



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00445**

(22) Data de depozit: **21/06/2016**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/01/2018** BOPI nr. 1/2018

(41) Data publicării cererii:
30/01/2017 BOPI nr. 1/2017

(73) Titular:
• **CROITORU CONSTANTIN,**
*ALEEA HERACLEEA NR. 1, BL. V1, SC. B,
AP. 25, CONSTANȚA, CT, RO*

(72) Inventatori:
• **CROITORU CONSTANTIN,**
*ALEEA HERACLEEA NR. 1, BL. V1, SC. B,
AP. 25, CONSTANȚA, CT, RO*

(56) Documente din stadiul tehnicii:
**RO 128925 A2; C. CROITORU, "MISE AU
POINT D'UN PROCEDE POUR LA
VALORISATION DES VINASSES DE
DISTILLERIE SOUS LA FORME D'UN**

**ACIDULANT ALIMENTAIRE NATUREL",
PARTIE 1/2 "LE CHOIX DU PROCEDE
TECHNOLOGIQUE POUR LA
STABILISATION TARTRIQUE ET
METALLIQUE DE LA VINASSE", REVUE
DES OENOLOGUES NR. 123, PP. 28-56,
2007; N. SIECZKOWSKI, "LES
POLYSACCHARIDE ET
MANNOPROTEINES DANS LES VINS",
WINEMAK-IN, 2014; S. LUBBERS ȘI COL.,
"EFFECT COLLOIDE-PROTECTEUR
D'EXTRAITS DE PAROIS DE LEVURES
SUR LA STABILITE TARTRIQUE D'UNE
SOLUTION HYDRO-ALCOOLIQUE
MODELE", JOURNAL INTERNATIONAL
DES SCIENCES DE LA VIGNE ET DU VIN,
NR.1, VOL. 27, PP. 13-22, 1993**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNUI ACIDULANT ALIMENTAR
NATURAL, ȘI ACIDULANT ALIMENTAR DIRECT OBȚINUT**



RO 131638 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a unui acidulant alimentar
2 natural, care valorifică superior subprodusul denumit vinasă, ce rămâne în blazul de fierbere
3 după distilarea vinului, și la acidulantul alimentar obținut prin acest procedeu.

4 Preocupările existente pe plan mondial, privind resursele și procedeele din și prin
5 care se pot obține acizi organici destinați consumului uman, arată că:

6 - acidul tartric, utilizat în industria alimentară și farmaceutică, se obține în exclusivitate
7 din tartratul acid de potasiu și tartratul neutru de calciu, recuperate din drojdie și tirighie,
8 rezultate ca subproduse de la vinificație („**Les eaux résiduares des caves de vinification.**
9 **Récupération de l'acide tartrique dans les solutions alcalines de détartrage**
10 **automatique des cuves**", **Industrie Alimentaire et Agricole, 87, 12, 1535- 1541,1970,**
11 **Autori: Mourgues, J. ș.a.**; „**Recuperation des sels de l'acide tartrique dans les eaux**
12 **résiduares des distilleries vinicoles**", **Industrie Alimentaire et Agricole, 92, 1, 11 - 25,**
13 **1975, Autori: Mourgues J. și Maugenet, J.**; „**Valorisation des eaux résiduares de**
14 **l'industrie vinicole par récupération de tartrate de calcium**", **Le Progres Agricole et**
15 **Viticoles, 103, 7, 1986, Autori: Mourgues, J.**). Tehnologia obținerii acidului tartric prin
16 valorificarea superioară a subproduselor de la vinificație este foarte complexă și costisitoare,
17 deoarece implică succesiuni de precipitări, concentrări, cristalizări, separări și purificări
18 repetate, care necesită utilaje cu grad ridicat de tehnicitate, spațiu tehnologic adecvat,
19 personal calificat, consum ridicat de resurse energetice și utilități. Aplicarea ei la nivel
20 industrial poate deveni rentabilă în măsura în care sunt disponibile importante resurse
21 financiare, simultan cu cantități industriale de materie primă sub formă de subproduse de la
22 vinificație, cum sunt drojdia și tirighia, care sunt bogate în săruri tartrice;

23 - acidul malic de uz alimentar se poate produce pe cale microbiologică („**Continuous**
24 **production of L-malic acid by immobilized Brevibacterium ammoniagenes cells**
25 **Europ**", **Journal of Applied Microbiology, 3, 1976, Autori: Yamamoto K., s.a.**; „**L-malic**
26 **acid production by poliacrilamide gel entrapped Pichia Membranefaciens**",
27 **Biotechnological Letters, 7, 5, 1985, Autori: Rossi J. și Clementi F.**). Singurul procedeu
28 prin care se realizează acid l(-) malic în cantități industriale a fost elaborat în Japonia, și
29 constă în transformarea acidului fumaric în acid malic cu ajutorul celulelor imobilizate de
30 *Brevibacterium flavum* („**Continuous production of L-malic acid by immobilized cells**",
31 **Trends în biotechnology, 1,1, 1983, Autori: Chibata, I. ș.a.**). Acest procedeu nu s-a
32 răspândit la nivel mondial deoarece necesită alocarea de resurse financiare semnificative
33 pentru producerea și conservarea materialului biologic, pentru achiziționarea instalației de
34 imobilizare celulară, pentru angajarea de personal ultracalificat, consum ridicat de resurse
35 energetice și utilități;

36 - au fost elaborate procedee tehnologice de recuperare a acizilor tartric și malic, ce
37 reprezintă circa 40% din conținutul de substanțe organice al efluenților rezultați la obținerea
38 mustului concentrat rectificat MCR, provenit din struguri în etapa tehnologică de rectificare
39 a mustului - materie primă prin schimb ionic („**Traitement des marcs de raisins, des lies**
40 **de vin et de leurs eaux résiduares dans les distilleries vinicoles**", **Le Progres Agricole**
41 **et Viticoles, 105, 13-14, 335-345, 1988, Autor: Mourgues J.**). Valorificarea efluenților
42 rezultați de la fabricarea MCR din struguri, ca sursă potențial neconvențională de acizi
43 organici, este incertă, deoarece nu reprezintă o soluție tehnică viabilă din punct de vedere
44 economic.

45 Având în vedere inconvenientele soluțiilor tehnice prezentate, se impune elaborarea
unor procedee noi, mai eficiente și mai economice.

RO 131638 B1

Există un brevet de invenție care se referă la un procedeu de obținere a unei suspensii îmbogățite în acid tartric. Metoda se bazează pe prepararea inițială a unei suspensii anionice provenite din subprodusele lichide rezultate în industria vinurilor și băuturilor alcoolice, cum este și vinasa. Această suspensie anionică rezultă prin trecerea vinasei pe o rășină schimbătoare de anioni, urmată de trecerea soluției anionice rezultate, ce conține anioni tartrat, malat și lactat, pe o rășină schimbătoare de cationi. Suspensia de anioni tartrat rezultată este ulterior concentrată („**Metodă de tratare a deversărilor lichide din industria vinurilor și băuturilor alcoolice**”, **brevet de invenție EP1832649 A1 2007.09.12, Autor: Pedros Lievata F.**).

Acest procedeu brevetat relevă inconveniente semnificative:

- nu este capabil să valorizeze totalitatea acizilor organici și a unor molecule neutre neprecipitabile, de natură proteică, din compoziția vinasei;
- nu are ca scop separarea unor constituenți de natură proteică din vinasă, cu o anumită valoare nutritivă;
- utilizează tehnica schimbului ionic cu o eficiență redusă, având în vedere rezultatul final prin care se separă numai o soluție anionică ce conține anioni tartrat, malat și lactat;
- nu relevă o viziune holistică asupra recuperării acidității din subprodusul vinasă.

Se cunoaște și un brevet de invenție care se referă la o succesiune de operațiuni tehnologice, care cuprinde dizolvarea în apă a sărurilor tartrice prin tratament cu acid clorhidric, extracția acestor săruri cu un anionit puternic bazic, din grupa aminelor secundare, dizolvat în solvent organic polar, cum este acetatul de butil, separarea acidului tartric din soluție apoasă, prin trecerea acesteia peste schimbătorul anionitic menționat, în regim continuu cu circulația fazelor lichide în contra curent, tratarea fazei organice cu acid clorhidric până la un pH cu valoarea de 2,5...3, urmată de cristalizarea acidului tartric din soluție apoasă rezultată prin distilare azeotropă cu *p*-xilen („**Procedeu de obținere directă a acidului tartric din produsele vinicole secundare**”, **Brevet de invenție MD2407 F1, 2004.03.31, Autori: Mereuță A. ș.a.**). Scopul procedurii prezentat este de a obține acid tartric pur din subprodusele de la vinificație, cu excepția tescovinei.

Dezavantajele acestui procedeu se referă la următoarele aspecte:

- utilizează acidul clorhidric ce este interzis în scop alimentar, și un solvent organic polar, acetatul de butil, care este mai puțin agreat în tehnologiile alimentare;
- nu pune în prim plan vinasa, care este un subprodus lichid cu un cost foarte scăzut, ce nu mai necesită solubilizare prealabilă, și care se poate colecta prin pompare, se poate limpezi și stabiliza prin operațiuni simple de sulfitare, bentonizare și filtrare;
- nu vizează obținerea acidului tartric din vinasă, care ar fi cu siguranță mai ieftină decât obținerea acestuia prin folosirea tuturor subproduselor de la vinificație, cu excepția tescovinei, ce implică efectuarea de operații suplimentare de separare și extracție a sărurilor tartrice, din care ulterior se va obține acidul tartric;
- nu promovează o abordare holistică, cu implicarea valorizării tuturor acizilor organici din aceste subproduse.

Se mai cunoaște un brevet de invenție care se referă la un procedeu tehnologic în care subprodusele vinicole solide sunt măcinate și transformate cu apă într-o suspensie omogenă, care, în urma tratării cu dioxid de sulf lichefiat, transformă sărurile tartrice cele mai importante, bitartratul de potasiu și tartratul neutru de calciu, în acid tartric. Prin reacția dintre dioxidul de sulf și bitartratul de potasiu se formează acid tartric și bisulfid de potasiu, iar prin reacția dintre dioxidul de sulf și tartratul de calciu rezultă acid tartric și bisulfid de calciu.

RO 131638 B1

1 Numai acidul tartric reprezintă substanța utilă, care trebuie separată, purificată și ulterior
cristalizată și concentrată („**Procedeu de extracție a sărurilor tartrice**”, **Brevet de invenție**
3 **GB 263.340, din 30.12.1926, Autori: Sefton-Jones O'Dell & Stephens**). Inconvenientele
procedurii din brevetul prezentat vizează:

5 - adoptarea unei metode complexe și costisitoare prin care se separă numai acidul
tartric, deși unele subproduse de la vinificație, cum este tescovina nefermentată, de la
7 vinificația în alb, mai conține acizii malic și citric în cantități semnificative, iar alte subproduse,
cum sunt tescovina fermentată, de la vinificația în roșu, și vinasă de la distilarea vinului, mai
9 conțin acizii lactic, succinic și acetic, pe lângă acizii malic și citric;

- generarea de săruri care se separă cu dificultate, cum sunt bisulfii de potasiu și
11 calciu, pentru care nu se prezintă soluții tehnice concrete de valorificare. În plus, bisulfii de
potasiu și calciu necesită operații tehnologice costisitoare în vederea eliminării din mediul de
13 reacție în care s-a format acidul tartric;

- dezacordul cu orientările științifice actuale, care urmăresc valorizarea integrală și
15 complexă a subproduselor de la vinificație și de la distilare.

Literatura de specialitate evidențiază un articol științific referitor la tratamentul apelor
17 uzate, rezultate în urma producerii alcoolului din trestie de zahăr cu bentonite modificate
(„**The treatment of wastewaters from sugar cane: Alcohol production with modified**
19 **bentonites**”, **Water Science & Technology, 1989, 21 (12), 1845-1847, Autor: Buchler**
P.M.). Tratamentul respectiv prevede separarea prin adsorbție a unor compuși organici din
21 vinasă, pe suprafața moleculelor de tetrametilamoniu, obținute din anumite zăcămintele de
bentonită argiloasă. Prin caracterul higroscopic foarte avansat, moleculele de tetrametil
23 amoniu intensifică astfel capacitatea silicaților de la suprafața bentonitelor argiloase de a
reține mai mult decât moleculele organice polarizate, cu cât temperatura este mai coborâtă.

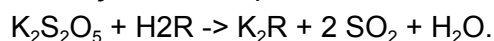
25 Dezavantajele tratamentului prezentat în articolul științific menționat se referă la:

- eficiență redusă a tratamentului atunci când este aplicat în climatele călduroase,
27 având în vedere consumul suplimentar de energie frigorifică, necesar asigurării unui regim
termic adecvat, ce implică așadar costuri suplimentare;

29 - incapacitatea bentonitelor modificate, cu capacitate superioară de adsorbție, de a
substitui eficacitatea tratamentului prin schimb ionic;

31 - eliminarea unei proporții cât mai mari de molecule nepolarizate de natură proteică,
având o anumită valoare nutritivă, ca principiu director al tratamentului.

33 Mai este cunoscut un auxiliar tehnologic tricomponent, care este un antioxidant cu
spectru larg de acțiune, având în compoziția sa 50% metabisulfid de potasiu, 30% acid
35 L-ascorbic și 20% tanin galic („**Broad spectrum antioxidant**”, sulfiting agents, sheet code:
AST/US, 2015). În mediul acid al subprodusului vinasă, metabisulfidul de potasiu trece în
37 dioxid de sulf și o sare de potasiu:



39 Prezența potasiului favorizează precipitarea sărurilor tartrice, care este un dezavantaj
major în cazul valorizării vinasei. Dioxidul de sulf rezultat acționează sinergic cu acidul
41 ascorbic, accentuând caracterul antioxidant al acestuia. În cazul de față, accentuarea
caracterului antioxidant prin folosirea unui produs multicomponent cu un preț mult mai mare,
43 datorat și prezenței taninului galic în compoziție, nu se justifică nici din punct de vedere
economic, dar nici tehnologic, deoarece protecția antioxidantă a vinasei cu dioxid de sulf se
45 poate asigura simplu și eficient cu o doză optimă, stabilită pe bază de microteste preliminare.

RO 131638 B1

Se mai cunoaște o idee originală, ce constă în obținerea unui acidulant natural alimentar din vinasă („**Cercetări privind obținerea unui acidulant alimentar natural din vinasă**”, **Sesiunea științifică a tineretului, ICA București, 1989, Autori: Croitoru C. ș.a.**), dar care nu s-a concretizat decât într-o comunicare științifică orală, nefiind stabilite etapele tehnologice ale procedurii, nici operațiunile ce alcătuiesc aceste etape, și nici parametrii tehnologici și analitici specifici operațiunilor respective.

De asemenea, este cunoscut și câte un articol științific din literatura de specialitate română („**Cercetări privind obținerea unui acidulant alimentar natural din vinasă**”, **Științe și tehnologii alimentare, 3, 4, 65-75, 1995, Autori: Croitoru C. ș.a.**) și străină, alcătuit din două părți („**Mise au point d'un procédé pour la valorisation de la vinasse de distilerie sous la forme d'un acidulant alimentaire naturel. 1. Le choix du procede technologique pour la stabilisation tartrique et métallique de la vinasse**”, **Revue des Oenologues, 123, 28-30, 2007, Autor: Croitoru C.**, „**Mise au point d'un procédé pour la valorisation de la vinasse de distilerie sous la forme d'un acidulant alimentaire naturel. 2. Approche expérimentale pour la validation d'une nouvelle technologie non conventionnelle**”, **Revue des Oenologues, 124, 54-56, 2007, Autor: Croitoru C.**) ce au fost ulterior finalizate cu o cerere de brevet („**Acidulant alimentar natural și procedeu de obținere a acesteia**”, **Cerere de brevet de invenție nr. A 2012 00294/25.04.2012, OSIM, București, Autor: Croitoru C, 2012**). În articolele respective se prezintă alegerea procedurii de stabilizare a vinasei folosind „metoda deciziei impuse” și o abordare experimentală care își propune să valideze acest nou procedeu.

În cererea de brevet menționată mai înainte este descris acidulantul alimentar natural obținut din vinasă, care se prezintă ca un lichid limpede, fără sediment sau particule în suspensie, de culoare brună de diferite intensități, cu miros specific slab perceptibil și gust foarte acru, cu o densitate de minimum 1,0050 g/l, o aciditate totală de minimum 70 g/l în acid tartric, și un conținut în acizi volatili de maximum 4 g/l în acid acetic, cu un conținut în fier de maximum 5 g/l, lipsit de cupru, potasiu, calciu și alți cationi.

Procedeu de obținere a acidulantului alimentar din vinasă, conform schemei tehnologice din fig. 1, cuprinde stabilirea vinurilor - materie primă de la care se pot valorifica vinasele rezultate, pregătirea vinaselor în vederea stabilizării, ce constă în recepție cantitativă și calitativă, colectarea șarjelor de vinasă rezultate în vasul de stabilizare, sulfizarea în 2...3 reprize, până la umplerea vasului cu vinasă până la doza maximă de 200 mg SO₂/l, administrat sub formă de SO₂ lichefiat, omogenizarea vinasei din vas, urmată de controlul conținutului în SO₂ liber și total, eventuala corecție a conținutului în SO₂ până la nivelul dozei maxime, stabilizarea fizico-chimică și biologică a vinasei, care include limpezire și stabilizare proteică prin bentonizare cu doze de 1,5...2,5 g/l, stabilite pe bază de microteste prelabile de laborator, rapaus 3...5 zile, pentru sedimentarea suspensiilor, filtrare de pe sediment a vinasei limpezite, stabilizarea complexă simultană a vinasei filtrate față de casele metalice și precipitățile tartrice, cât și față de acțiunea distructivă a unor enzime, prin trecerea acesteia pe o coloană schimbătoare de ioni, umplută cu rășină H-cationică indigenă, tip VIONIT CS 3, ce are capacitatea de a reține eficace toți cationii existenți în compoziția sa, concentrarea vinasei stabilizate, filtrarea vinasei concentrate cu plăci filtrante sterilizante, depozitare și control senzorial și fizico-chimic al produsului finit.

Acidulantul și procedeuul său de obținere prezentate în această cerere de brevet se remarcă prin unele avantaje certe:

- produsul obținut este un acidulant alimentar natural în stare lichidă, astfel încât nu necesită o solubilizare prealabilă în vederea utilizării;

RO 131638 B1

- 1 - produsul obținut are un preț de cost scăzut, deoarece vinasa - materia primă - este un subprodus care actualmente nu se valorifică;
- 3 - procedeul elaborat asigură stabilizarea fizico-chimică durabilă și stabilizarea biologică temporară a vinasei până la concentrare printr-un singur tratament prin schimb
- 5 ionic cu rășină H-cationică indigenă, ce reține toți cationii din compoziția acesteia, astfel încât asigură simultan stabilizarea tartrică, deoarece se rețin cationii de Ca^{2+} și K^+ care
- 7 formează sărurile tartrice precipitabile, stabilizarea față de precipitățile ferice, deoarece se rețin cationii de Fe^{2+} și Fe^{3+} care ar putea induce aceste precipitări, stabilizarea față de casa
- 9 cuproasă, deoarece se rețin cationii de Cu^+ și Cu^{2+} , cât și o stabilizare biologică parțială, deoarece se rețin cationii de Mg^{2+} și Mn^{2+} ce participă în structura a numeroase enzime
- 11 semnalate în mediile vegetale;
- procedeul elaborat nu necesită operații tehnologice de purificare a vinasei, care sunt
- 13 foarte costisitoare deoarece o valorifică în starea lichidă în care aceasta rezultă în urma distilării vinului;
- 15 - procedeul elaborat permite pregătirea vinasei pentru stabilizare și concentrare prin operații tehnologice simple, eficiente și ieftine, cum sunt sulfitarea, bentonizarea și filtrarea.
- 17 Având în vedere evoluția progreselor tehnico-științifice din ultimii 3...4 ani, se observă că cererea de brevet menționată mai înainte prezintă anumite omisiuni, lipsuri și
- 19 dezavantaje, care se referă la anumite operațiuni tehnologice, dar și la compoziția acidulantului obținut din vinasă:
- 21 - nu precizează elemente importante din compoziția acidulantului rezultat;
- asigură protecția vinasei până la stabilizare cu dioxid de sulf, care este un gaz toxic
- 23 cu acțiune iritantă asupra căilor respiratorii;
- nu prezintă detalii tehnice importante, privind o eventuală aplicare a acestui
- 25 procedeu la nivel industrial, cum sunt stabilirea dozei optime de bentonită necesare stabilizării proteice și caracteristicile plăcilor filtrante, care să asigure o umiditate durabilă a
- 27 vinasei până la trecerea prin coloana de schimb ionic și după concentrarea acesteia;
- omite caracterizarea unor operațiuni importante pentru trasabilitatea produsului finit,
- 29 cum sunt ambalarea și marcarea, relevate în fig. 1, dar și valorificarea acestuia;
- nu lămurește condițiile de concentrare care să eficientizeze folosirea acidulantului
- 31 rezultat;
- nu abordează problema conservării stabilității acidulantului alimentar lichid, rezultat
- 33 în urma concentrării vinasei.
- Având în vedere aspectele negative relevate mai înainte, se impune elaborarea unei
- 35 noi cereri de brevet care să elimine omisiunile, lipsurile și dezavantajele deja menționate, astfel încât să permită îndeplinirea obiectivului propus.
- 37 Problema pe care o rezolvă invențiile revendicate se referă la obținerea unui acidulant alimentar natural în stare lichidă, prin valorizarea subprodusului vinasă ca materie
- 39 primă, și la elaborarea unui procedeu tehnologic de obținere a acestuia mai ieftin, mai simplu și mai eficient decât alte procedee brevetate cunoscute.
- 41 Procedeul de obținere a unui acidulant alimentar natural din vinasă, conform invenției, cuprinde stabilirea vinurilor – materie primă de la care se pot valorifica vinasele rezultate prin
- 43 transformarea lor în acidulanți naturali lichizi, folosiți la prepararea unor băuturi răcoritoare, a bomboanelor și a unor produse de cofetărie, patiserie și de panificație, a saramurilor pentru
- 45 murături, a unor sosuri, cât și la acrirea ciobelor, ce prevede recepția, înlăturarea unor eventuale deficiențe calitative înaintea distilării vinului, cum sunt stadiile incipiente ale unor
- 47 boli precum floarea vinului sau oțetirea vinului, admise până la o limită critică de aciditate volatilă de maximum 2 g/l în acid acetic, fermentația propionică a vinului admisă până la o

RO 131638 B1

limită critică de aciditate volatilă de maximum 1,15 g/l în acid acetic, la vinurile albe seci, și	1
de maximum 1,5 g/l în acid acetic, la vinurile roșii seci, amăreala vinului, admisă până la o	
limită critică de aciditate volatilă de maximum 1,5 g/l în acid acetic, băloșirea vinului și	3
borșirea vinului, admise până la un conținut critic de maximum 5 g/l zaharuri reziduale, și	
manitarea vinului admisă până la un pH critic de maximum 3,5, ce ar putea afecta calitatea	5
vinaselor, prin aplicarea unor mijloace tehnologice simple, în sine cunoscute, cum sunt	
cleirea mixtă cu tanin și gelatină, bentonizarea, sulfizarea sau tratamentul cu cărbune activ,	7
pregătirea vinaselor în vederea stabilizării, ce constă în recepție cantitativă și calitativă,	
colectarea șarjelor de vinasă rezultate în vasul de stabilizare, asigurarea simultană a	9
protecției antioxidante și antimicrobiene în 2...3 reprize, până la umplerea vasului cu vinasă	
prin tratament cu metabisulfid de potasiu în doză de 300...400 mg/l, omogenizarea vinasei	11
din vas, urmată de controlul conținutului în SO ₂ liber și total, corecția protecției antioxidante	
cu un tratament cu derivați naturali din pereți celulari de drojdii autolizate, degradați pe cale	13
termoenzimatică, bogăți în glutatation și peptide în doză de 5 g/hl, limpezire și stabilizare	
proteică prin bentonizare cu doze de 1,2...1,8 g/l, rapaus 3...5 zile, pentru sedimentarea	15
suspensiilor, filtrare de pe sediment a vinasei limpezite, stabilizarea complexă simultană a	
vinasei filtrate față de casele metalice și precipitățile tartrice, cât și față de acțiunea	17
distructivă a unor enzime, prin trecerea acestuia pe o coloană schimbătoare de ioni, umplută	
cu rășină H-cationică indigenă, tip VIONIT CS 3, ce are capacitatea de a reține eficace toți	19
cationii existenți în compoziția sa, concentrarea vinasei stabilizate prin osmoză inversă,	
conservarea stabilității vinasei concentrate prin tratament cu gumă arabică microgranulată	21
de înaltă puritate, în doze de 30...50 g/hl, asociat cu omogenizare energetică, rapaus de 5...10	
zile, necesar exercitării efectului de coloid protector al gumei arabice și afinării dinamice a	23
constituenților, prin omogenizări zilnice de 30 min la 100 hl produs la interval de 12 h,	
filtrarea vinasei concentrate cu stabilitate durabilă și compoziție îmbogățită cu plăci filtrante	25
sterilizante, depozitare pe o durată de 10...15 zile, care se asociază cu o afinare dinamică	
a constituenților prin omogenizare la interval de 2...3 zile, cu o durată echivalentă cu 30 min	27
pentru fiecare 100 hl de produs, control senzorial și fizico-chimic al produsului finit, ambalare,	
marcare și valorificare.	29
Invenția se mai referă și la acidulantul alimentar natural din vinasă, direct obținut prin	
procedeul elaborat.	31
Acidulantul alimentar natural obținut din vinasă, conform invenției revendicate, se	
prezintă ca un lichid limpede, fără sediment sau particule în suspensie, de culoare brună de	33
diferite intensități, cu miros specific slab perceptibil și gust foarte acru, cu o densitate de	
minimum 1,0500 g/l, o aciditate totală de minimum 70 g/l în acid tartric, și un conținut în acizi	35
volatili de maximum 4 g/l în acid acetic, cu un conținut în fier de maximum 5 g/l, lipsit de	
cupru, potasiu, calciu și alți cationi, având în compoziție acizii tartric, malic, citric, succinic,	37
lactic, acetic, alături de urme de alți acizi organici și molecule neutre de natură proteică,	
glucidică și lipidică, cu multiple posibilități de valorificare în industria alimentară, datorită stării	39
sale lichide.	
Procedeul de obținere a acidulantului alimentar natural din vinasă, conform invenției,	41
se diferențiază net de celelalte procedee brevetate deoarece protejează și îmbogățește	
compoziția acestuia în compuși proteici, glucidici și lipidici, prin tratamente cu derivați naturali	43
din pereți celulari de drojdii autolizate, degradați pe cale termoenzimatică, bogăți în glutatation	
și peptide, și cu gumă arabică microgranulată de înaltă puritate.	45

RO 131638 B1

1 Avantajele acidulantului alimentar natural, obținut din vinasă, și ale procedului său
de elaborare, conform invenției, se referă la următoarele elemente de noutate, originalitate
3 și brevetabilitate:

5 - produsul obținut are o compoziție cu valoare nutrițională semnificativă, ca urmare
a tratamentelor cu derivați naturali din pereți celulari de drojdii autolizate, degradați pe cale
termoenzimatică, bogați în glutatation și peptide, și, respectiv, cu gumă arabică microgranulată
7 de înaltă puritate, ca elemente de noutate ale procedului elaborat, prin care această
compoziție se îmbogățește în compuși proteici, glucidici și lipidici;

9 - procedeul elaborat asigură valorizarea superioară a vinasei, prin păstrarea și
protejarea tuturor acizilor organici și a unor molecule neutre neprecipitabile, de natură
11 proteică, glucidică și lipidică, din compoziția finală a acesteia;

13 - procedeul elaborat înlocuiește sulfizarea printr-un tratament cu metabisulfid de
potasiu, asociat cu acid ascorbic, care este mai puțin toxic;

15 - procedeul elaborat înlocuiește corecția conținutului în SO₂ până la nivelul dozei
maxime cu un tratament cu derivați naturali din pereți celulari de drojdii autolizate, degradați
pe cale termoenzimatică, bogați în glutatation și peptide;

17 - procedeul elaborat reduce dozele de bentonită necesare limpezirii și stabilizării
proteice a vinasei;

19 - procedeul elaborat îmbogățește compoziția vinasei în compuși proteici, glucidici și
lipidici, ca urmare a tratamentelor cu derivați naturali, din pereți celulari de drojdii autolizate,
21 degradați pe cale termoenzimatică, bogați în glutatation și peptide, și gumă arabică
microgranulată de înaltă puritate, astfel încât produsul final rezultat are o compoziție cu
23 valoare nutrițională semnificativă;

25 - procedeul elaborat nu generează compuși care să polueze mediul înconjurător;

27 - procedeul elaborat promovează o abordare holistică, ce implică o valorizare
completă a subprodusului vinasă.

29 Fig. 1 se referă la schema tehnologică de obținere a acidulantului alimentar natural
din vinasă de distilerie, conform rezultatelor unor cercetări anterioare, menționate mai
înainte.

31 Fig. 2 se referă la schema tehnologică îmbunătățită, de obținere a acidulantului
alimentar natural din vinasă de distilerie, conform invenției.

33 Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, parcurgând succesiunea
etapelor cu operațiunile tehnologice constitutive, ce alcătuiesc procedeul elaborat. Această
succesiune de etape cuprinde stabilirea vinurilor - materie primă pentru distilare, pregătirea
35 vinasei rezultate, stabilizarea fizico-chimică și biologică a vinasei, concentrarea vinasei
stabilizate, conservarea stabilității vinasei concentrate cu depozitarea temporară, asociată
37 cu omogenizări, filtrarea finală, depozitare pentru afinare dinamică, ambalarea, marcarea și
valorificarea după un prealabil control senzorial și analitic, conform schemei tehnologice din
39 fig. 2.

41 Stabilirea vinurilor - materie primă pentru distilare, de la care se poate valorifica
vinasa rezultată, implică recepția calitativă și eliminarea unor eventuale deficiențe de natură
senzorială: recepția calitativă a vinului, ce constă în examen senzorial riguros și control
43 fizico-chimic:

45 - concentrație alcoolică, conținut în zaharuri, aciditate totală și volatili;

47 - eliminarea unor deficiențe calitative, care ar putea afecta însușirile olfacto-gustative
ale vinasei rezultate în urma distilării vinului, prin mijloace simple precum cleire mixtă cu
tanin și gelatină, bentonizare, sulfizare, tratament cu cărbune activ sau respectând anumite
instrucțiuni tehnologice menționate în tabelul 1.

*Unele deficiențe admise vinurilor destinate industrializării prin distilare,
care să permită valorificarea vinasei rezultate*

Denumirea deficienței	Factorul limitativ ales		Existența posibilității de:		Observații asupra factorului limitativ
	Denumire, exprimare UM	Valoare maximă admisă	scădere a acidității fixe	creșterea acidității volatile	
Floarea vinului	Aciditate volatilă CH ₃ COOH, g/l	2	-	x	În funcție de dotarea instalației și modul de dirijare a procedeului
Oțetirea vinului	Aciditate volatilă CH ₃ COOH, g/l	2	-	x	În funcție de dotarea instalației și modul de dirijare a procedeului
Degradarea acidului tartric sau fermentația propionică a vinului	Aciditate volatilă CH ₃ COOH, g/l: - vinuri albe seci - vinuri roșii seci	1,15	x	x	Valorile corespund unei transformări a acidului tartric, în cursul degradării ce nu va depăși 0,2 g/l
		1,5	x	x	
Degradarea glicerolului sau amăreala vinului	Aciditate volatilă CH ₃ COOH, g/l	1,5	-	x	În distilatul obținut, acroleina se separă în frunți la 52°C
Băloșirea vinului	Zaharuri reducătoare, g/l	5	-	-	Stadiul avansat facilitează degradarea acidului tartric și a glicerolului
Manitarea vinului	pH	3,5	-	-	Vinasa rezultată este improprie scopului propus, atunci când este profund afectată compoziția vinului ce urmează a se distila
Borșirea vinului	Zaharuri reducătoare, g/l	5	-	-	-

Pregătirea vinasei în vederea stabilizării se impune a fi realizată cu maximă operativitate. Vinasa este un mediu lichid foarte susceptibil la degradări biologice, ca urmare a posibilei prezențe în compoziția sa a unui conținut redus în zaharuri reziduale, alături de surse de azot, fosfor și anumite săruri minerale. Constă în colectarea vinasei în vasul de stabilizare, urmată de recepția sa cantitativă și protecția sa antioxidantă și antimicrobiană simultană, urmată de un tratament antioxidant de completare.

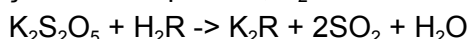
Colectarea vinasei este asigurată prin transvazarea acesteia în mai multe reprize în vasul de stabilizare. Acest vas este un recipient din oțel inoxidabil, dotat cu toate accesoriile necesare, cum sunt grila de nivel, destinată verificării volumului de vinasă, robinetul de prelevare a mostrelor, trapa de evacuare a sedimentului, gura de alimentare și alte elemente. Foarte importantă este și geometria recipientului, exprimată prin valoarea raportului înălțime/diametru, care nu ar trebui să depășească 1,5 deoarece aceasta trebuie să faciliteze omogenizarea șarjelor de vinasă, cât și precipitarea suspensiilor formate în urma tratamentelor de limpezire și stabilizare a acesteia. Pregătirea circuitului de transvazare a vinasei constă într-o igienizare prealabilă a circuitului de absorbție și refulare a pompei cu care se realizează operațiunea respectivă prin aburire, apoi spălare cu soluție apoasă 1% acid citric, și clătire cu apă rece.

RO 131638 B1

1 Recepția cantitativă a vinasei se face la finalul umplerii recipientului cu vinasă -
2 materie primă după o omogenizare prealabilă a vasului prin remontaj în circuit închis cu
3 aceeași pompă cu care se asigură transvazarea acesteia.

4 Protecția antioxidantă și antimicrobiană simultană a vinasei este asigurată prin
5 tratament cu metabisulfit de potasiu, care înlocuiește sulfitearea acesteia deoarece este mai
6 puțin toxic pentru operator, și la fel de eficient.

7 Metabisulfitul de potasiu, $K_2S_2O_5$, se găsește sub formă de pudră albă fină sau
8 cristale mari incolore, dure și lucioase. Are o puritate de minimum 99%, o concentrație în SO_2
9 de minimum 56%, care în practică se aproximează la 50%, și este solubil în apă în proporție
10 de 45 g la 100 ml. Este higroscopic, iar în prezența oxigenului din aer se oxidează în sulfat,
11 astfel încât trebuie păstrat în ambalaje închise într-un loc ferit de umiditate și de lumina
12 solară. În contact cu acizii din must, H_2R , metabisulfitul de potasiu pune în libertate dioxidul
13 de sulf și o sare de potasiu, K_2R :



14 Metabisulfitul de potasiu exercită o acțiune sinergică având multiplu efect antiseptic,
15 antioxidant și antioxidazic asupra vinasei tratate. Se poate utiliza prin dizolvare direct în
16 puțină vinasă sau în apă la 40°C, când se solubilizează mai rapid, iar agitarea suspensiei
17 rezultate grăbește solvirea sa. Folosirea SO_2 sub formă de metabisulfit de potasiu este
18 comodă, precisă și nu necesită aparatură specială pentru dozare. Scopul tratamentului este
19 asigurarea stabilității biologice temporare a vinasei pe durata stabilizării sale până la etapa
20 de concentrare a acesteia. O soluție apoasă 10% metabisulfit de potasiu este similară cu o
21 soluție apoasă de 5% SO_2 . În aceste condiții, se recomandă administrarea de metabisulfit
22 de potasiu până la un nivel de maximum 400 mg/l vinasă, repartizat în 2...3 reprize, astfel
23 încât cantitățile respective să asigure protecția șarjelor selectate până la umplerea vasului.
24 Prezența potasiului în compoziția metabisulfitului de potasiu favorizează precipitarea sărurilor
25 tartrice, care este un dezavantaj major în cazul valorizării vinasei, însă pierderea este totuși
26 nesemnificativă, putând fi compensată ușor printr-o concentrare ulterioară eficientă.

27 Omogenizarea vinasei protejată antioxidant și antimicrobian se asigură cu mijloacele
28 tehnice din dotare, dintre care unele au fost deja menționate mai înainte. După omogenizare
29 se verifică nivelul conținutului în SO_2 liber și total.

30 Tratament antioxidant de completare cu derivați naturali din pereți celulari de drojdii
31 autolizate degradați pe cale termoenzimatică, bogați în glutatation și peptide, înlocuiește o
32 eventuală corecție a conținutului de dioxid de sulf atunci când cantitatea pierdută prin oxidare
33 este prea mare. Dioxidul de sulf lichefiat poate fi înlocuit cu glutatationul din derivații naturali
34 menționați mai înainte, deoarece este un antioxidant de 3...4 ori mai puternic. Mecanismul
35 de acțiune al glutatationului din acești derivați naturali este asemănător cu cel al dioxidului de
36 sulf, bazându-se pe reactivitatea crescută a ionilor de sulf din molecula sa, care sunt capabili
37 să blocheze oxigenul din aer. Doza de glutatation de 15 mg/l, echivalentă cu cea de dioxid de
38 sulf lichefiat, destinată unei eventuale corecții, provine prin administrarea în vinasă a unei
39 doze recomandate de 5 g/hl de derivați naturali din pereți celulari de drojdii autolizate,
40 degradați pe cale termoenzimatică. Acești derivați sunt bogați în glutatation și peptide, care
41 sunt complet solubili în vinasă, dar și în alți compuși care sunt insolubili în aceasta, astfel
42 încât vor precipita. Se prezintă sub formă de pudră de culoare albă sau bej, inodoră, cu un
43 conținut în cenușă obținut după o incinerare la 550...60°C sub 8%, un conținut în azot situat
44 între 5 și 75 g/kg, și un conținut în manoză de minimum 70%, raportat la cantitatea de
45 polizaharide totale, fiind solubilă în apă și insolubilă în alcool etilic pur. Cantitatea calculată
46 în funcție de doza stabilită se administrează sub formă de suspensie apoasă omogenă.
47

RO 131638 B1

Această suspensie se prepară prin solubilizarea progresivă a cantității stabilite în apă potabilă lipsită de clor, sub permanentă omogenizare cu o baghetă curată de lemn. După finalizarea administrării suspensiei apoase omogene, recipientul cu vinasa tratată se omogenizează conform metodologiei în sine cunoscute. Glutitionul și unele peptide și compuși lipidici, fiind complet solubili în vinasă, rămân în compoziția acesteia, pe care o protejează antioxidant și o îmbogățesc. Pe lângă efectul antioxidant puternic, acești derivați îmbogățesc compoziția vinasei prin compușii solubili de natură proteică, glucidică și lipidică, pe care îi cedează, și contribuie la limpezirea acesteia prin compușii insolubili care antrenează suspensiile către fundul recipientului, facilitând acțiunea ulterioară a bentonitei.

Stabilizarea fizico-chimică și biologică a vinasei cuprinde limpezirea și stabilizarea proteică, rapaus 3...5 zile, necesar sedimentării suspensiilor, filtrarea de pe sediment și stabilizarea metalică și tartrică simultan cu stabilizarea biologică parțială a vinasei filtrate.

Limpezirea și stabilizarea proteică a vinasei este asigurată prin tratament cu bentonită. Doza optimă de bentonită care asigură eficacitatea tratamentului se stabilește pe bază de microprobe prealabile, efectuate în laborator. De regulă, aceste doze sunt cuprinse între 1,5 și 2,5 g/l, însă tratamentul prealabil cu derivați naturali din pereți celulari de drojdii autolizate, degradați pe cale termoenzimatică, bogați în glutation și peptide, care antrenează o parte din suspensii, poate reduce această doză la 1,2...1,8 g/hl. Gelul de bentonită se prepară conform metodologiei în sine cunoscute, după care se administrează în șuviță subțire în vasul cu vinasă destinat tratamentului, sub permanentă omogenizare în absența oxigenului din aer, folosind mijloacele tehnice existente în dotare. Omogenizarea se continuă până când întregul volum de vinasă bentonizată are o densitate aproape identică atât la partea superioară, cât și la cea inferioară a recipientului.

Separarea vinasei limpezite de pe sediment se aplică după un repaus de 3...5 zile necesar sedimentării suspensiilor formate prin adsorbția particulelor de turbureală pe suprafața particulelor de bentonită.

Filtrarea vinasei limpezite este asigurată cu plăci filtrante adecvate, cu greutatea specifică ce este cuprinsă între 950 și 1100 g/m², grosimea cuprinsă între 3,3 și 3,6 mm și o permeabilitate exprimată în l/min x m² cuprinsă între 300 și 600. Operațiunea se execută în condițiile în sine cunoscute, verificându-se periodic diferența de presiune semnalată între intrarea și ieșirea din filtru, care nu trebuie să depășească 0,2...0,3 bari. În aceste condiții, se asigură umplerea perfectă a filtrului, și o repartiție omogenă a debitelor între toate plăcile filtrului.

Stabilizarea față de casele metalice și față de precipitățile tartrice, simultan cu asigurarea unei stabilități biologice temporare, se realizează prin trecerea vinasei filtrate pe o coloană schimbătoare de ioni, asemănătoare cu cele folosite la dedurizarea apei. Coloana de schimb ionic poate fi umplută cu H-cationit puternic acid indigen tip VIONIT CS 3, care este o rășină capabilă să rețină în mod eficace toți cationii din vinasă filtrată. Înainte de utilizare, rășinile schimbătoare de ioni se spală de mai multe ori cu apă dedurizată, în vederea îndepărtării eventualelor reziduuri solubile, după care se activează. În cazul cationilor, activarea constă în tratarea cu o soluție H₂SO₄ 2 n sau cu o soluție HCl 2 n, urmată de spălări repetate cu apă dedurizată, tratare cu o soluție NaOH 1,5 n și din nou spălări cu apă dedurizată. Procesele de schimb ionic efectuate în soluții cu mai mulți cationi, cum este cazul vinasei filtrate, în prezența unui schimbător având un singur ion de schimb, cum este H-cationitul, decurg în mod diferit, în funcție de capacitatea acestuia de a reține în mod preferențial pe unul dintre cationii respectivi față de restul celorlalți cationi din compoziția acesteia. Experimentele la nivel industrial au arătat că rășinile cationice rețin întâi fierul și apoi restul cationilor, iar aproape de stadiul de saturare, denumit „prag critic”,

RO 131638 B1

1 cedează întâi fierul, apoi calciul și restul cationilor (**Schimbul ionic în chimia și tehnologia**
2 **alimentară, Editura Tehnică, București, 1966, Autor: Ionescu, T.**). Momentul atingerii
3 „pragului critic”, se determină prin identificarea prezenței ionilor de fier în eluate. O metodă
4 rapidă constă în reacția de culoare cu sulfocianura de potasiu care, în mediul acid al
5 eluatului, produce o colorație roșu-carmin atunci când acest eluat conține ioni de fier.
6 Stabilizarea prin schimb ionic cu rășină H-cationică indigenă VIONIT CS 3, ce reține toți
7 cationii din vinasă, asigură:

8 - stabilizarea tartrică a vinasei filtrate, prin reținerea cationilor Ca^{2+} și K^+ , astfel încât
9 nu mai este posibilă formarea principalelor săruri tartrice, tartratul acid de potasiu și tartratul
10 neutru de calciu, răspunzătoare de precipitățile tartrice;

11 - stabilizarea vinasei filtrate față de precipitățile ferice prin reținerea cationilor Fe^{2+} și
12 Fe^{3+} , astfel încât nu mai este posibilă formarea sărurilor ferice precipitabile;

13 - stabilizarea vinasei filtrate față de casa cuproasă, prin reținerea cationilor Cu^+ și
14 Cu^{2+} , astfel încât nu mai este posibilă formarea sărurilor precipitabile de cupru;

15 - stabilizarea biologică parțială a vinasei filtrate, prin reținerea cationilor Mg^{2+} , Mn^{2+}
16 și a altor cationi, astfel încât se destabilizează sistemele enzimatice răspunzătoare de o
17 potențială instabilitate biologică, ce au în structura lor cationii respectivi.

18 Etapa tehnologică a concentrării vinasei stabilizate urmărește creșterea conținutului
19 său în acizi organici naturali și în compuși neprecipitabili neutri de natură proteică, glucidică
20 și lipidică, și cuprinde vehicularea acesteia în recipientul tampon de concentrare, urmată de
21 concentrarea propriu-zisă.

22 Vehicularea vinasei stabilizate în recipientul tampon de concentrare se asigură
23 printr-un circuit de pompare igienizat în prealabil. Se recomandă ca recipientul tampon să
24 fie confecționat din oțel inoxidabil și dotat cu toate accesoriile necesare, în sine cunoscute.
25 Igienizarea circuitului de pompare a vinasei stabilizate este asigurată printr-o tehnică în sine
26 cunoscută, ce se finalizează cu un control microbiologic al ultimei ape de clătire.

27 Concentrarea propriu-zisă a vinasei stabilizate se poate realiza în orice instalație de
28 concentrare a mustului de struguri sau a sucului de roșii. Transportul vinasei concentrate,
29 înainte și după efectuarea operațiunii, este asigurat cu autocisterne destinate lichidelor
30 alimentare. Are ca scop eliminarea apei din vinasa stabilizată în proporție de circa 90%.
31 Operațiunea se poate realiza în instalația de termoconcentrare sau concentrare prin
32 evaporare, existentă în dotarea tehnică. De regulă, termoconcentrarea se poate realiza în
33 instalația care utilizează aburul sau apa caldă, și funcționează la presiune normală sau la
34 o ușoară subpresiune. O concentrare eficientă se realizează atunci când procesul are loc
35 sub vid, sau când se folosesc instalații cu triplu efect și termocompresiune ce realizează o
36 evaporare maximă a apei în sistem pelicular. Totuși, concentrarea vinasei stabilizate pe cale
37 termică implică totodată consumuri semnificative de energie, care generează costuri ridicate.

38 Actualmente se recomandă concentrarea prin osmoză inversă, care este un
39 procedeu inovativ și avantajos („**L'osmose inverse en oenologie**”, **Bulletin de l' OIV, 701-**
40 **702, 519-537, 1989, Autori: Cuenat Ph. ș.a.; „Autoenrichissement du moût par osmose**
41 **inverse**”, **Bulletin de l' OIV, 721-722, 189-210, 1991, Autor: Berger J.L.**) deoarece este
42 admis de reglementările actuale ale OIV la concentrarea vinasei, este un procedeu simplu,
43 ușor de aplicat și foarte eficient, asigură concentrarea la temperatura mediului ambiant, fără
44 ai schimba starea de agregare, respectă calitățile senzoriale ale produsului supus
45 tratamentului, și nu afectează mediul înconjurător. Achiziționarea unei instalații de osmoză
46 inversă, denumită osmozor, dotată cu membrane de separare de ultimă generație, cu
47 longevitate crescută, alcătuite din straturi cu dublă spațiere, este oportună deoarece are un
câmp larg de aplicații tehnologice, care cuprind operațiuni de concentrare, dezalcoolizare și

RO 131638 B1

reducere a acidității volatile, oferă o reală diversitate în alegerea parametrilor supuși concentrării, cum ar fi concentrarea acidului malic și a etanolului, sau păstrarea conținuturilor inițiale ale acestor constituenți. Concentrarea prin osmoză inversă se realizează conform instrucțiunilor tehnologice în sine cunoscute, oferite de furnizorul osmозorului respectiv.	1 3
Conservarea stabilității vinasei concentrate este asigurată prin tratament cu gumă arabică microgranulată de înaltă puritate. Acest adjuvant natural este un polizaharid cu o compoziție complexă, care mai conține zaharuri simple, alături de concentrații foarte reduse de proteine și săruri minerale.	5 7
Mecanismul său de acțiune se bazează pe efectul puternic de coloid protector, care nu mai permite precipitarea unor substanțe naturale ce vor îmbogăți compoziția vinasei.	9
Guma arabică microgranulată de înaltă puritate este inodoră, cu o culoare gălbuie, cu o putere rotatorie specifică măsurată la 589 nm, raportată la o soluție de 1 g/ml pentru o lungime de 1 dm la 20°C < 34°, un pH = 5 la o concentrație de 100 g/l și la 20°C, o densitate relativă de circa 1,4 g/cm ³ , o solubilitate în apă la 20°C de circa 500 g/l, insolubilă în alcool etilic pur, cu o temperatură de descompunere de 90...95°C și cu dimensiunea medie a particulelor <0,40 μm.	11 13 15
În cazul tratării vinasei concentrate, se recomandă doze de 30...50 g/hl, stabilite pe bază de microteste prelabile de laborator. În vederea administrării, cantitatea stabilită de gumă arabică microgranulată de înaltă puritate se plasează într-o găleată curată din PVC, și se solubilizează progresiv, turnând în șuviță subțire un volum suficient de apă demineralizată, și amestecând în permanență cu o baghetă curată de lemn, până când se obține o suspensie apoasă omogenă.	17 19 21
Operațiunea de omogenizare energetică este obligatorie. Durata acesteia trebuie prelungită până când valorile densității la părțile superioară și inferioară ale vasului cu vinasă concentrată tratată sunt sensibil egale. Se execută fie cu agitator mecanic din oțel inoxidabil acționat electric, fie prin remontaj în circuit închis cu o pompă igienizată în prealabil.	23 25
În scopul asigurării eficacității tratamentului cu gumă arabică microgranulată de înaltă puritate, se recomandă un rapaus de 5...10 zile, necesar exercitării efectului de coloid protector al gumei arabice și al afinării dinamice a constituenților din compoziția vinasei concentrate, tratate prin omogenizări zilnice de 30 min la 100 hl produs, efectuate la un interval de 12 h. Durata de omogenizare de 30 min la 100 hl produs asigură parcurgerea cel puțin o dată a circuitului de omogenizare de către întregul volum de vinasă concentrată, tratată din recipientul respectiv.	27 29 31 33
Filtrarea finală a vinasei concentrate stabilizate în vederea obținerii produsului finit se realizează cu plăci sterilizante cu o greutate specifică cuprinsă între 1300 și 1450 g/m ² , o grosime cuprinsă între 3,4 și 3,6 mm, și o permeabilitate exprimată în l/min x m ² cuprinsă între 40 și 70. Efectuarea operațiunii de filtrare se realizează după o metodologie în sine cunoscută, cu mențiunea că diferența de presiune în cursul procesului nu trebuie să depășească niciodată limita critică de 0,2...0,3 bari între intrarea și ieșirea din filtru. În aceste condiții, se asigură umplerea perfectă a filtrului și o repartiție omogenă a debitelor între toate plăcile filtrului. Produsul finit rezultat este un acidulant alimentar natural lichid, provenit din vinasă.	35 37 39 41
Depozitarea temporară a vinasei concentrate, stabilizate și filtrate, are ca scop înfrățirea sau afinarea dinamică, ce constă în amestecarea intimă a tuturor componentelor din compoziția acesteia. Are o durată de 10...15 zile. La un interval de 2...3 zile se poate aplica o singură omogenizare cu o durată echivalentă cu 30 min pentru fiecare 100 hl de produs. La finalul perioadei de depozitare temporară se verifică starea de limpiditate a vinasei concentrate pe întreaga înălțime a recipientului de depozitare, prin examinarea vizuală de mostre prelevate din diferite straturi.	43 45 47 49

RO 131638 B1

1 Etapa tehnologică a ambalării și valorificării acidulantului alimentar natural lichid,
3 provenit din vinasă, cuprinde controlul senzorial și analitic final, ambalarea în recipiente
adecvate, marcarea recipientelor și valorificarea acestora.

5 Controlul senzorial și analitic final al produsului finit este imperios necesar înainte de
ambalare. La controlul senzorial trebuie să se constate că produsul finit se prezintă ca un
7 lichid limpede, fără sediment sau particule în suspensie, cu o culoare brună de diferite
intensități, cu miros specific slab perceptibil și gust foarte acru. La rândul său, controlul
9 analitic trebuie să constate că produsul finit se caracterizează printr-o densitate de minimum
1,0050 g/l, o aciditate totală de minimum 70 g/l în acid tartric, o aciditate volatilă de maximum
11 4 g/l în acid acetic, un conținut în fier de maximum 5 g/l, prin absența cuprului, potasiului,
calciului și a altor cationi, și prin prezența în compoziție a acizilor tartric, malic, citric,
13 succinic, lactic, acetic, alături de urme de alți acizi organici, dar și de molecule neutre
neprecipitabile, de natură proteică, lipidică și glucidică. Caracteristicile fizico-chimice ale
acidulanților naturali alimentari obținuți din vinase sunt redată în tabelul 3.

15 Ambalarea produsului finit necesită recipiente cu o capacitate volumică de cel puțin
100 l. Acestea pot fi confecționate din policlorură de vinil de uz alimentar. Umplerea
17 recipientelor cu produs finit se face prin pompare. Controlul umplerii este asigurat prin
cântărire, ținând cont și de densitatea produsului finit. Termenul de valabilitate este de
19 minimum 6 luni, în condiții de depozitare în localuri bine ventilate și corect igienizate, ferite
de lumina solară, cu o temperatură de maximum 20°C și o umiditate relativă a aerului de
21 maximum 75%.

23 Marcarea recipientelor are rolul de a asigura trasabilitatea produsului finit. Constă în
precizarea numărului lotului, a datei de umplere, a termenului de valabilitate, a condițiilor de
25 depozitare și a principalilor parametri, cum sunt densitatea, aciditatea totală și conținutul în
fier.

27 Valorificarea produsului finit este posibilă în diverse sectoare ale industriei alimentare,
având în vedere starea sa lichidă. În acest context, se poate folosi la prepararea unor băuturi
răcoritoare, a bomboanelor și a unor produse de cofetărie și patiserie. Prin compoziția sa,
29 acidulantul rezultat poate acționa ca un agent de aromatizare deoarece accentuează
anumite senzații gustative agreabile, și le poate atenua pe cele dezagreabile, poate fi folosit
31 la prepararea saramurilor, deoarece manifestă o capacitate de conservare semnificativă,
prevenind alterarea prematură a murăturilor, poate fi un ameliorator al însușirilor reologice
33 ale aluaturilor, influențând favorabil forma și textura produselor de panificație, iar în
gastronomie poate fi util la acrirea ciobelor, la prepararea unor sosuri, salate sau chiar a
35 unor preparate culinare.

37 Se dă, în continuare, un exemplu de calcul privind realizarea invenției, având în
vedere toate operațiunile cuprinse în etapele fluxului tehnologic, începând de la vinasă brută
- materie primă caracterizată în tabelul 2, și până la obținerea produsului finit caracterizat în
39 tabelul 3.

Tabelul 2

41 *Valori ale unor caracteristici fizico-chimice ale loturilor de vinasă utilizate
și ale vinurilor din care au provenit*

Caracteristici fizico-chimice realizate	Metoda de analiză	Lotul 1		Lotul 2	
		Vin	Vinasă	Vin	Vinasă
Densitate la 20°C, g/cm ³	STAS 6182/8-71	0,9902	1,0067	0,9989	1,0094
Alcool etilic, % volume	STAS 6182/6-70	7,31	0,76	9,35	0,12
Zaharuri reducătoare, g/l	STAS 6182/18-81	1,7	1,4	2,3	2,1

RO 131638 B1

Tabelul 2 (continuare)

Caracteristici fizico-chimice realizate	Metoda de analiză	Lotul 1		Lotul 2	
		Vin	Vinasă	Vin	Vinasă
Aciditate totală, g/l acid tartric	STAS 6182/1-79	7,22	9,80	5,62	6,46
Aciditate volatilă, g/l acid acetic	STAS 6182/2-86	4,89	2,76	1,41	1,20
Extract nereducător, g/l	STAS 6182/9-71	24,9	18,7	27,7	22,7
Dioxid de sulf liber/total, mg/l	STAS 6182/13-72	0/115	0/8	10/107	0/5
Potasiu, mg/l	STAS 6182/30-74	255	325	190	245
Calciu, mg/l	STAS 6182/32-74	85	98	114	132
Fier, mg/l	STAS 6182/10-71	17	29	14	26
Cupru, mg/l	STAS 6182/19-81	-	-	0,7	0,9
pH	STAS 6182/14-72	3,47	3,12	3,53	3,43

Se procedează conform schemei tehnologice din fig. 1 sau 2, aplicându-se prevederile Ordinului nr. 218 al MADR, privind scăzămintele pentru diversele operațiuni tehnologice:

1. Transvazare vinasă brută, în vederea constituirii lotului: $1000 \text{ l} \times 0,07\% = 0,7 \text{ l}$; $1000 \text{ l} - 0,7 \text{ l} = 999,3 \text{ l}$.

2. Bentonizare vinasă brută:

$999,3 \text{ l} \times 1,5 \text{ g/l} = 1500 \text{ g}$ bentonită, adică circa 1,5 kg bentonită:

- preparare bentogel: 1,5 kg bentonită + 13,5 l apă = 15 l bentogel;

- debitare la preparare bentogel: 13,5 l apă în 1012,8 l vinasă amestecată cu bentogel;

- scăzăminte la bentonizare:

$1012,81 \times 0,14\% \approx 1,4 \text{ l}$; $1012,8 \text{ l} - 1,4 \text{ l} = 1011,4 \text{ l}$;

- sediment rămas după bentonizare:

$1011,4 \text{ l} \times 1,8\% = 18,2 \text{ l}$; $1011,4 \text{ l} - 18,2 \text{ l} = 993,2 \text{ l}$.

Tabelul 3

Valori ale unor caracteristici fizico-chimice și parametri specifici acidulanților obținuți din vinasele industriale

Caracteristici fizico-chimice și parametri analizați	Acidulant 1	Acidulant 2
Densitate la 20°C g/cm ³	1,0544	1,0540
Aciditate totală, g/l acid tartric	74,88	71,53
Aciditate volatilă, g/l acid acetic	3,47	2,93
pH	1,6	1,7
Fier, mg/l	4,3	3,7
Cupru, mg/l	lipsă	lipsă
Potasiu, mg/l	lipsă	lipsă
Calciu, mg/l	lipsă	lipsă

RO 131638 B1

- 1 3. Filtrare vinasă limpezită:
 $993,2 \text{ l} \times 0,15\% \cong 1,5 \text{ l}; 993,2 \text{ l} - 1,5 \text{ l} = 991,7 \text{ l}.$
- 3 4. Transvazare vinasă filtrată la stabilizare prin schimb ionic:
 $991,7 \text{ l} \times 0,07\% = 0,7 \text{ l}; 991,7 \text{ l} - 0,7 \text{ l} = 991 \text{ l}.$
- 5 5. Pierderi tehnologice la realizarea schimbului ionic:
 $991 \text{ l} \times 10\% = 99,1 \text{ l}; 991 \text{ l} - 99,1 = 891,9 \text{ l}.$
- 7 6. Transvazare vinasă stabilizată la încărcare autocisternă pentru concentrare:
 $891,9 \text{ l} \times 0,07\% \cong 0,7 \text{ l}; 891,9 \text{ l} - 0,7 \text{ l} = 891,2 \text{ l}.$
- 9 7. Transvazare vinasă stabilizată la descărcare vas tampon concentrare:
 $891,2 \text{ l} \times 0,07\% \cong 0,7 \text{ l}; 891,2 \text{ l} - 0,7 \text{ l} = 890,5 \text{ l}.$
- 11 8. Pierderi tehnologice la concentrare vinasă stabilizată:
 $890,5 \text{ l} \times 1\% \cong 8,9 \text{ l}; 890,5 \text{ l} - 8,9 \text{ l} = 881,6 \text{ l}.$
- 13 9. Apă eliminată în timpul concentrării:
 $881,6 \text{ l} \times 90\% \cong 793,4 \text{ l}; 881,6 \text{ l} - 793,4 \text{ l} = 88,2 \text{ l}.$
- 15 10. Transvazare vinasă concentrată la încărcare:
 $88,2 \text{ l} \times 0,145\% = 0,1 \text{ l}; 88,2 \text{ l} - 0,1 \text{ l} = 88,1 \text{ l}.$
- 17 11. Transvazare vinasă concentrată la descărcare:
 $88,1 \text{ l} \times 0,145\% = 0,1 \text{ l}; 88,1 \text{ l} - 0,1 \text{ l} = 88 \text{ l}.$
- 19 12. Filtrare finală vinasă concentrată:
 $88 \text{ l} \times 0,12\% = 0,1 \text{ l}; 88 \text{ l} - 0,1 \text{ l} = 87,9 \text{ l}.$
- 21 13. Transvazare la ambalare produs finit:
 $87,9 \text{ l} \times 0,145\% = 0,1 \text{ l}; 87,9 \text{ l} - 0,1 \text{ l} = 87,8 \text{ l}.$
- 23 Conform calculelor de bilanț de materiale prezentate mai sus, rezultă că din 1000 l
 25 vinasă brută se obțin 87,8 l produs finit sub formă de acidulat alimentar natural, 18,2 l
 27 sediment ce include și bentonita, 114,1 l pierderi tehnologice și 793,4 l apă eliminată. În
 scopul de a oferi cât mai multe informații referitoare la modul de realizare a invenției, în
 tabelul 4 sunt prezentate consumurile specifice de materiale auxiliare.

Tabelul 4

29 *Consumul specific de materiale auxiliare necesare
 la procesarea a 1000 l vinasă brută*

31	Materialul consumat	Consumul specific	U/M
	Metabisulfid de potasiu	0,4	kg/1000 litri
33	Bentonită	1,5	kg/1000 litri
	Derivați de drojdii	0,05	kg/1000 litri
35	Plăci filtrare limpezire	12	buc/1000 litri
	Hidroxid de sodiu	0,0015	kg/1000 litri
37	Acid sulfuric	0,0025	kg/1000 litri
	Acid clorhidric	0,7	kg/1000 litri
39	Rășina VIONIT CS 3	0,023	kg/1000 litri
	Gumă arabică microgranulată	0,5	kg/1000 litri
41	Plăci filtrante produs finit	5	buc/1000 litri
	Fosfat trisodic	0,4	kg/1000 litri
43	Etichete	20	buc/1000 litri
	Pastă de lipit etichete	0,02	kg/1000 litri

RO 131638 B1

Revendicări

1. Procedeu de obținere a unui acidulant alimentar natural, din vinasă, care cuprinde stabilirea vinurilor - materie primă de la care se pot valorifica vinasele rezultate prin transformarea lor în acidulanți naturali lichizi, folosiți la prepararea unor băuturi răcoritoare, a bomboanelor și a unor produse de cofetărie, patiserie și de panificație, a saramurilor pentru murături, a unor sosuri, cât și la acrirea ciorbelor, ce prevede recepția, înlăturarea unor eventuale deficiențe calitative, înaintea distilării vinului, cum sunt stadiile incipiente ale unor boli precum floarea vinului sau oțetirea vinului, admise până la o limită critică de aciditate volatilă de maximum 2 g/l în acid acetic, fermentația propionică a vinului, admisă până la o limită critică de aciditate volatilă de maximum 1,15 g/l în acid acetic, la vinurile albe seci, și de maximum 1,5 g/l în acid acetic, la vinurile roșii seci, amăreala vinului, admisă până la o limită critică de aciditate volatilă de maximum 1,5 g/l în acid acetic, băloșirea vinului și borșirea vinului, admise până la un conținut critic de maximum 5 g/l zaharuri reziduale, și manitarea vinului, admisă până la un pH critic de maximum 3,5, ce ar putea afecta calitatea vinaselor, prin aplicarea unor mijloace tehnologice simple, în sine cunoscute, cum sunt cleirea mixtă cu tanin și gelatină, bentonizarea, sulfitarea sau tratamentul cu cărbune activ, pregătirea vinaselor în vederea stabilizării, ce constă în recepție cantitativă și calitativă, colectarea șarjelor de vinasă rezultate în vasul de stabilizare, asigurarea simultană a protecției antioxidante și antimicrobiene în 2...3 reprize, până la umplerea vasului cu vinasă, prin tratament cu metabisulfid de potasiu în doză de 300...400 mg/l, omogenizarea vinasei din vas, urmată de controlul conținutului în SO₂ liber și total, corecția protecției antioxidante cu un tratament cu derivați naturali din pereți celulari de drojzii autolizate, degradați pe cale termoenzimatică, bogați în glutation și peptide în doză de 5 g/hl, limpezire și stabilizare proteică prin bentonizare cu doze de 1,2...1,8 g/l, repaus 3...5 zile, pentru sedimentarea suspensiilor, filtrare de pe sediment a vinasei limpezite, stabilizarea complexă simultană a vinasei filtrate față de casele metalice și precipitățile tartrice, cât și față de acțiunea distructivă a unor enzime, prin trecerea acesteia pe o coloană schimbătoare de ioni, umplută cu rășină H-cationică indigenă, tip VIONIT CS 3, ce are capacitatea de a reține eficace toți cationii existenți în compoziția sa, concentrarea vinasei stabilizate prin osmoză inversă, conservarea stabilității vinasei concentrate prin tratament cu gumă arabică microgranulată de înaltă puritate, în doze de 30 g/hl...50 g/hl, asociat cu omogenizare energetică, repaus de 5...10 zile, necesar exercitării efectului de coloid protector al gumei arabice și afinării dinamice a constituenților prin omogenizări zilnice de 30 min la 100 hl produs la interval de 12 h, filtrarea vinasei concentrate cu stabilitate durabilă și compoziție îmbogățită cu plăci filtrante sterilizante, depozitare pe o durată de 10...15 zile, care se asociază cu o afinare dinamică a constituenților, prin omogenizare la interval de 2...3 zile, cu o durată echivalentă cu 30 min pentru fiecare 100 hl de produs, control senzorial și fizico-chimic al produsului finit, ambalare, marcare și valorificare.

2. Acidulant alimentar natural din vinasă, **caracterizat prin aceea că este direct obținut prin procedeul definit în revendicarea 1.**

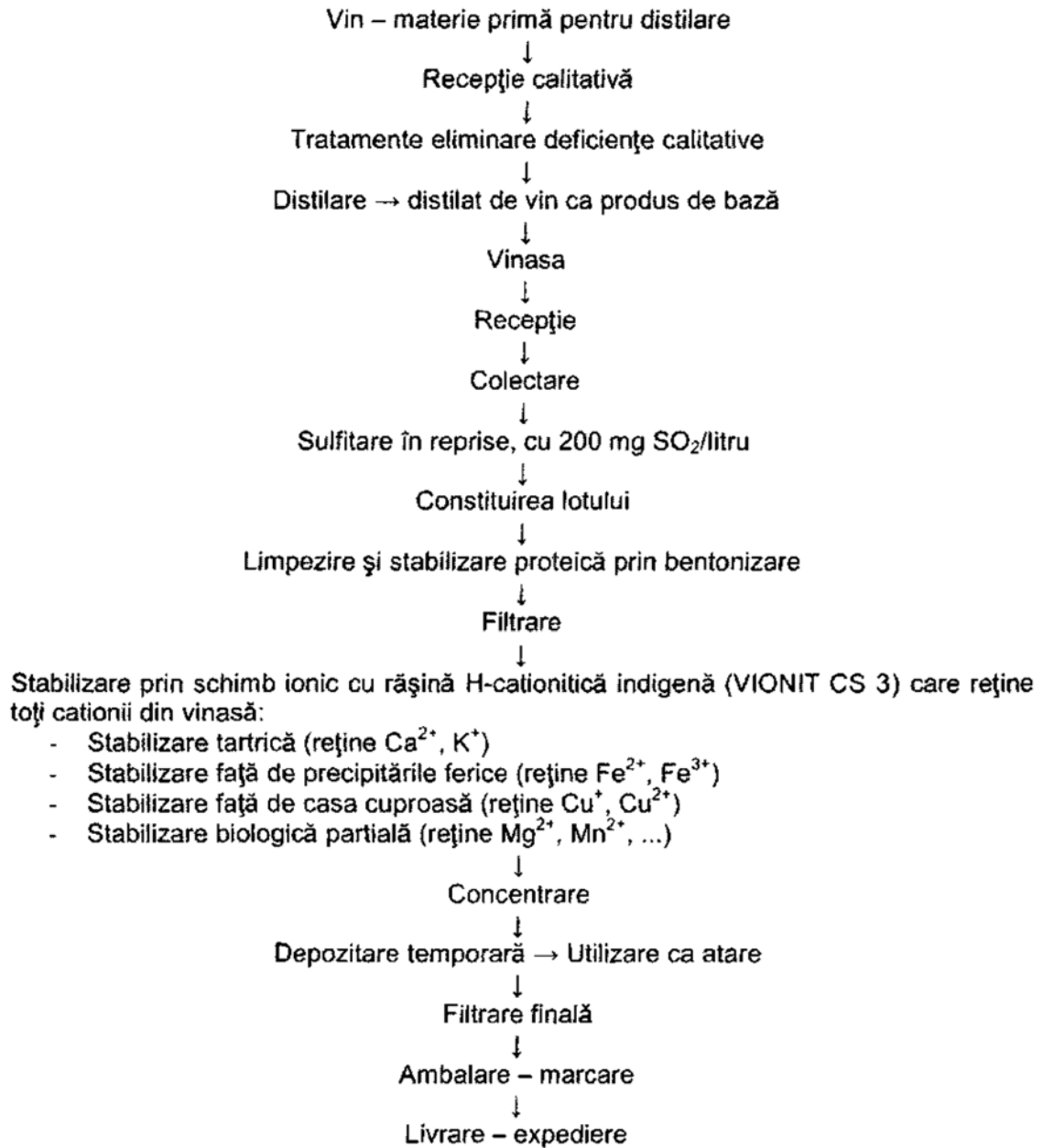


Fig. 1

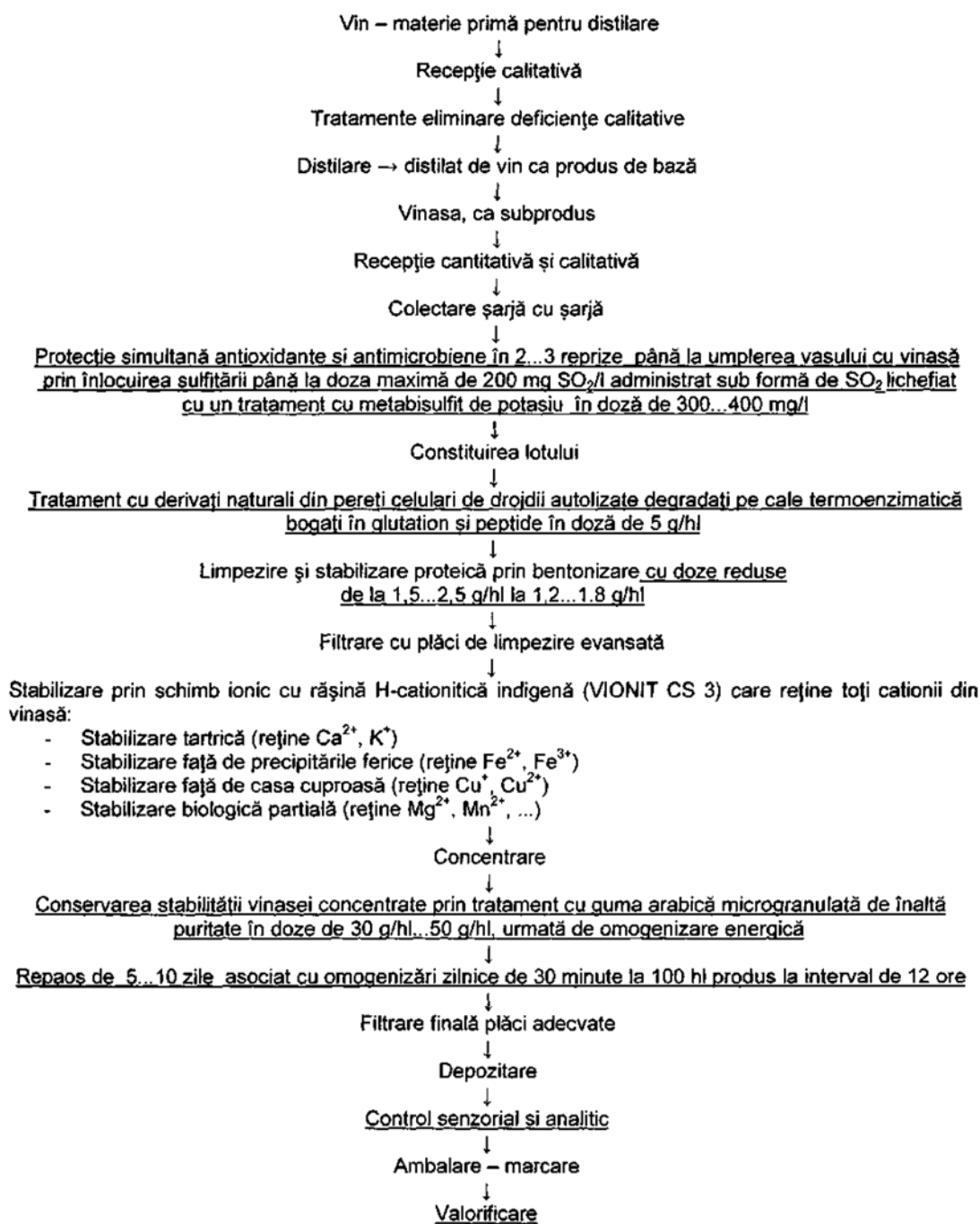


Fig. 2

