite pe pereții lemnului de stejar mărunțit, inclusiv din „căciula” flotantă.

Oxigenarea distilatului îmbogățit cu omogenizarea lemnului de stejar în volumul acestuia a fost cu aceleași regimuri repetată multiplu, controlând organoleptic distilatul la maturare.

Decizia organoleptică de calitate satisfăcătoare a distilatului îmbogățit învechit a fost primită peste 15 cicluri complete de oxigenare cu omogenizare, ce a constituit aproximativ 45 zile.

Pe toată perioada în distilat a fost introdus (și consumat) sumar aproximativ 3,2 kg de oxigen gazos (2240 dm³), care constituie 340 mg/dm³ de distilat sau 66 mg/g de extract (5,16 g/dm³) ce se conține în distilat.

Distilatul învechit după ultima etapă de omogenizare-oxigenare-dispersare a fost răcit în decurs de 10 zile până la temperatura de 20°C și după limpezirea lui completă a fost transvazat într-un rezervor intermediar pentru odihnă.

După testări fizico-chimice și organoleptice distilatul învechit conform procedului propus, a fost utilizat la pregătirea băuturilor tari învechite conform necesităților de producere.

Datele obținute în rezultatul învechirii distilatului conform procedului propus și descris în exemplul 3, precum și datele ce se referă la învechirea distilatului conform procedului cunoscut, sunt prezentate în tabelul 3.

Tabelul 3

Indicii tehnologici	Distilat inițial	Procedeul cunoscut	Procedeul propus
Temperatura procesului, °C	-	35-45	35-45
Cantitatea de lemn de stejar mărunțit, g/dm ³	-	-	80,0
Durata procesului de maturare, zile	-	(45+10)=55	(45+10)=55
Cantitatea de oxigen sumară - introdusă (și consumată) în distilat, mg/dm ³	-	120	337
Viteza medie de consum a oxigenului - în distilat, mg/dm ³ pe zi	-	2,18	7,35
Indicii fizico-chimici ai distilatelor, concentrația:			
- alcoolului, % vol.	64,0	63,5	63,2
- aldehydelor, mg/dm ³ a.a.	280	335	380
- alcoolilor superiori, mg/dm ³ a.a.	4200	3850	3340
- eterilor, mg/dm ³ a.a.	2200	2270	2320
- acizilor volatili, mg/dm ³ a.a.	830	1120	1250
- suma aldehydelor aromatice, mg/dm ³	120	200	375
- inclusiv vanilinei, mg/dm ³	15	19	28
- extractului sec nereducător, g/dm ³	5,16	5,04	5,00
- inclusiv taninurilor, mg/dm ³	1830	1710	1610
Nota organoleptică a distilatelor, puncte	satisfăcător	8,6	8,9

Datele testărilor distilatelor învechite după procedeul cunoscut și procedeul propus, confirmă obținerea rezultatului tehnic preconizat al invenției, și anume diminuarea termenilor de învechire a distilatelor cu ameliorarea calității acestora.

(56) Referințe bibliografice citate în descriere:

1. Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 163-173.
2. Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 173-188
3. Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 188
4. Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 190

(57) Revendicări:

1. Procedeu de învechire a distilatului alcoolic, care prevede îmbogățirea preliminară a distilatului crud cu substanțe extractive ale lemnului de stejar, maturarea ulterioară a distilatului în vase ermetice în prezența lemnului de stejar mărunțit cu o fracție de 1,0-5,0 mm periodic suspendat în volumul distilatului, omogenizarea și oxigenarea periodică a distilatului, totodată oxigenarea periodică se efectuează prin administrarea oxigenului gazos într-o cantitate care asigură flotarea parțială a lemnului de stejar mărunțit la suprafața distilatului, cantitatea sumară de oxigen fiind de 60-80 mg O₂/g substanțe extractive ale distilatului.

2. Procedeu, conform revendicării 1, în care îmbogățirea preliminară a distilatului crud cu substanțe extractive ale lemnului de stejar se efectuează până la un conținut de cca 1,0-1,5 g/dm³, la maturare se utilizează lemn de stejar mărunțit în cantitate de 10,0 - 100,0 g/dm³, obținut din lemn de stejar epuizat în rezultatul contactului preliminar al acestuia cu distilatul, totodată omogenizarea se efectuează o dată la 3-10 zile, iar oxigenarea - o dată la 3-21 zile.

3. Procedeu, conform revendicărilor 1 și 2, care prevede realizarea acestuia în flux pulsant cu ramplasarea, la fiecare pulsație, a unui volum de 40-60% distilat în proces de maturare, cu același volum de distilat îmbogățit proaspăt.

RAPORT DE DOCUMENTARE

I. Datele de identificare a cererii		
(21) Nr. depozit: s 2022 0060 (22) Data depozit: 2022.09.21 (71) Solicitant: PRIDA Ivan, MD (54) Titlu: Procedeu de învechire a distilatelor		
II. Clasificarea obiectului invenției:		
(51) Int.Cl: C12H 1/22 (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 stânga/dreapta): Int.Cl: C12H 1/22 (2006.01) Distilat, învechire, coniac, maturare, păstrare EA (Eapatis): Int.Cl: C12H 1/22 (2006.01) Дистиллят, коньячный спирт, выдержка, старение SU (certificate de autor):): Int.Cl: C12H 1/22 (2006.01) Дистиллят, коньячный спирт, выдержка, старение		
IV. Baze de date și colecții de literatură nonbrevet cercetate		
www.google.com		
V. Documente considerate a fi relevante		
Categorია*	Date de identificare ale documentelor citate si, unde este cazul, indicarea pasajelor pertinente	Numărul revendicării vizate
A, D	Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 163-173.	1-3
A, D	Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 173-188	1-3
A, D	Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 188	1-3
A, D, C	Мартыненко Э. Я. Технология коньяка. Симферополь, «Таврида», 2003, p. 190	1-3
A	MD a 2006 0311 A 2008.06.30	1-3
A	MD 1928 F1 2002.05.31	1-2
A	MD 1929 B1 2002.05.31	1-3
A	MD 2526 F1 2004.08.31	1-2
A	MD 2642 F1 2004.12.31	1-2

A	MD 2708 F1 2005.02.28	1-3
A	MD 2835 B1 2005.08.31	1-3
A	MD 3080 F1 2006.06.30	1-3
A	MD 4085 B1 2010.12.31	1-3
A	SU 1698280 A1 1991.12.15	1-3
A	SU 1663022 A1 1991.07.15	1-3
A	SU 1655977 A1 1991.06.15	1-3
A	SU 1567620 A1 1990.05.30	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, 2023.04.10

Examinatoare, COLESNIC Inesa

Document semnat
digital