



(12)

## CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2016 00447**

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

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

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

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

### (54) PROCEDEU DE ELABORARE A DISTILATELOR NATURALE DIN FRUCTE SÂMBUROASE

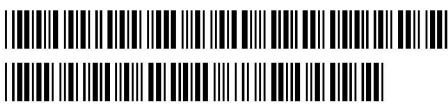
#### (57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a distilatelor naturale din fructe sâmburoase, cum sunt cireșele, caisele și piersicile. Procedeul conform inventiei constă în spălarea și tratarea antioxidantă și antimicrobiană a fructelor sâmburoase cu 10 g/l soluție apoasă de metabisulfit de potasiu și acid ascorbic, procesarea în vederea obținerii marcului și a detașării și separării sâmburilor, tratament enzimatic pentru obținerea precursorilor de arume varietale și arume varietale libere, și a facilitării separării sucului, fermentația alcoolică, prin inocularea decalată cu două drojdii

selecționate, comerciale, din specia *Saccharomyces cerevisiae*, având caracter acidifiant, și, respectiv, activitate enzimatică *beta*-glucozidasică, ce eliberează aromele varietale libere din precursorii acestora, administrarea de nutrienți simpli și complecși, urmată de al doilea tratament enzimatic și maturarea accelerată a distilatelor de mijloc, aromatizate prin tratament cu așchii de stejar cu talie mică și prăjire puternică.

Revendicări: 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



**DESCRIEREA INVENȚIEI**  
**PROCEDEU DE ELABORARE A DISTILATELOR NATURALE**  
**DIN FRUCTE SÂMBUROASE**

Invenția se referă la un procedeu de elaborare a distilatelor naturale din fructe sâmburoase cum sunt cireșele, caisele și piersicile, având calități senzoriale superioare și un grad ridicat de inocuitate. Fac excepție distilatele naturale din prune care nu fac obiectul prezentei invenții.

Tendința de a mări gradul de inocuitate al băuturilor alcoolice distilate în categoria cărora intră și distilatele naturale din fructe sâmburoase, manifestată din ce în ce mai pregnant pe plan mondial, a apărut ca urmare a creșterii alarmante a potențialului toxic al acestor distilate determinat de substanțele endogene și exogene care însotesc etanolul, al căror caracter nociv se manifestă sub aspectul accentuării frecvenței și diversității, dar și al creșterii concentrației acestora ca rezultat al poluării și contaminării, dar mai ales prin faptul că unele dintre ele, mai toxice decât etanolul, prezintă acțiune citotoxică marcată, preponderent sinergică, în anumite cazuri cu efecte mutagene, cancerigene și cocancerigene foarte periculoase pentru organismul uman („Orientări actuale în nutriție”, Editura Medicală, București, 1989, Autori: Segal B. și alții).

Majoritatea procedeelor tehnologice consacrate de elaborare a distilatelor naturale din fructe sâmburoase („Tehnologia distilatelor alcoolice din fructe și vin”, Editura Ceres, București, 1975, Autori: Stănciulescu Gh. și alții), deși permit obținerea unor însușiri olfacto-gustative remarcabile, nu asigură realizarea unui grad ridicat de inocuitate și prezintă câteva dezavantaje:

- Acceptă drept materie primă numai fructele sâmburoare care sunt „sănătoase, întregi, ajunse la maturitatea deplină, (...) bine coapte, care conțin mult zahăr și au o aromă puternică”, sub pretextul că nu se pot obține rachiuri cu o calitate senzorială superioară cu „aromă specifică din fructe necoapte ce au un conținut redus în zaharuri, (...) fructe prea coapte, crăpate, strívite ...”, conform reglementărilor tehnologice în vigoare („Instrucțiuni tehnologice pentru obținerea rachiurilor naturale speciale din cireșe, vișine, caise, piersici, pere Williams, cu aromă specifică fructului”, M.A.I.A. – C.V.B.D.P.S., 1988).
- Impun ca transportul fructelor sâmburoase la punctul de procesare „să se facă în ăjadi sau coșuri, pe cât posibil pe timp răcoros”, conform acelorași instrucțiuni.

- Prevăd spălatul fructelor sămburoase, dar nu sugerează soluții eficiente de realizare a acestei operațiuni tehnologice.
- Nu vizează elemente inovative în etapele tehnologice prefermentativă, fermentativă și postfermentativă care să contribuie ulterior la îmbunătățirea profilului senzorial al distilatului rezultat.
- Se caracterizează prin tehnici depășite de îmbunătățire a însușirilor olfacto-gustative ale distilatelor, care nu și-au dovedit întotdeauna rentabilitatea, cum ar fi macerarea de pulpă de fructe sămburoase proaspăt zdrobită în distilatul respectiv sau adaosul în același distilat a unei mici cantități de concentrat de aromă naturală provenit din același fruct sămburos ce a fost obținut în instalații speciale destinate acestui scop a căror achiziție implică alocarea de resurse financiare importante.

Având în vedere inconvenientele semnalate mai înainte, se impune studierea unor noi procedee mai performante.

Se cunoaște un brevet de invenție care are drept elemente comune cu tehnologia consacrată de elaborare a rachiurilor naturale din fructe sămburoase operațiunile curente de zdrobire a pulpei și separarea sămburilor, corecția pH-ului până la valori de 3...3,5 cu soluție apoasă 2 % acid sulfuric, însămânțarea terciului de fructe cu culturi de drojdie în vederea realizării fermentației alcoolice, monitorizarea procesului fermentativ, trecerea terciului fermentat la distilare, obținerea distilatului brut, separarea de frunți și cozi de ditilare ce se adaugă la terciul fermentat ce urmează a fi supus distilării (Brevet de invenție RO116562 B1 30.03.2001 cu titlul „Procedeu de obținere a unor concentrate de băuturi alcoolice naturale”, Autori: Temle M. s.a.).

Prin conținutul său, acest brevet relevă numeroase inconveniente:

- Nu permite valorizarea superioară a fructelor sămburoase folosite drept materie primă prin obținerea unor distilate cu calități senzoriale diferențiate.
- Corecția de pH a terciului de fructe până la 3...3,5, nu asigură o protecție antioxidantă și antimicrobiană eficientă și durabilă a acestuia.
- Tehnica aromatizării prin introducerea săculețului cu sămburi în blazul sau alambicul de distilare este periculoasă deoarece nu gestionează conținutul de benzaldehidă rezultat drept compus volatil în urma descompunerii în mediul acid fermentativ al terciului de fructe a heterozidului amigdalină existent în mod natural în compoziția acestor sămburi.
- Nu prezintă nici un fel de soluții tehnice de aromatizare pe cale naturală a distilatelor de fructe sămburoase rezultate.

Se mai cunoaște un brevet de invenție (RO105010/01.11.1994 intitulat „Vin alb sau roșu dulce și procedeu de obținere a acestora”, Autori: Lepădatu Gh. ș.a.) care are drept elemente comune cu tehnologia consacrată de elaborare a rachiurilor naturale din fructe sămburoase operațiunile curente de zdrobire și sulfitare a fructelor în etapa preferentativă și fermentația alcoolică a mustului de struguri și nu a terciului de fructe. Acest brevet are alt scop tehnologic, dar prezintă și dezavantajul că nu valorizează potențialul odorant varietal specific oricărui tip de fruct din orice soi nici în etapa preferentativă, nici în etapa fermentativă și nici măcar în etapa postfermentativă.

- Literatura de specialitate citează un articol („Artisan Distilling. A Guide for Small Distilleries”, ediție electronică 1.0.0, 25 martie 2004, Autor: Berglund K.A.) care menționează o serie de operațiuni tehnologice comune cu tehnologia consacrată de elaborare a rachiurilor naturale din fructe sămburoase cum sunt spălarea fructelor înainte de procesare, posibilitatea separării sucului din marcul de fructe, utilizarea sărurilor de amoniu în cursul fermentației alcoolice, posibilitatea fermentației alcoolice a sucului separat în condițiile corecției de aciditate cu soluție apoasă de acid sulfuric 5 %, menționând și că procesul fermentativ poate fi sistat la un nivel al concentrației de SO<sub>2</sub> mai mare de 50 mg/l. Procedeul relevat în acest articol nu prevede:

- O valorizare eficientă a fructelor sămburoare folosite drept materie primă la elaborarea de rachiuri naturale.
- O corecție de pH a terciului de fructe sămburoase care să îi asigure o protecție antioxidantă și antimicrobiană eficientă și durabilă.
- Generarea de arome volatile prin monitorizarea eficientă a procentului de sămburi în cursul procesului fermentativ al teciului de fructe sămburoase care să se regăsească în distilat.
- Alte tehnici simple și eficiente de îmbunătățire a însușirilor olfactive și gustative ale distilatelor obținute.

A mai fost publicat și un articol în literatura română de specialitate („Cercetări privind elaborarea unei tehnologii moderne de obținere a rachiurilor din fructe sămburoase”. Sesiunea științifică anuală a ICA București, octombrie 1992. În *Stiințe și tehnologii alimentare*, 3, 5, 60 -71, Autori: Croitoru C. ș.a.) care a făcut obiectul unui contract de cercetare științifică („Cercetări privind elaborarea tehnologiei moderne de fabricație a rachiurilor din fructe sămburoase - cireșe, caise și piersici”, Contract ICA

nr. 8085 /1988 - 1990, Director proiect: Croitoru C.) și s-a finalizat cu o cerere de brevet („Procedeu de elaborare a distilatelor din fructe sămburoase”, Cerere de brevet de invenție nr. A 2012 00293 / 25.04.2012, OSIM, București, Autor: Croitoru C.) care înălătură dezavantajele semnalate la procedeele de mai înainte, deoarece:

- Asigură o valorizare eficientă a fructelor sămburoare folosite drept materie primă deoarece prevede reconstituirea marcului inițial după separarea fracțiunilor de suc prin adaosul peste boștina de fructe sămburoase rezultată a unui volum de soluție apoasă de zaharoză echivalentă ca volum și concentrație în zaharuri cu sucul separat la fiecare șarjă tehnologică procesată.
- Promovează un nivel de pH de 2,5...2,7 folosind o soluție apoasă 5 %  $H_2SO_4$  care asigură o protecție antioxidantă și antimicrobiană eficientă și durabilă a sucului de fructe și a marcului de fructe reconstituit din boștina rezultată.
- Se bazează pe adaosul unei proporții de 5...10 % sămburi din cantitatea totală rezultată la procesarea unei șarjei tehnologice de fructe sămburoase în scopul accentuării intensității olfactive a viitorului distilat.
- Include macerarea timp de 2...3 zile în distilatul brut a unei proporții de 10 % fructe sămburoase întregi cu aromă puternică specifică fructului sămburos de proveniență, raportat la volumul acestui distilat.
- Implică îmbunătățirea profilului olfactiv al distilatului de mijloc prin administrarea unei proporții de 1...2 % extract alcoolic raportat la volumul total al distilatului tratat, ce a fost obținut prin macerare timp de 2 zile a unor fructe întregi cu aromă puternică într-o soluție hidroalcoolică de 40 % volume de alcool alimentar rectificat din cereale sau din fructe sămburoase, în raport volumic de 1 : 2,5.

O analiză mai profundă a procedeului din cererea de brevet asociată articolului științific și contractului de cercetare deja menționate mai înainte arată că acesta prezintă, la rândul său, inconveniente serioase față de evoluțiile tehnico - științifice recente în acest domeniu:

- Eficacitatea tehnologică discutabilă a tratamentului cu dioxid de sulf sub formă de soluție apoasă 5...6 % necesar protecției antimicrobiene și antioxidantelor a fructelor sămburoase, în contextul în care implică ulterior o corecție severă de pH până la 2,5...2,7, folosind o soluție apoasă 5 %  $H_2SO_4$  care nu este un acid natural semnalat în compoziția acestor fructe. În plus, dioxidul de sulf este un gaz iritant ce poate afecta căile respiratorii ale operatorului.

- Lipsa unor tratamente enzimatiche de extracție și eliberare în mediul fermentativ a aromelor varietale libere și mai ales a precursorilor acestora care să accentueze tipicitatea și intensitatea profilul olfactiv al viitorului distilat.
- Neajunsul reconstituirii marcului inițial de fructe sămburoase prin adaosul peste boștina rezultată a unui volum de soluție apoasă de zaharoză echivalentă ca volum și concentrație în zaharuri cu sucul separat la fiecare șarjă tehnologică procesată care nu îi asigură o deplină protecție antimicrobiană și antioxidantă și nici condiții optime de fermentare.
- Lipsa unei soluții tehnologice viabile necesară corecției normale de pH la o limită optimă de 2,9...3 care să permită o acțiune eficace a tulpinilor de drojdii destinate fermentației alcoolice a sucului și marcului reconstituit de fructe sămburoase, dar și asigurarea inocuității mediului fermentativ prin renunțarea la folosirea  $H_2SO_4$ .
- Lipsa unui concept care să asigure protejarea mediului fermentativ simultan cu posibilitatea obținerii unei palete foarte largi de arume varietale și de fermentare, ca urmare a folosirii unor tulpini diferite de drojdii selecționate care își pun amprenta propriului metabolism asupra profilului senzorial al sucului de fructe sămburoase fermentat și al marcului reconstituit de fructe sămburoase fermentat. Fiind compuși volatili, aceste arume varietale și de fermentare se vor regăsi în distilat imprimând acestuia o anumită compoziție și un anumit profil senzorial, olfactiv și gustativ.
- Lipsa unei optimizări a procesului fermentativ al sucului și marcului reconstituit de fructe sămburoase prin promovarea utilizării unor nutrienți adecvați tulpinilor de drojdii selecționate utilizate, care au o compoziție complexă, fiind proveniți din peretii celulați de drojdii autolizate degradați pe cale termoenzimatică.
- Inexistența unei soluții tehnice eficiente prin care să se valorizeze fructele sămburoase parțial epuizate folosite la aromatizarea naturală a distilatelor brute și a distilatelor de mijloc.
- Lipsa unei soluții de maturare a distilatelor de mijloc prin tehnici ieftine, simple și eficiente care să le îmbogătească profilul senzorial.

Având în vedere motivele prezentate mai înainte, este necesară o nouă soluție tehnică care să eliminate dezavantajele semnalate în vederea îndeplinirii obiectivului propus.

Problema tehnică pe care o rezolvă inventiile revendicate se referă la elaborarea unui procedeu de obținere a unor distilate naturale din fructe sămburoase, ce poate fi aplicat în orice unitate de vinificație care posedă o distilerie, în condițiile dotărilor

tehnice actuale, capabil să garanteze asigurarea unor calități senzoriale superioare corroborate cu un nivel ridicat de inocuitate, în condițiile valorizării eficiente a potențialului odorant varietal și fermentativ al recoltelor procesate, folosind auxiliari biotecnologici de ultimă generație cum sunt anumite preparate enzimatiche, tulpieni comerciale de drojdii selecționate și nutrienți obținuți prin degradarea termoenzimatică a pereților celulați de drojdii autolizate.

Procedeul elaborat, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate, fiind caracterizat prin aceea că, este alcătuit din etape și operațiuni ce cuprind stabilirea punctelor de colectare a fructelor, transportul la procesare, recepția cantitativă și calitativă, spălarea concomitent cu tratarea lor cu o soluție apoasă de produs bicomponent pe bază de metabisulfit de potasiu și acid ascorbic în doză de 10 g/hl ce le asigură simultan protecția antioxidantă și antimicrobiană, procesarea în vederea obținerii marcului și a detașării și separării sâmburilor, tratament enzimatic cu 4...5 g preparat enzimatic pectolitic/hl marc în scopul extracției precursorilor de arome varietale și a aromelor varietale libere, a creșterii randamentului în suc extras și a facilitării separării sucului, cu o durată de acțiune de 8...10 ore, separarea sucului de boștină din marcul enzimat prin scurgere statică și dinamică, reconstituirea marcului inițial prin adaosul peste boștina rezultată a unui volum de soluție apoasă de zaharoză echivalentă ca volum, concentrație în zaharuri, aciditate titrabilă și conținut în azot asimilabil cu sucul separat, pregătirea sucului și a marcului reconstituit în vederea fermentării prin corecția pH-ului cu soluție apoasă 5 % de acizi organici cum sunt acizii tartric, malic și citric până la valori de pH de 2,9...3, corecția concentrației în SO<sub>2</sub> total până la 60...80 mg/l, adaosul unei proporții de 5...10 % sâmburi din cantitatea totală rezultată, însămânțarea identică dar separată a sucului și marcului reconstituit cu aceleași suspensii apoase omogene de drojdii selecționate comerciale din specia *Saccharomyces cerevisiae* în doze de câte 5 g/hl, administrate la interval de 3...5 zile, dintre care prima are un caracter puternic acidifiant, iar cea de-a doua este dotată cu activitate enzimatică β – glucozidasică ce eliberează aromele varietate libere din precursorii acestora, adăugarea unui amestec nutritițional în doză de 10 g/hl alcătuit din 7 g/hl fosfat primar de amoniu și 3 g/hl derivați naturali din pereți celulați de drojdii autolizate degradați pe cale termoenzimatică bogăți în glutation și peptide odată cu suspensia apoasă a primei tulpieni și a unui nutrient suplimentar din aceeași derivați naturali în doză de 5 g/hl odată cu suspensia apoasă a celei de-a doua tulpieni, monitorizarea zilnică a proceselor fermentative în vederea

evitării depășirii limitei termice critice de 20°C, verificarea finalizării procesului fermentativ prin examen senzorial și control analitic al densității și concentrației alcoolice, asigurarea protecției antioxidantă a sucului și a marcului reconstituit complet fermentate prin sulfatare cu 70...100 mg/l SO<sub>2</sub> funcție de pH și durata depozitarii temporare până la distilare, tratament enzimatic aplicat atât sucului cât și marcului reconstituit complet fermentate cu o durată de acțiune de 3...4 săptămâni folosind un preparat cu activitate  $\beta$  – glucozidazică în doză de 5 g/hl ce eliberează aromele varietate libere din precursorii acestora, distilarea produselor fermentate îmbogățite în arôme naturale libere cu obținerea distilatelor brute, macerarea timp de 2...3 zile în distilatele brute a unei proporții de 10 % fructe sămburoase cu aromă puternică raportat la volumul acestor distilate, redistilarea distilatelor brute aromatizate din fructe sămburoase cu separare de frunți, mijloc și cozi, amestecarea frunților și cozilor cu o nouă șarjă tehnologică din sucul și/sau marcul complet fermentate sau cu o nouă șarjă de distilate brute aromatizate, examinarea senzorială a distilatelor de mijloc rezultate, îmbunătățirea profilului olfactiv al distilatelor de mijloc prin administrarea unui proporție de 1...2 % extract alcoolic raportat la volumul total al distilatului tratat, ce a fost obținut prin macerare timp de 2 zile a unor fructe întregi cu aromă puternică într-o soluție hidroalcoolică de 40 % volume de alcool alimentar rectificat din cereale sau din fructe sămburoase în raport volumic de 1:2,5, valorizarea fructelor sămburoase parțial epuizate folosite la aromatizarea naturală a distilatelor brute și a fracțiunilor redistilate de mijloc, maturarea accelerată a distilatelor de mijloc aromatizate prin tratament cu aşchii de stejar cu talie mică și prăjire puternică în doză de 4 g/l care acționează pe o perioadă de contact de până la 4 săptămâni cu omogenizări efectuate la interval de 2 zile pe o durată de cel puțin 30 minute, controlul senzorial și fizico – chimic final al distilatului de mijloc maturat înainte de valorificarea acestuia.

Procedeul de elaborare a distilatelor naturale din fructe sămburoase, conform invenției, permite folosirea tuturor fructelor sămburoase improprii consumului în stare proaspătă și care nu pot fi valorificate în alte ramuri ale industriei alimentare, necesită o proporție de numai 10 % fructe întregi de calitate superioară, în scopul obținerii unor distilate naturale din fructe sămburoase cu personalitate senzorială distinctă și nivel ridicat de inocuitate.

Procedeul de elaborare a distilatelor naturale din fructe sămburoase, conform invenției, de diferențiază semnificativ de celealte procedee brevetate prin aceea că

asigură spălarea fructelor simultan cu protecția antioxidantă și antimicrobiană a acestora prin tratament cu metabisulfit de potasiu și acid ascorbic, extractia precursorilor de arome varietale și a aromelor varietale libere, a creșterii randamentului în suc extras și a facilitării separării sucului prin tratament enzimatic, derularea fermentației alcoolice prin inocularea decalată cu două drojdii selecționate comerciale din specia *Saccharomyces cerevisiae* având caracter puternic acidifiant și respectiv activitate enzimatică  $\beta$  – glucozidazică ce eliberează aromele varietate libere din precursorii acestora și maturarea accelerată a distilatelor de mijloc aromatizate prin tratament cu aşchii de stejar cu talie mică și prăjire puternică.

Procedeul de elaborare a distilatelor naturale din fructe sămburoase, conform invenției, prezintă următoarele avantaje față de procedeele analizate mai înainte:

- Elimină eficacitatea tehnologică discutabilă a tratamentului cu dioxid de sulf sub formă de soluție apoasă 5...6 % necesar protecției antimicrobiane și antioxidantă a fructelor sămburoase prin aplicarea unui tratament cu o soluție apoasă de produs bicomponent pe bază de metabisulfit de potasiu și acid ascorbic.
- Asigură accentuarea tipicității și intensității profilului olfactiv al viitorului distilat prin tratamente enzimaticice foarte eficace, dintre care cel aplicat în etapa prefermentativă extrage aromele libere și mai ales precursorii acestora din marcul de fructe sămburoase și facilitează separarea sucului din pulpa zdrobită, iar cel aplicat în etapa postfermentativă eliberează aromele libere din precursorii acestora prin hidroliză enzimatică.
- Completează neajunsul reconstituirii marcului inițial de fructe sămburoase prin adaosul peste boștina rezultată a unui volum de soluție apoasă de zaharoză echivalentă ca volum și concentrație în zaharuri cu sucul separat la fiecare șarjă tehnologică procesată prin asigurarea echivalenței privind aciditatea titrabilă și conținutul în azot asimilabil specific sucului separat, astfel încât să se genereze o deplină protecție antimicrobiană și antioxidantă și condiții optime de fermentare.
- Reduce nivelul corecției de pH de la 2,5...2,7 la 2,9...3, prin înlocuirea acidului sulfuric inexistent în fructe cu acizi organici cum sunt acizii tartric, malic și citric ce se găsec în mod natural în fructe, fără a afecta protecția antimicrobiană și antioxidantă eficace și îmbunătățind condițiile de fermentare pentru tulpinile de drojdii selecționate utilizate.
- Permite asigurarea simultană a protejării mediului fermentativ și a obținerii unei palete foarte largi de arume varietale și de fermentare, ca urmare a folosirii a două

tulpini de drojpii selecționate dintre care una crește aciditatea mediului fermentativ datorită caracterului acidifiant posedat, iar cealaltă eliberează aromele varietate libere din precursorii acestora ca urmare a prezenței în celulele sale a activității enzimatiche  $\beta$ -glucozidazice, cu mențiunea că ambele tulpini de drojpii prin propriul lor metabolism produc și arôme de fermentare sub formă de esteri, acetali și alți compuși volatili cu miros agreabil.

- Promovează optimizarea procesului fermentativ prin folosirea a două tulpini selecționate de drojpii folosite în scopuri tehnologice bine definite menționate mai înainte ce pot fi îndeplinite prin asocierea acestora cu nutrienți adecvați ce include și pe cei cu o compoziție complexă proveniți din pereți celulari de drojpii autolizate degradați pe cale termoenzimatică, alături de sărurile de amoniu obișnuite.
- Prezintă o soluție tehnică eficientă de valorizare a fructelor sămburoase parțial epuizate folosite la aromatizarea naturală a distilatelor brute și a distilatelor de mijloc.
- Propune o tehnică ieftină, simplă, și eficace de maturare a distilatelor de mijloc care să le îmbogățească profilul senzorial.

Se prezintă, în continuare un exemplu de realizare a inventiei, urmărindu-se succesiunea etapelor tehnologice ce alcătuiesc procedeul elaborat, ce cuprinde fiecare o anumită succesiune de operațiuni tehnologice. Procedeul, conform invenției, cuprinde etapa de procesare a fructelor sămburoase, etapa prefermentativă de colectare și pregătire a marcului ca atare, a sucului și a marcului reconstituit obținute din aceste fructe, etapa fermentativă când rezultă sucul fermentat, marcul reconstituit fermentat sau marcul ca atare fermentat, etapa postfermentativă cu tratamentele aferente aplicate produselor fermentate menționate, etapa distilării și aromatizării naturale a distilatului brut și respectiv a distilatului de mijloc și etapa de maturare accelerată a distilatului de mijloc.

Etapa de procesare a fructelor sămburoase cuprinde stabilirea punctelor de colectare, transportul la locul de procesare cu orice mijloace inclusiv bene metalice izolate antiacid, receptia cantitativă și calitativă ce constă în stabilirea destinației tehnologice a fructelor sămburoase pe baza unor criterii riguroase ce impun caracterizarea lor fizico - chimică și microbiologică, spălarea fructelor sămburoase simultan cu asigurarea protecției antioxidantă și antimicrobiene, procesarea fructelor sămburoase în vederea obținerii marcului și a detașării și separării sămburilor, tratamentul enzimatic al marcului inițial rezultat, separarea sucului de boștină din marcul respectiv prin scurgere statică și dinamică și reconstituirea marcului inițial.

- Punctele de colectare a fructelor sămburoase se stabilesc astfel încât distanțele până la crama de procesare să fie aproximativ egale, rutele pe care se deplasează mijloacele de transport să afecteze cât mai puțin calitatea fructelor colectate, iar costurile aferente transportului acestora să fie minimale.
- Materia primă utilizată o reprezintă fructele sămburoase improrii consumului în stare proaspătă și care nu pot fi valorificate în alte ramuri ale industriei alimentare sub formă de sucuri, nectaruri, compoturi, gemuri, dulcețuri și alte produse. În această categorie intră fructele imature cu o concentrație mai scăzută în zaharuri fermentescibile, fructele vătămate cum sunt cele crăpate, strivite, în stadiu incipient de putrefacție, atacate de mucegaiuri, de insecte, de larve sau alte boli criptogamice, cât și fructele supramaturate. Toate aceste fructe sămburoase prezintă unele inconveniente, în sensul că fructele imature dau un randament scăzut în suc, cele supramaturate se procesează cu dificultate, iar cele vătămate reprezintă surse de contaminare rapidă cu microorganisme dăunătoare. La rândul lor, fructe sămburoase destinate înrăbunătășirii însușirilor olfacto-gustative ale distilatelor trebuie să fie de calitate superioară adică întregi, sănătoase, ajunse la maturitatea deplină și să posede o aromă puternică specifică fructului sau chiar soiului și arealului pomicol de proveniență.
- Transportul fructelor sămburoase de la punctele de colectare la locul de procesare se realizează cu orice mijloace disponibile, recomandându-se benele metalice izolate antiacid. Orice contact al fructelor sămburoase cu părți metalice ale mijloacelor de transport care nu sunt izolate antiacid complică procedeul de elaborare a distilatelor în sensul că implică o eventuală demetalizare a acestora cu ferocianură de potasiu.
- Recepția cantitativă se execută în mod obișnuit prin dublă cântărire, avându-se în vedere fiecare punct de colectare de unde provine fiecare șarjă transportată de fructe sămburoase, urmărindu-se aspectele economice de înregistrare în gestiune și alte documente de evidență primară și asigurare a trasabilității.
- Pe lângă aspectele agrotehnice cum sunt timpul scurs de la ultima stropire a plantației pomicole până la recoltat, raportul dintre arealul pomicol respectiv și caracteristicile anului de recoltă și eventualele evenimente agrometeorologice importante semnalate în perioada ce precede recoltarea și colectarea, recepția calitativă are ca obiectiv principal stabilirea corectă a destinației fructelor sămburoase la rachiuri de calitate superioară, rachiuri de calitate medie sau rachiuri din amestec de fructe.

- Criteriile riguroase ce stau la baza receptiei calitative se referă la o caracterizare complexă a fructelor sămburoase destinate scopului tehnologic propus:

- Caracterizarea fizică, ce constă în aprecierea proporției de fructe sămburoase cu deficiențe grave de calitate sub aspectul vătămării și a gradului de impurificare cu pământ și alte corpuri străine la fiecare șarjă tehnologică.
- Caracterizarea chimică, ce prevede determinarea concentrației în zaharuri reducătoare fermentescibile prin metoda refractometrică, a acidității titrabilă și a pH-ului, în scopul stabilirii corecte a destinației fiecărei șarje tehnologice de fructe sămburoase privind tipul de distilat ce urmează a fi obținut. Această caracterizare are ca scop și o evaluare a corecției de pH necesare înainte de fermentare și a potențialului alcoolic al marcului și sucului complet fermentate înainte de distilare.
- Caracterizarea microbiologică, ce implică determinarea numărului total de germenii, drojdii și mucegaiuri în vederea stabilirii dozelor adecvate de dioxid de sulf, a limitei de ajustare a valorii pH și a aprecierii corecte a dozei de drojdii selecționate necesară procesului fermentativ. Acest control microbiologic nu se efectuează în producția vinicolă deoarece specialistul se ghidează întotdeauna după experiența sa practică în evaluarea nivelului la care trebuie corectați parametrii analitici menționați mai înainte.

- Spălarea fructelor sămburoase înainte de prelucrare devine o operație tehnologică obligatorie în contextul poluării tot mai accentuate a mediului înconjurător. Se execută în scopul îndepărțării impurităților aderente și a înlăturării parțiale a microflorei epifite, fiind oportună mai ales atunci când fructele sămburoase sunt puternic prăfuite sau prezintă urme destul de recente de la soluțiile de stropit împotriva bolilor și dăunătorilor. Printre micotoxinele secrete de diferite mucegaiuri se numără aflatoxinele și patulina care sunt puternic hepatotoxic și hepatocancerigene, iar prezența lor a fost detectată pe suprafața tuturor fructelor și chiar în băuturile alcoolice distilate provenite din acestea („Orientări actuale în nutriție”, Editura Medicală, București, 1989, Autori: Segal B. și alț.). Problema spălării fructelor sămburoase trebuie privită într-un context mai larg care vizează folosirea unei instalații simple de stropire cu dușuri confectionată cu mijloace tehnice proprii ce necesită resurse financiare foarte mici, aplicarea unei tehnologii adecvate de combatere a bolilor și dăunătorilor în livezi care să permită atingerea unui interval de timp suficient de lung între momentul ultimului tratament fitosanitar și momentul

recoltării și crearea posibilității de utilizare a unor doze mai reduse la ultimul tratament fitosanitar aplicat.

- O soluție tehnică avantajoasă și eficientă o reprezintă spălarea fructelor sămburoase concomitent cu sulfitarea lor prin imersia într-o cuvă izolată antiacid ce conține soluție apoasă de  $\text{SO}_2$  de concentrație 5 – 6 % care este împrospătată periodic pe măsura impurificării. Cuvă izolată antiacid poate fi prevăzută cu o plasă mobilă ce permite contactul intim al fructelor sămburoase cu soluția apoasă de  $\text{SO}_2$ , cât și separarea lor ulterioară de mediul lichid și dirijarea către operațiunea de procesare. Deoarece dioxidul de sulf este un gaz iritant ce poate afecta căile respiratorii ale operatorului, se recomandă înlocuirea acestuia cu un produs bicomponent pe bază de metabisulfit de potasiu și acid ascorbic folosit tot sub formă de soluție apoasă dar cu o concentrație de 10 % ce asigură fructelor sămburoase spălate o protecție antioxidantă și antimicrobiană mai eficientă. O astfel de protecție este posibilă deoarece pe lângă dioxidul de sulf eliberat în mediul acid al fructelor din metabisulfitul de potasiu, conform reacției (1), acționează și acidul ascorbic recunoscut pentru caracterul său antioxidant puternic exercitat în prezența dioxidului de sulf care îl protejază de oxidare; în aceste condiții, oxidarea acidului ascorbic sub acțiunea oxigenului din aer, conform reacției (2), nu se mai produce:



- Operațiunea de procesare a fructelor sămburoase constă în zdrobire, destrămarea pulpei, detașarea și separarea sămburilor în scopul obținerii marcului. Această operațiune se realizează cu un utilaj simplu denumit pasatrice existent în dotarea tehnică a tuturor unităților de vinificație cu distilărie care procesează fructe sămburoase pentru a obține în final rachiuri naturale din aceste fructe. Evitarea pierdurilor de componente utile ca urmare a aderenței resturilor de pulpă pe suprafața sămburilor impune controlul fermității structotexturale a fructelor sămburoase în cadrul receptiei calitative prin prelucrarea inițială a unor microșarje din aceste fructe și evaluarea senzorială comparativă a marcului rezultat. Legislația actuală (*Instrucțiuni tehnologice pentru obținerea rachiurilor naturale speciale din cireșe, vișine, caise, piersici, pere Williams, cu aromă specifică fructului*, M.A.I.A. – C.V.B.D.P.S., 1988) admite diluarea cu până la 10 % apă potabilă a marcurilor de fructe ce nu pot fi vehiculate mecanic prin pompare în vederea separării sucului.

Marcul de fructe sămburoase, denumit și terci de fructe sămburoase, rezultat în urma separării sămburilor reprezintă din punct de vedere fizic un sistem complex alcătuit din 3 fracțiuni care sunt fracțiunea lichidă sub formă de suc, fracțiunea intermediară și fracțiunea solidă sub formă de boștină marunțită. Proporțiile relative dintre cele 3 fracțiuni variază de la un sortiment de fructe sămburoase la altul. Sucul reprezintă volumul de lichid eliberat din structura celulelor în cursul operațiunii de zdrobire – mărunțire. Fracțiunea intermediară sau stratul intermediar, are o structură apropiată de cea a unui gel deoarece este alcătuită în mare parte din protopectină hidratată cu suc. Experimentările preliminare au dovedit că acest strat intermediar afectează randamentul în suc deoarece îl ține captiv în această tramă protopectinică din care nu poate fi eliberat prin simplă presare. Datorită caracterului amorf al stratului intermediar, rezistența la curgere a acestuia este foarte mare și de aceea influențează în mod negativ capacitatea de presare a masei zdrobite de fructe sămburoase („Biotehnologii în industria alimentară”, Editura Tehnică, București, 1987, Autori: Banu C. și alț.).

- Tratamentul enzimatic al marcului inițial de fructe sămburoase zdrobite urmărește extracția precursorilor de arome varietale și a aromelor varietale libere din compoziția acestuia, creșterea randamentului în suc extras prin eliberarea celui din stratul intermediar ce țină trama protopectinică și facilitarea limpezirii ulterioare a sucului separat de boștină. Se realizează într-un recipient confectionat din oțel inoxidabil dotat cu accesorii tehnice necesare și cu un sistem adecvat de omogenizare. Se recomandă folosirea unui preparat enzimatic pectolitic complex superconcentrat, având codul 709025, special conceput în vederea optimizării scopurilor tehnologice menționate mai înainte, ce acționează eficace și la valori mai coborâte de pH și de temperatură și care nu este influențat de acțiunea dioxidului de sulf eliberat din metabisulfitul de potasiu. Se prezintă sub formă de pudră microgranulată, este standardizat cu maltodextrină și posedă o activitate enzimatică pectolitică de 24.000 PU/g sau 19.400 FDU/g, este lipsit de activitatea nedorită cinamilesterazică, este complet solubil în apă, are un pH neutru în soluție apoasă de 1 %, iar densitatea sa aparentă variază între 0,50 și 0,55 g/ml. Este constituit din diferite activități enzimatice principale cum sunt activitatea pectiniazică, prescurtat PL, fundamentală pentru degradarea pectinelor esterificate, activitatea hemicelulazică și celulazică, prescurtat CMC, ce facilitează extracția, activitatea poligalacturonazică, prescurtat PG, bogată în activitate endo – PG care împreună cu PL permite limpezirea mai

rapidă a musturilor și facilitează filtrabilitatea acestora, dar și activități secundare cum este activitatea arabanazică, prescurtat AR, cu o concentrație ridicată ce permite degradarea părților ramificate ale pectinelor. Doza de preparat enzimatic recomandată este de 4...5 g/hl marc de fructe sămburoase. Cantitatea stabilită de preparat enzimatic se solubilizează treptat și lent sub agitate continuă cu o baghetă de lemn curată într-un volum de suc de circa 100 de ori mai mare decât volumul ocupat de cantitatea respectivă de preparat enzimatic plasat într-o găleată curată. Suspensia omogenă de preparat enzimatic rezultată se administrază în 2...3 reprezente măsura umplerii vasului la capacitatea sa optimă. Durata de acțiune enzimatică va fi de 8...10 ore. Vasul destinat tratamentului enzimatic trebuie să fie confectionat din oțel inoxidabil și să dispună de accesorii tehnice necesare în sine cunoscute care să permită o eventuală omogenizare în absența oxigenului din aer. Pe lângă avantajele menționate mai înainte, utilizarea preparatelor enzimatice pectolitice determină și o creștere a concentrației în alcool metilic ce provine din degradare enzimatică a substanțelor pective, ce se elimină ulterior în etapa de distilare.

- Procesarea marcului de fructe sămburoase tratat enzimatic în vederea separării sucului de pulpă se poate realiza prin mai multe tehnici ce se bazează pe folosirea dotărilor tehnice existente în uzinele de vinificație cum sunt cisternele metalice rotative, scurgătoarele înclinate, presele continue închise sau cisternele de sedimentare – decantare a burbei la limpezirea mustului de struguri. În urma experimentărilor comparative efectuate la nivel industrial cel mai eficient sub aspectul randamentului în suc s-a dovedit a fi procedeul care realizează separarea sucului de boștină prin scurgere statică și dinamică într-un scurgător înclinat. O soluție simplă și ingenioasă de protecție împotriva oxidării a marcului de fructe sămburoase procesat constă în înglobarea scurgătorului într-un recipient cilindric din oțel inoxidabil având o capacitate adecvată. Separarea sucului de boștină cu ajutorul scurgătorului înclinat a fost experimentată la nivel industrial pentru cireșe, caise și piersici. În cazul cireșelor randamentul în suc poate ajunge până la 40...50 %, în timp ce la caise și piersici acesta poate avea valori de numai până la 20...30 %, contrar unor opinii nejustificate care au afirmat că „fructele cu aromă puternică cum sunt piersicile, caisele (...) se fermenteză numai ca marcuri și nu ca sucuri” („Tehnologia distilatelor alcoolice din fructe și vin”, Editura Ceres, București, 1975, Autori: Stănciulescu Gh. și alț.).

- Operațiunea de separare a sucului de pulpă asigură obținerea unor calități senzoriale superioare și un grad ridicat de inocuitate la distilatele din fructe

sâmburoase ce urmează a se obține plecând de la aceste sucuri deoarece concentrațiile cele mai mari de substanțe potențial toxice semnalate în etapele tehnologice de fermentare și distilare provin în urma descompunerii unor constituenți ce se regăsesc cu precădere în fracțiunea solidă. Acești constituenți nedoriți vor fi prezentați în continuare:

- Aminele biogene cum sunt histamine, feniletilamina, cadaverina, tiramina, putrescina și altele, rezultă în urma decarboxilării enzimatiche a unor aminoacizi existenți în marcurile de fructe sămburoase intrate în putrefacție sau/și care prezintă un grad avansat de mucegai. Acești compuși manifestă efecte nedorite asupra organismului uman cum ar fi creșterea presiunii arteriale, iritarea mucoasei gastrointestinale sau anumite simptome alergice, fiind potențiatorii unor noi substanțe toxice volatile formate în urma descompunerii lor la cald în timpul distilării.
- Alcoolul metilic, rezultat în urma descompunerii substanțelor pectice, prezintă toxicitatea ridicată ce se datorează metabolitilor săi, care sunt formaldehida și mai ales acidul formic ce are capacitatea de a bloca enzimele ferice cum este citocromoxidaza existentă în cantități mai mari la nivelul ochiului, astfel încât poate provoca orbirea.
- Alcoolii superiori cum sunt alcoolii amilici provoacă stări de ebrietate mai puternice decât alcoolul etilic sau ceilalți alcoolii cu număr mai mare de atomi de carbon („Tratat de oenologie”, volumul 1, Editura Ceres, București, 1985, Autor: Cotea D. V.).
- Furfuralul, cu miros specific dezagreabil asemănător aldehidelor, rezultă în urma descompunerii pentozañilor în pentoze care sunt precursorii acestui compus volatil nedorit, format în mediul acid existent în cursul fermentaþiei alcoolice și ulterior eliberat în cursul distilării.
- Anumite substanþe toxice volatile ce rezultă prin descompunerea unor pesticide remenente în fracțiunea solidă de boþină și care se pot regăsi în viitorul distilat.
- Compuși organici sub formă de aldehyde, cetonă sau alþi compuși volatili cu efecte imprevizibile asupra calităþii sezoniale a distilatului ce provin de la diverse microorganisme și microtoxine și care au fost semnalate ca urmare a fermentării sucului alături de pulpa de fructe sămburoase.

Având în vedere aspectele relevante mai înainte, operaþiunea de separare a sucului de pulpă se consideră justificată și oportună deoarece garantează eliminarea cel

puțin parțială a compușilor toxici mai sus menționați semnalati în distilatele provenite din marcuri fermentate de fructe sămburoase. Oricât de perfecționate ar fi instalațiile de distilare ce asigură separarea de frunți, mijloc și cozi, acestea nu pot garanta eliminarea integrală a compușilor toxici semnalati atunci când se distilă marcuri fermentate și nu sucuri fermentate de fructe sămburoase.

- Reconstituirea marcului inițial de fructe sămburoase după separarea sucului de fracțiunea solidă se realizează în recipienți litrați din oțel inoxidabil în care peste cantitatea de boștină rezultată se adaugă volumul de soluție apoasă echivalentă compozitional cu volumul de suc separat în privința concentrațiilor în zaharuri, aciditate titrabilă și azot asimilabil. Se va ține cont și de volumul de apă eventual adăugat la început în marcul de fructe sămburoase în scopul facilitării vehiculării sale la procesare prin intermediul pompelor. În scopul calculării corecte a dozelor necesare de substanțele ce urmează a fi solubilizate se va ține seama și de volumele ocupate de cantitățile necesare, de concentrațiile optime ale suspensiilor apoase obținute cu acestea care să fie exact corelate cu cantitățile calculate. La corecția conținutului inițial în zaharuri al marcului reconstituit se poate folosi zahăr alimentar sau must concentrat rectificat sau un substitut al acestuia. La corecția acidității titrabile inițiale a marcului reconstituit se recomandă calculul unei cantități ce corespunde dozei optime exprimată în g/l acid tartric; se recomandă folosirea de acid citric care este mai ieftin, iar atunci când corecția depășește 0,5 g/l în acid tartric se pot utiliza și acizii malic sau tartric care au un preț de cost mai ridicat. În scopul corecției conținutului inițial de azot asimilabil în marcul reconstituit se poate administra o cantitate echivalentă sub formă de fosfat primar de amoniu care este ușor asimilabil de către tulpinile selecționate de drojdii și nu induce alte inconveniente în cursul procesului fermentativ.

Practica reconstituirii marcului de fructe sămburoase nu poate constitui o fraudă deoarece diminuează conținutul în compuși toxici existenți în marc înainte de reconstituire, asigură potențialul alcoolic al marcului inițial, nu afectează însușirile senzoriale ale distilatului ce urmează a se obține deoarece compoziția boștinei suferă o diluare a unor compuși a căror concentrație este oricum corectată cum sunt zaharurile și acizii organici, dar se mărește și volumul de distilat obținut cu un potențial toxic mai redus. Dacă în urma recepției calitative specialistul consideră că este inopportună separarea sucului de pulpă la șarja respectivă de fructe sămburoase, marcul rezultat în urma procesării acestora va fi fermentat și distilat ca atare,

respectându-se instrucțiunile specifice acestor etape tehnologice, ce vor fi detaliate în continuare.

Etapa prefermentativă cuprinde colectarea și pregătirea marcului ca atare, a sucului și a marcului reconstituit obținute din fructe sămburoase în vederea fermentării separate. În această etapă se aplică corecția pH-ului și a conținutului în SO<sub>2</sub>, dar și adaosul unei proporții de 5...10 % sămburi din cantitatea totală rezultată la procesarea șarpei tehnologice respective, atât în cazul marcului folosit ca atare, cât și în cazul sucului rezultat și respectiv al marcului reconstituit obținut. În funcție de dimensiunile recipienților și de volumele de umplere stabilite, se aplică eșalonat, pe măsura colectării șarjelor, tratamentele de corecție a pH - ului și a conținutului de SO<sub>2</sub>, după caz, pentru toate cele 3 sortimente de semifabricate menționate mai înainte. Recipientii utilizați trebuie să fie confectionați din oțel inoxidabil, dotați cu accesoriile tehnice necesare și cu un sistem adecvat de omogenizare. De regulă, în aceeași recipienti se va derula și etapa tehnologică a fermentației alcoolice.

- Fracțiunile de suc se colectează pe măsură ce se separă de boștina de fructe sămburoase. La rândul lor, șarjele de marc reconstituit se colectează pe măsură ce se prepară și se omogenizează. Se procedează în mod similar și cu marcurile de fructe sămburoase ce se vor fermenta ca atare.

Corecția pH-ului la fiecare dintre cele 3 sortimente de semifabricate din fructe sămburoase destinate fermentării este o operațiune foarte importantă pentru distrugerea microorganismelor nedorite. Ajustarea pH-ului la valoarea 2,7, folosind o soluție apoasă 5 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> asigură inhibarea completă a dezvoltării bacteriilor lactice și acetice („Biologia și tehnologia drojdiilor”, volumul 2, Editura Tehnică, București, 1991, Autori: Dan Valentina și.a.). După alți autori, alegerea nivelului de 2,5 pentru valoarea pH-ului este justificată de constatăriile practice din producție conform cărora, într-un mediu de fermentare cu o concentrație alcoolică de numai 4,5 % volume, limita inferioară a pH-ului pentru activitatea drojdiilor este de 1,8, iar la o concentrație alcoolică de 5,5...6 % volume caracteristică marcurilor și sucurilor de fructe sămburoase, valoarea minimă a pH-ului suportată de către drojdii este de 2,3. La rândul său, valoarea limitei inferioare de pH crește odată cu creșterea concentrației alcoolice a mediului fermentativ astfel încât la concentrații alcoolice de 8,5...12,5 % volume, limita inferioară a pH-ului la care drojdiile mai acționează este de 3,5 („Biologia și tehnologia drojdiilor”, volumul 1, Editura Tehnică, București, 1989, Autori: Voica C. și.a.). Având în vedere aceste aspecte, este necesară stabilirea

corelației dintre tulpina de drojdie selecționată aleasă pentru realizarea fermentației alcoolice și valoarea optimă a pH-ului necesară desfășurării procesului fermentativ. În cazul procedeului elaborat, se reduce nivelul corecției de pH de la 2,5...2,7 la 2,9...3, prin înlocuirea acidului sulfuric inexistent în fructe cu acizi organici cum sunt acizii tartric, malic și citric ce se găsecă în mod natural în fructe. În aceste condiții tehnologice, protecția antimicrobiană și antioxidantă nu va fi afectată, păstrându-și nivelul de eficacitate datorită folosirii unei tulpini selecționate de drojdii care generează o creștere de aciditate în mediul fermentativ și nutrientului asociat acestiei care este bogat în glutation, un antioxidant de 3...4 ori mai puternic decât SO<sub>2</sub>. La corecția de pH - ului se pot folosi acizi organici cum sunt acizii citric, tartric și malic, separat sau în amestec, funcție de nivelul corecției necesare, de influența asupra gustului, dar și a costului tratamentului. Prin adoptarea unui nivel de pH de 2,9...3 se vor îmbunătăți și condițiile de fermentare pentru tulpinile de drojdii selecționate utilizate ulterior. Corecția de pH cu acizi organici menționați se realizează conform tehnicii în sine cunoscute, după alegerea formulei optime de corecție, ținând cont de factorii de influență menționați mai înainte, pe baze unor microteste prealabile efectuate în laborator.

- Corecția concentrației în dioxid de sulf total până la 60...80 mg/l funcție de starea fitosanitară a recoltei stabilită în cadrul recepției calitative, se asigură cu o soluție apoasă 5...6 % de SO<sub>2</sub>. Acest nivel de sulfatare asigură eliminarea din competiție a drojdiilor apiculate, acționează synergic cu scăderea pH-ului asupra bacteriilor lactice și acetice și permite unei cantități mai mici de acetaldehidă să rămână neftransformată în etanol la sfârșitul fermentației alcoolice, ca urmare a combinării cu SO<sub>2</sub> când rezultă acidul aldehydrosulfuros care este un compus stabil. Pe de o parte, se va ține cont de faptul că, în anumite limite, conținutul de acetaldehidă crește proporțional cu cel de SO<sub>2</sub> administrat („Production de etanal en la fermentacion de mostos e les que se adiciona H<sub>2</sub>S”, *La Semana Vitivinicola*, 1767, España, 1980, Autor: Ruiz-Hernandez M.), iar pe de altă parte, se va avea în vedere că mare parte din această cantitate se pierde prin antrenare odată cu dioxidul de carbon degajat în timpul fermentației alcoolice, astfel încât la sfârșitul procesului fermentativ se mai regăsește în mediul alcoolic rezultat doar 40...50 % din cantitatea administrată inițial considerată drept SO<sub>2</sub> total („Action antimicrobienne de l'anhydride sulfureux”, *Bulletin de l'O.I.V.*, 652 – 653 58, 1985, Autor: Beech F. W.).

- Administrarea unei proporții de 5...10 % sămburi întregi din cantitatea totală rezultată la procesarea unei șarje tehnologice, stabilită în funcție de natura fructelor prin microprobe prealabile de laborator, are în vedere faptul că cireșele, vișinile, caisele și piersicile prezintă concentrații apreciabile de amigdalină, un heterozit ce are în compoziția sa azot, care în cursul fermentației alcoolice a acestora se descompune în mediul acid existent în glucoză, benzaldehidă și acid cianhidric. Separarea sămburilor are ca scop prevenirea apariției ulterioare în distilat a unei concentrații de acid cianhidric peste limitele admise de reglementările actuale. Acest acid este un lichid incolor, volatil, cu miros înțepător și intens de migdale amare, fiind însoțit de benzaldehidă ce are mirosul tipic acestor fructe, este foarte toxic deoarece la o concentrație de  $0,3 \times 10^{-3}$  mg/l în aerul expirat este mortal după numai câteva minute. Mecanismul de intoxicare cu acid cianhidric constă în inhibarea enzimei citocromoxidază ce acționează la nivel celular, prin complexarea fierului din celulă aflat în starea de oxidație 3+,  $Fe^{3+}$ , de către ionii cian,  $CN^-$ . Ca urmare a acestui fenomen nedorit, deși celula de drojdie dispune de suficient oxigen dizolvat, lanțul său respirator este stopat astfel încât aceasta nu își mai poate exercita funcțiile metabolice și fermentative în condiții optime.

Numeroși toxicologi incriminează prezența carbamatului de etil în distilatele provenite din fructe sămburoase din care nu au fost separați în prealabil sămburii. În acest caz, pornind de la acidul cianhidric eliberat de amigdalină, se formează acidul izocianic care în prezența alcoolului etilic format în cursul procesului fermentativ conduce la uretan sau carbamat de etil. Rectificarea distilatului din fructe sămburoase întregi diminuează conținutul în carbamat de etil dar, simultan, scade și calitatea senzorială a distilatului respectiv. Distilarea în contracurent, deși rezolvă protejarea calităților senzoriale ale distilatului rezultat, necesită totuși o redistilare fracționată în vederea separării carbamatului de etil, ce implică eforturi financiare nesustenabile.

Administrarea unei proporții reduse de sămburi înainte de declanșarea fermentației alcoolice trebuie privită în contextul eliminării practicilor ilicite ce constau, fie în a sparge sămburii și a-i plasa pe suprafața exterioară a capacului cazanului de fierbere, fie în a adăuga macerate de fructe sămburoase obținute cu sămburi întregi sau sparți în distilatele de calitate senzorială inferioară sau în amestecuri hidroalcoolice obținute cu etanol alimentar rectificat din cereale, cartofi sau melasă, cu scopul fraudulos de a le imprima caracterul senzorial tipic de rachiu natural de fructe sămburoase. Operațiunea de administrare a unei proporții reduse de sămburi

Înregi înainte de declanșarea procesului fermentativ are ca obiectiv îmbunătățirea însușirilor olfactive ale distilatelor rezultate ca urmare a prezenței benzaldehidei, fără a fi afectat nivelul de inocuitate ca urmare a existenței în distilatele respective a unei concentrații în acid cianhidric cu mult sub limitele actuale admise de reglementările internaționale ale FAO și OMS. Pentru cireșe, vișine și piersici proporția de sâmburi întregi utilizată se situează către limita inferioară de 5 %, iar la caise proporția de sâmburi întregi poate ajunge până la limita superioară de 10 %. În alegerea proporției optime, se va ține cont că eficiența separării sâmburilor, mai ales în cazul cireșelor și vișinelor, este asigurată prin folosirea la pasatrice a unor site adecvate cu ochiurile mai mici prin care să nu poată trece sâmburii acestor fructe. La efectuarea microprobelor de laborator, se vor folosi sâmburi proaspeti în proporții crescătoare ce variază de la 5 % până la 10 %. Varianta ce corespunde profilului olfactiv cel mai agreeabil și care la controlul analitic evidențiază o concentrație în acid cianhidric sub limitele actuale admise devine moșta etalon pentru campania respectivă de fructe, acceptându-se o abatere de numai  $\pm 1\%$  a proporției de sâmburi întregi utilizată. Această proporție se stabilește pentru fiecare tip de fructe sâmburoase în parte, prin raportarea la o valoare medie a greutății sâmburilor din fructul respectiv stabilită prin câteva determinări gravimetrice prealabile pe diverse șarje tehnologice.

Pregătirea sucului, a marcului reconstituit și a marcului ca atare de fructe sâmburoase în vederea fermentării se încheie cu o omogenizare corespunzătoare. Începând de la acest stadiu tehnologic și până la obținerea distilatului brut, succesiunea operațiunilor tehnologice este identică pentru toate cele 3 sortimente de semifabricate de fructe sâmburoase menționate.

Etapa tehnologică a fermentației alcoolice a semifabricatelor de fructe sâmburoase sub formă de suc, marc reconstituit sau marc ca atare cuprinde alegerea și utilizarea tulpinilor selecționate de drojdii, alegerea și utilizarea nutrientilor adecvăți, supravegherea și controlul procesului fermentativ, efectuarea celui de - al doilea tratament enzimatic de eliberare a aromelor varietale în faza finală a procesului fermentativ și protecția împotriva oxidării până la distilare.

- Alegerea și utilizarea unor tulpi selecționate de drojdii cu caracteristici fermentative superioare prezintă multiple avantaje. Aceste avantaje se referă la limitarea considerabilă a formării în cursul fermentației alcoolice a unor compuși nedoriți ce pot afecta însușirile olfacto-gustative ale distilatului rezultat cât și starea de sănătate a consumatorului, prin diminuarea semnificativă a concentrațiilor

acestora de 2...3 ori. Dintre acești compuși periculoși pentru starea de sănătate cei mai importanți sunt unii alcooli superiori, urmați de acidul acetic și acetatul de etil alături de alți acizi volatili, dar și de anumiți esteri.

Procesul de formare a alcoolilor superiori, ca produși secundari ai metabolismului drojdiilor, este influențat de concentrația mediului fermentativ în substanțe azotate și de natura acestora, de conținutul în glucide și în vitamine, de specia și tulpina de drojdii selecționate, dar și de condițiile de fermentare:

- Concentrațiile în substanțe azotate și mai ales cele în aminoacizi și săruri de amoniu influențează cel mai intens formarea alcoolilor superiori. S-a stabilit că alcoolii superiori corespunzători unor aminoacizi esențiali cum sunt alcoolul izobutilic și alcoolii amilici se formează în concentrații ridicate când mediul de fermentare conține circa 300 mg/l substanțe azotate („Tratat de oenologie”, volumul 1, Editura Ceres, București, 1985, Autor: Cotea D. V.).
- Concentrația în glucide din mediul fermentativ influențează într-o măsură mai mică formarea alcoolilor superiori. Cercetând mustul de struguri, s-a constatat că proporția de alcoolii superiori crește odată cu cantitatea de zaharuri fermentescibile din mediul fermentativ, iar formarea unei concentrații mai mari de etanol determină formarea unor concentrații sporite de alcoolii superiori („Relation entre la teneur des vins en alcools superieurs et la teneur des mouts en substances azotees en particulier en acides amines”, *Bulletin de l'O.I.V.*, 536, 48, 1975, Autor: Bidan P). În cazul fructelor sămburoase această influență este nesemnificativă, fiind caracterizate prin concentrații mai mici de zaharuri.
- S-a dovedit experimental că absența totală a vitaminelor din mediul fermentativ vegetal determină creșterea considerabilă a concentrației de alcoolii superiori („Biologia și tehnologia drojdiilor”, volumul 1, Editura Tehnică, București, 1989, Autori: Voica C. și al.).
- Influența drojdiilor intervine prin caracteristicile tulpinii folosite la fermentația alcoolică în sensul că de această tulpină depinde atât natura alcoolilor superiori formați cât și raportul cantitativ dintre ei („Traité d'Oenologie, Tome 1 – Microbiologie du vin. Vinifications”, Editions Dunod, Paris, France, 2004, Autori: Ribereau – Gayon P. și al.).
- Condițiile de fermentare influențează prin abundența suspensiilor aflate în mediul fermentativ ce stimulează formarea alcoolilor superiori, starea de agitație a mediului în sensul că într-un mediu neagitat se formează o concentrație mai ridicată

de alcooli superiori decât într-un mediu agitat, dotarea vaselor cu pâlnii de fermentare ce induce scăderea concentrației de alcooli superiori („Traité d’Oenologie, Tome 1 – Microbiologie du vin. Vinifications”, Editions Dunod, Paris, France, 2004, Autori: Ribereau – Gayon P. și al.).

Gradul de toxicitate al alcoolilor superiori crește odată cu concentrația de etanol, cu lungimea catenei moleculare și cu numărul de grupări alcoolice din moleculă. Odată cu creșterea masei lor moleculare, alcoolii superiori devin mai puțin solubili în apă și mult mai solubili în grăsimi, acumulându-se în mod selectiv în creier; întrucât sunt degradați și eliminați mai lent decât alcoolul etilic, acțiunea lor dăunătoare asupra centrilor nervoși este mult mai intensă și de mai lungă durată. Totuși, s-a demonstrat științific că alcoolul izoamilic este considerat cel mai toxic, fiind de 9 ori mai toxic decât alcoolul etilic („Precis de toxicologie”, Paris, France, 1960, Autori: Fabre R. și Truhult R.).

Acizii volatili ce se regăsesc în distilat, la rândul lor, se formează ca produși secundari în cursul fermentației alcoolice sau în urma altor procese fermentative nedorite. Formarea acizilor volatili este influențată de o multitudine de factori cum sunt:

- Compoziția și starea de sănătate a fructelor sămburoase folosite drept materie primă supuse procesului fermentativ. Cele cu concentrații mai mari în zaharuri provenite din recolte avariate determină concentrații mai ridicate în acești acizi decât cele având concentrații mai mici de zaharuri provenite din recolte sănătoase.
- Tulpinile și speciile de drojdie și bacterii existente în mediul fermentativ. Drojdile apiculate produc cantități mai mari din acești acizi decât cele eliptice, iar bacteriile acetice mai mult decât cele lactice.
- Doza de SO<sub>2</sub> administrată înainte de fermentare. Prin creșterea acesteia scade concentrația în acești acizi.
- Doza de drojdie selecționate utilizată, temperatura de fermentare și gradul de aerare al mediului fermentativ.

Experiența practică a demonstrat că fermentarea spontană a mediului în prezența drojdiilor din microflora epifită locală determină formarea unor concentrații mai ridicate de acizi volatili, printre care acidul acetic, precursor al acetatului de etil care generează senzația dezagreabilă de acescență, este preponderent („Tratat de oenologie”, volumul 1, Editura Ceres, București, 1985, Autor: Cotea D. V.).

Există și esteri care sunt mai toxici decât alcoolul etilic ce se pot forma la fermentația alcoolică a unui marc de fructe sămburoase derulată în condiții necorespunzătoare. Fiind mai puțin solubili în apă decât în grăsimi, ei se acumulează progresiv în creier, exercitând o acțiune nocivă a cărei durată depinde de viteza lor de saponificare. Cei mai toxici sunt esterii metilici și formiații („Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles”, Tome 1, Paris, France, 1960, Autor: Lecoq R.).

Având în vedere aspectele toxicologice prezentate anterior, corroborate cu condițiile tehnice din producție și cu obiectivele tehnologice urmărite, se recomandă înlocuirea unei tulpini de drojdii selecționate *Saccharomyces cerevisiae* cu caracteristici fermentative superioare folosită în doză de 20 g/hl prin administrarea decalată a două tulpini de drojdii selecționate de ultimă generație din specia *Saccharomyces cerevisiae* sub formă de suspensii apoase omogene. La debutul fermentației alcoolice se inoculează tulpina FERMOL A3B – cod 001086 – în doză de 5 g/hl; această tulpină având caracter acidifiant va permite reducerea corecției de pH. La un interval de 3...5 zile se inoculează tulpina FCH – cod 606100 – în doză identică de 5 g/hl; această tulpină este dotată cu activitate enzimatică  $\beta$  – glucozidazică, astfel încât eliberează parțial aromele varietate libere din precursorii acestora. Cele două tulpini actionează normal într-un mediu fermentativ cu un pH de 2,9...3 și un conținut în SO<sub>2</sub> total de până la 80 mg/l.

Ambele tulpini se utilizează sub formă de material biologic rehidratabil cu o densitate de celule viabile mai mare de  $2 \times 10^{10}$ /g și un conținut în substanță uscată de  $94 \pm 1\%$ . Își conservă viabilitatea celulară maximă în cursul depozitării timp de 3 ani la o temperatură constantă sub 5 °C și timp de 2 ani la o temperatură constantă sub 10 °C. Caracteristicile microbiologice ale acestor tulpini relevă un nivel nesemnificativ de contaminare cu bacterii lactice situat sub limita admisă de  $10^5$  celule/g, lipsa germenilor poluanți patogeni și a toxinelor acestora, lipsa germenilor coliformi, a streptococilor fecali și a bacterii sulfitoreducreștoare din genul *Clostridium*.

Fiecare din cele două tulpini alese, după stabilirea cantităților necesare, se rehydratează în apă potabilă lipsită de clor și încălzită la maximum 40 °C. Perioada de latență a suspensiei apoase omogene astfel obținute, trebuie să fie de cel puțin 20...30 de minute. Se recomandă un raport volumic de 1:10 între cantitatea de drojdii administrată și volumul suspensiei apoase. Această suspensie ce conține celulele viabile de drojdii aflate într-o fază avansată de multiplicare, se introduce în sucul sau

marcul reconstituit de fructe sămburoase, asigurând o omogenizare optimă a mediului fermentativ cu mediul biologic rehidratat.

Prima tulpina de drojdii utilizată este FERMOL A3B – COD 001086 - ce a fost selecționată pentru capacitatea sa superioară de a sintetiza acizii succinic și malic în cursul procesului fermentativ, astfel încât poate determina o creștere de aciditate cu până la 0,8 g/l exprimată în acid tartric. Se remarcă printr - un demaraj rapid al fermentației alcoolice, un randament zaharuri/alcool ce variază între 17,2 și 17,9 g/l pentru producerea a 1 % volume alcool, o capacitate fermentativă optimă pentru un domeniu larg de temperaturi de la 12 la 32 °C, o capacitate de spumare nesemnificativă și prin lipsa producerii de hidrogen sulfurat. Această tulpină evidențiază atât aromele varietale cât și aromele de fermentare, asigurând sucului sau marcului reconstituit de fructe sămburoase fermentate un plus de prospetime, de fructuozitate, de amplitudine și persistență gustativă.

A doua tulpină de drojdii utilizată este FERMOL CHARDONNAY – COD 606100 – ce a fost selecționată pentru capacitatea sa de a exercita o activitate enzimatică  $\beta$  – glucozidasică semnificativă ce eliberează parțial aromele varietate libere din precursorii acestora în cursul procesului fermentativ, dar și aceea de a elibera manoproteine care asigură un caracter gustativ amplu și armonios ce evidențiază onctuozitate și eleganță. Se evidențiază printr - un randament zaharuri/alcool de numai 16,5 g/l pentru producerea a 1 % volume alcool, posedă o activitate fermentativă regulată pentru un domeniu larg de temperaturi de la 10 la 24 °C, prezintă o capacitate de spumare neglijabilă și se remarcă prin lipsa producerii de acizi volatili. Această tulpină are capacitatea de a dezvolta arome de fermentație intense și complexe asigurând sucului sau marcului reconstituit de fructe sămburoase fermentate o accentuare a caracterului olfactiv varietal dominat de note florale și de fructe.

- Alegerea și utilizarea nutrienților adecvați, la rândul lor, reprezintă operațiuni la fel de importante ca alegerea și administrarea tulpinilor selecționate de drojdii.

Teoriile inovative asupra fiziologiei drojdiilor susțin că cei mai comuni factori de creștere pentru acestea sunt biotina, acidul pantotenic, inozitolul, tiamina, acidul nicotinic și piridoxina („Biologia și tehnologia drojdiilor”, volumul 1, Editura Tehnică, București, 1989, Autori: Voica C. și alții).

Într-o accepțiune mai largă care include toți factorii de asigurare a necesităților nutriționale și de dezvoltare ale celulelor de drojdii, se cuvine a fi evidențiate și

sursele de azot și fosfor care sunt indispensabile, alături de unele elemente minerale cum sunt potasiul, magneziul și calciul. De regulă, la stimularea fermentației alcoolice în procesele industriale se folosesc fosfatul și sulfatul de amoniu.

Date din literatura de specialitate („Cercetări privind evoluția alcoolilor superiori în principalele procese tehnologice fermentative”, Teză de doctorat, Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați, 1987, Autor: Stoicescu Antoneta), relevă că înlocuirea azotului α-aminic cu sulfat de amoniu în mediul fermentativ determină o reducere considerabilă a cantității de alcooli superiori formați de către tulipinile de drojdie selecționate. Toate drojdile sunt capabile să utilizeze sulfatul de amoniu drept sursă de azot rapid asimilabil, în schimb, fosfatul de amoniu poate fi absorbit numai sub formă de radical monovalent,  $H_2PO_4^-$ , deoarece radicalul bivalent,  $HPO_4^{2-}$ , nu este absorbabil. La procedeele în care ajustarea pH-ului se asigură cu acid sulfuric,  $H_2SO_4$ , este oportună utilizarea fosfatului primar de amoniu,  $NH_4H_2PO_4$ , deoarece în urma reacției dintre acești compuși are loc dezlocuirea unui acid mai slab din sărurile sale de către un acid mai tare, produși de reacție fiind acidul fosforic,  $H_3PO_4$ , și sulfatul de amoniu,  $(NH_4)_2SO_4$ .

Dintre elementele minerale potasiul este necesar drojdilor atât pentru creșterea celulară cât și pentru exercitarea capacității fermentative. Când ionii de potasiu,  $K^+$ , sunt absenți din mediul fermentativ, fosforul nu mai poate fi absorbit. În anumite condiții, potasiul poate fi în întregime înlocuit cu ionul amoniu,  $NH_4^+$ . La rândul său, magneziul este un factor necesar deoarece este un activator enzimatic cu importanță decisivă în cinetica derulării procesului fermentativ („Biologia și tehnologia drojdilor”, volumul 1, Editura Tehnică, București, 1989, Autori: Voica C. și al.).

Deoarece fructele sămburoase sunt surse bune de potasiu, magneziu și calciu, se recomandă utilizarea fosfatului primar de amoniu,  $NH_4H_2PO_4$ , drept factor de creștere pentru celulele de drojdie viabile.

Având în vedere aspectele științifice relevante mai înainte și condițiile tehnice impuse de mediul fermentativ asociate cu obiectivele tehnologice urmărite, se recomandă înlocuirea administrării unui nutrient pe bază de săruri de amoniu în doză de 10 g/hl, prin adăugarea unui amestec nutrițional în doză de 10 g/hl alcătuit din 7 g/hl fosfat primar de amoniu și 3 g/hl derivați naturali din pereți cellulari de drojdie autolizate degradați pe cale termoenzimatică bogăți în glutation și peptide odată cu administrarea suspensiei apoase a primei tulpi selecționate de drojdii și a unui

nutrient suplimentar numai pe bază de derivați naturali din pereți celulares de drojdie autolizate degradați pe cale termoenzimatică bogăți în glutation și peptide în doză de 5 g/hl odată cu administrarea suspensiei apoase a celei de-a doua tulpieni selecționate de drojdii.

S-a recurs la această tehnică în scopul asigurării simultane a resurselor nutriționale necesare, dar și a unui mediu antioxidant și care elimină microorganismele nedorite în etapa de debut a procesului fermentației alcoolice.

Fosfatul primar de amoniu se adaugă sub formă de soluție apoasă 30 %. Îndeplinește rolul de factor de creștere pentru celulele viabile de drojdii în cursul fermentației alcoolice a sucului, a marcului reconstituit sau a marcului ca atare provenite din fructe sămburoase. Poate fi substituit cu un nutrient mai complex care pe lângă săruri solubile de amoniu mai conține și vitamina B1, a cărei prezență este indispensabilă în derularea normală a oricărui proces fermentativ.

Derivați naturali din pereți celulares de drojdii autolizate degradați pe cale termoenzimatică bogăți în glutation și peptide se prezintă sub formă de pudră de culoare albă sau bej, inodoră, cu un conținut în cenușă obținut după o incinerare la 550 – 600 °C sub 8 %, un conținut în azot situat între 5 și 75 g/kg și un conținut în manoză de minim 70 % raportat la cantitatea de polizaharide totale, fiind solubilă în apă și insolubilă în acol etilic pur. Acest nutrient este necesar tulpinilor selecționate de drojdii în vederea exercitării în condiții optime a funcțiilor lor metabolice și fermentative. Se administrează în dozele și la stadiile tehnologice precizate mai înainte sub formă de suspensie apoasă omogenă. Această suspensie se prepară prin solubilizarea progresivă a cantității stabilite de produs în apă potabilă lipsită de clor sub permanență omogenizare cu o baghetă curată de lemn. Prezența glutationului alături de alte fracțiuni proteice și substanțe azotate din compoziția derivațiilor naturali din pereți celulares de drojdii autolizate degradați pe cale termoenzimatică împiedică formarea alcoolilor superiori amilici a căror concentrație ridicată ar afecta calitatea senzorială a viitorului distilat (*Evoluția alcoolilor superiori în principalele procese tehnologice fermentative*, Teză de doctorat, Universitatea „Dunărea de Jos” din Galați, 1987, Autor : Stoicescu A.).

- Supravegherea și controlul fermentației alcoolice urmărește asigurarea unei cinetici de fermentare regulată și uniformă, monitorizată prin controlul zilnic al densității și al temperaturii mediului fermentativ.

În scopul asigurării unui regim termic adecvat situat sub 20 °C în cursul procesului fermentativ se recomandă folosirea unor recipienți de capacitate redusă (2000...3000 l) dotați cu pâlnii de fermentare ce contribuie la diminuarea concentrației în alcoolii superiori („Formarea alcoolilor superiori în vinuri în timpul fermentației alcoolice”, *Revista de Industrie alimentară*, 10, 1971, Autor: Simionescu I.). În lipsa acestor recipienți, fermentația alcoolică se poate realiza în recipiente din oțel inoxidabil menționați mai înainte la care se menține ușor o temperatură sub 20 °C datorită dotării tehnice adecvate sau se lasă un gol de fermentare optim ce va permite adăugarea și amestecarea cu material fermentescibil proaspăt cu temperatură coborâtă atunci când se semnalează creșteri excesive ale temperaturii de fermentare aproape de limita critică de 22 °C.

Se recomandă aplicarea zilnică a omogenizării mediului fermentativ la intervale de 5...6 ore de 3 ori/zi, folosind ustensile de lemn sau agitatoare acționate electric, însotită de o examinare senzorială în vederea identificării unor eventuale anomalii fermentative nedorite.

Controlul analitic periodic, la interval de 2...3 zile, urmărește stabilirea exactă a stadiului finalizării metabolizării zaharurilor, care va permite luarea deciziei de trecere rapidă a produsului fermentat sub formă de suc, marc reconstituit sau marc ca atare din fructe sămburoase la distilare sau aplicarea sulfitarii în vederea asigurării protecției antioxidantă pe perioada depozitării temporare până la distilare.

- Aplicarea celui de-al doilea tratament enzimatic are ca scop eliberarea completă a aromele varietale libere din precursorii acestora, având în vedere că o parte din acestea se regăsesc deja în mediul fermentativ datorită acțiunii tulpinii FERMOL CHARDONNAY.

Se recomandă folosirea unui preparat enzimatic pectolitic purificat și concentrat, având codul 709035, cu o activitate  $\beta$ -glucozidasică superioară, care este special destinat acestui scop tehnologic și acționează eficace în orice condiții de pH și de conținut în SO<sub>2</sub> ale mediului fermentat. Se prezintă sub formă de pudră microgranulată, lipsit de activitate cinamilesterazică, este complet solubil în apă, are un pH neutru în soluție apoasă de 1 % și prezintă o densitate aparentă de 0,5 - 0,7 g/ml. Este constituit din activitățile pectinazice principale cum sunt PL, PG și PE și secundare cum este CMC, dar posedă o activitate  $\beta$ -glucozidasică, notată BGDU, de nivel superior. În alți termeni, acest preparat enzimatic dispune la 20 °C, exprimat în unități/gram, de o activitate pectolitică totală de 5900 PU sau 5300 FDU,

din care activitatea PL este 4000, PE este 600, PG este 1300, CMC este 165, iar BGDU > 100. Are și capacitatea de a extrage precursorii de arome variale rămași în fracțiunea solidă, dar mai ales aceea de realiza hidroliza enzimatică a acestor precursori punând în libertate aromele varietale libere sub formă de monoterpenoli volatili.

Doza de preparat enzimatic recomandată este de 5 g/hl produs fermentat sub formă de suc, marc reconstituit sau marc ca atare. Cantitatea stabilită de preparat enzimatic se solubilizează treptat și lent sub agitate continuă cu o baghetă de lemn curată într-un volum de suc fermentat de circa 100 de ori mai mare decât volumul ocupat de cantitatea respectivă de preparat enzimatic plasat într-o găleată curată. Stadiul administrării este faza finală a procesului fermentativ deoarece glucoza existentă în mediul respectiv nu își mai poate exercita rolul inhibitor asupra activității  $\beta$ -glucozidazice a preparatului enzimatic datorită concentrației sale foarte reduse. Durată de acțiune a preparatului enzimatic va fi de 3...4 săptămâni.

- Protecția alcoolului etilic format în urma fermentației alcoolice față de o eventuală intervenție a bacteriilor acetice ca urmare a creșterii potențialului redox al mediului fermentat atunci când nu este pe deplin posibilă evitarea contactului cu oxigenul din aer la vasele în care s-a derulat procesul fermentativ este absolut necesară. Această protecție antioxidantă se asigură prin sulfitare cu  $\text{SO}_2$  lichefiat administrat în doze de 70...100 mg/l. Operațiunea de sulfitare va fi în mod obligatoriu însoțită de omogenizarea întregului volum tratat cu mijloacele disponibile în dotarea tehnică a cramei.

- Etapa tehnologică a distilării, pentru fiecare din cele 3 sortimente de semifabricate fermentate care sunt sucul, marcul reconstituit sau marcul ca atare, cuprinde prima distilare când se obține distilatul brut, aromatizarea naturală a distilatului brut, redistilarea distilatului brut aromatizat cu separare pe fracțiuni sub formă de frunți, mijloc și cozi, amestecarea frunților și cozilor cu fiecare din semifabricatele fermentate menționate înainte de trecerea la distilare, optimizarea profilului senzorial al distilatului de mijloc, valorizarea frunților și cozilor rezultate în urma finalizării procesului de distilare și valorizarea fructelor sămburoase parțial epuizate folosite la aromatizarea naturală a distilatelor brute și a fracțiunilor redistilate de mijloc. Aceste operațiuni se execută în instalațiile de distilare și cu recipienții din otel inoxidabil, pompele și celealte accesori necesare, existente în dotarea tehnică a societății respective, conform procedeelor în sine cunoscute.

21-06-2016

- Condițiile indispensabile în reușita unei procese de distilare la nivel industrial sunt o temperatură cât mai coborâtă a apei de condensare a vaporilor și o dimensionare opimă a serpentinei de răcire cu care este dotat condensatorul instalației.

Cu cât temperatura apei de condensare a vaporilor va fi mai coborâtă, de preferință în intervalul 8...10 °C, cu atât condesarea compușilor odoranți volatili va fi mai intensă.

O dimensionare opimă a serpentinei de răcire implică asigurarea unui diametru cât mai mic raportat la o lungime cât mai mare care să permită un număr cât mai mare de spire, astfel încât durata de staționare a distilatului în instalație să fie cât mai mare cu scopul de a preluci trecerea compușilor odoranți volatili în stare lichidă. În producție nu sunt respectate întotdeauna aceste două condiții esențiale, astfel încât elaborarea unor distilate naturale din fructe sămburoase cu calități senzoriale superioare reprezintă un obiectiv dificil de îndeplinit. De regulă, temperatura apei care determină condensarea vaporilor nu este întotdeauna suficient de scăzută ca să asigure protecția și trecerea compușilor odoranți volatili în distilatul rezultat. Uneori, distilatul obținut părăsește instalația de distilare cu o temperatură de 25...30 °C, față de un regim termic optim de 8...10 °C recomandat de instrucțiunile tehnologice.

- Obținerea distilatului brut, în contextul exigențelor precizate mai înainte, devine o operațiune decisivă de care va depinde calitatea senzorială a distilatului de mijloc final. Atunci când distilarea semifabricatului fermentat din fructe sămburoase sub formă de suc, marc reconstituie și marc ca atare se execută în instalații cu blaze sau alte tipuri de instalații disponibile, este obligatoriu ca distilatul rezultat să își îmbunătățească calitățile senzoriale și sanogenetice prin redistilare cu separare de frunți, mijloc și cozi. Pot face excepție de la această procedură distilatele obținute din fructe sămburoase puternic depreciate calitativ ce au fost fermentate ca marcuri și care se folosesc, fie la prepararea rachiurilor din fructe amestec, fie la obținerea de rachiuri obișnuite, pe baza deciziei luată în urma unui examen senzorial riguros corroborat cu un control fizico-chimic adecvat.

- Aromatizarea naturală a distilatului brut constă în macerarea timp de 2...3 zile a unei proporții de 10 % fructe sămburoase întregi cu aromă puternică specifică fructului sămburos de proveniență, raportat la volumul acestui distilat. Se recomandă o atenție sporită la alegerea fructelor destinate acestui scop tehnologic, printr-o examinare senzorială reguroasă la nivel vizual, olfactiv și gustativ. Această macerare asigură extractia substanțelor odorante și colorante și în mai mică măsură a

zaharurilor, acizilor organici și a altor compuși. Realizarea acestei operațiuni în practica industrială constă în aplicarea unei tehnici inovative ce cuprinde alegerea unui recipient din oțel inoxidabil, introducere în incinta recipientului a fructelor sămburoase ce vor fi supuse macerării și introducerea distilatului brut. Fructele sămburoase întregi supuse macerării se vor așeza în săculeți de plasă de rafie și vor fi distribuiți în incinta recipientului astfel încât să acopere întregul volum al acestuia, având drept efect benefic creșterea suprafeței de contact dintre fracțiunea lichidă reprezentată de distilatul brut și fracțiunea solidă reprezentată de fructele sămburoase întregi. În urma operațiunii de macerare rezultă distilatul brut aromatizat.

- Redistilarea distilatului brut aromatizat asigură separarea pe fracțiuni de distilare sub formă de mijloc, frunți și cozi. Stadiile de separare a fracțiunilor de distilat se stabilesc de către operatorul care monitorizează procesul de redistilare, pe baza monitorizării regimului termic de distilare, a mărimii volumelor de distilat colectate, dar și prin degustări repetitive ale distilatelor pe măsura colectării acestora.
- Colectarea și amestecarea frunților și cozilor rezultate la prima distilare a fiecărui semifabricat fermentat menționat mai înainte exercită un rol tehnologic semnificativ. Frunțile și cozile rezultate după redistilarea primelor șarje de distilat brut se amestecă imediat cu fiecare din semifabricatele fermentate menționate cu scopul de a le proteja mai eficace împotriva oxidării ca urmare a creșterii concentrației alcoolice a acestora, astfel încât se evită creșterea acidității volatile. Șarjele următoare de frunți și cozi se pot amesteca cu distilatele brute înainte de redistilarea acestora.
- Colectarea și optimizarea profilului senzorial al distilatului de mijloc se realizează într-un vas din oțel inoxidabil. Alegerea recipientului din oțel inoxidabil presupune mai întâi un control riguros al stării de igienă, atât a suprafețelor interioare, cât și a celor exterioare în scopul confirmării lipsei petelor de rugină, de unsoare sau de alte impurități, dar și verificarea accesoriilor din dotarea acestuia cum sunt grila de nivel, robineții, trapa de evacuare a sedimentului, gura de alimentare și sistemele de omogenizare cum ar fi un agitator mecanic acționat electric. Atunci când nu dispune de un agitator electric, se va asigura un sistem de omogenizare prin remontaj cu o pompă adecvată și un circuit închis de vehiculare a lichidului din recipientul igienizat în prealabil. Prin accesoriile și dotările sale, acest recipient trebuie să asigure desfășurarea în condiții optime a operațiunilor cuprinse în etapa de maturare a distilatului de mijloc.

Rezultat în urma redistilării distilatului brut, distilatul de mijloc se supune examinării senzoriale comparative. În cazul în care însușirile sale olfacto-gustative nu sunt suficient de intense în privința tipicității specifice fructului sămburos de proveniență se aplică operațiunea de imbunătățire a acestor însușiri senzoriale. Această operațiune constă în administrarea unei proporții de 1...2 % în volum față de volumul de distilat de mijloc din vasul respectiv a unui extract alcoolic rezultat prin macerarea timp de 2 zile a unei cantități determinate de fructe întregi cu aromă puternică într-o soluție hidroalcoolică de 40 % volume obținută din alcool alimentar rectificat din cereale sau din fructe sămburoase în raport volumic de 1 : 2,5 între fracțiunea solidă reprezentată de cantitatea de fructe întregi și fracțiunea lichidă reprezentată de soluția hidroalcoolică.

Nu se recomandă a se utiliza distilat de mijloc în loc de alcool etilic alimentar rectificat la prepararea soluției hidroalcoolice necesară obținerii extractului alcoolic pentru aromatizare. În urma experimentelor comparative efectuate în acest scop, s-a constatat că extractul alcoolic obținut cu alcool etilic alimentar rectificat prezintă calități senzoriale superioare față de cel obținut cu distilat de mijloc. Diferența senzorială constatată se explică prin faptul că mediul hidroalcoolic realizat cu alcool etilic alimentar rectificat ce conține în principal numai etanol și apă asigură transmiterea în distilatul de mijloc a unei arome mai intensă și mai pură datorită prezenței în compoziția sa a unor concentrații nesemnificative foarte reduse a altor categorii de compuși volatili. În schimb, mediul hidroalcoolic ce utilizează distilat de mijloc pentru extracție care prin compoziția sa posedă o multitudine de compuși a căror concentrații rămân ridicate chiar și după diluarea cu apă, atenuează într-o anumită măsură, transmiterea substanțelor odorante din fructele sămburoase macerate în distilatul de mijloc respectiv.

- Valorizarea frunților și cozilor rezultate de la ultima șarjă de redistilare este importantă. Frunțile se folosesc la prepararea unor sortimente de alcool medicinal aromatizat. Cozile pot fi valorizate prin cupajare cu soluția alcoolică provenită de la fermentarea apelor rezultate de la spălarea tescovinei și a ciorchinilor când se obține o soluție alcoolică din care prin distilare dă naștere la un produs alcoolic ce poate fi folosit la prepararea alcoolului de uz tehnic, conform unor procedee în sine cunoscute.

- Valorizarea fructelor sămburoase parțial epuizate folosite la aromatizarea naturală a distilatelor brute și a fracțiunilor redistilate de mijloc merită o atenție deosebită

deoarece sunt îmbibate cu alcool, conțin concentrații apreciabile de zaharuri și acizi organici, iar pulpa nu este infestată cu niciun fel de microorganisme. Succesiunea de operațiuni cuprinde colectarea acestora, separarea sâmburilor la trecerea prin pasatrice, diluarea cu apă a pulpei rezultate în raport volumic de 1:3 între partea solidă și cea lichidă, omogenizarea pulpei diluate, fermentația pulpei omogene în scopul epuizării zaharurilor, distilarea pulpei omogene complet fermentată și colectarea disilitului brut rezultat. Acest distilat se poate amesteca fie cu fiecare din semifabricatele fermentate menționate mai înainte cu scopul de a le proteja mai eficace împotriva oxidării ca urmare a creșterii concentrației alcoolice a acestora, fie cu șarjele următoare de frunți și cozi care se amesteca, la rândul lor, cu distilatele brute înainte de redistilarea acestora.

Maturarea accelerată a distilatului de mijloc optimizat senzorial este o etapă tehnologică distinctă. Consta în aplicarea unui tratament cu aşchii de stejar cu talie mică și supuse în prealabil unui tratament termic intens denumit și prăjire puternică. Așchiile de stejar utilizate sunt de talie mică cu lungimi de 5...10 mm, lățimi de 2...5 mm și grosimi de 1...3 mm, prezintă o umiditate între 2 și 4 % și o densitate cuprinsă între 270 și 300 kg/m<sup>3</sup>, nu prezintă urme de carbonizare și nu sunt friabile la atingere.

Se recomandă doza maximă de 4 g/l. Durata de contact a aşchiilor cu distilatul de mijloc se poate prelungi până la 4 săptămâni, astfel încât să se extragă o cantitate suficientă de compuși cu rol senzorial agreabil din aşchiile de stejar care să imprime caracterul specific de maturat distilatului supus tratamentului.

În vederea asigurării unui contact cât mai intim între aşchiile de stejar și distilatul de mijloc, cantitatea stabilită de aşchii de stejar se repartizează în sâculeți adecvați și se imersează uniform în recipientul de maturare din oțel inoxidabil. În plus, se aplică omogenizări efectuate la interval de 2 zile pe o durată de cel puțin 30 de minute, astfel încât să se asigure parcurgerea cel puțin o dată a circuitului închis de omogenizare de către întregul volum de distilat din recipientul respectiv.

Fiecare omogenizare este însoțită și de o degustare comparativă a distilatului tratat cu o variantă martor nefratată pregătită în prealabil. În urma maturării accelerate, distilatul de mijloc capătă nuanțe olfactive discrete de cafea și de torefiat și nuanțe gustative de vanilie și caramel, care însoțesc notele agreabile de fructe și flori.

Urmează controlul senzorial și fizico – chimic final al disilitului de mijloc maturat înainte de valorificarea acestuia

### Revendicări

1. Procedeu de elaborare a distilatelor naturale din fructe sămburoase, caracterizat prin aceea că, este alcătuit din etape și operațiuni ce cuprind stabilirea punctelor de colectare a fructelor, transportul la procesare, recepția cantitativă și calitativă, spălarea concomitent cu tratarea lor cu o soluție apoasă de produs bicomponent pe bază de metabisulfit de potasiu și acid ascorbic în doză de 10 g/hl ce le asigură simultan protecția antioxidantă și antimicrobiană, procesarea în vederea obținerii marcului și a detașării și separării sămburilor, tratament enzimatic cu 4...5 g preparat enzimatic pectolitic/hl marc în scopul extractiei precursorilor de arume varietale și arume varietale libere, a creșterii randamentului în suc extras și a facilitării separării sucului, cu o durată de acțiune de 8...10 ore, separarea sucului de boștină din marcul enzimat prin scurgere statică și dinamică, reconstituirea marcului inițial prin adaosul peste boștina rezultată a unui volum de soluție apoasă de zaharoză echivalentă ca volum, concentrație în zaharuri, aciditate titrabilă și conținut în azot asimilabil cu sucul separat, pregătirea sucului și a marcului reconstituit în vederea fermentării prin corecția pH-ului cu soluție apoasă 5 % de acizi organici cum sunt acizii tartric, malic și citric până la valori de pH de 2,9...3, corecția concentrației în SO<sub>2</sub> total până la 60...80 mg/l, adaosul unei proporții de 5...10 % sămburi din cantitatea totală rezultată, însămânțarea identică dar separată a sucului și marcului reconstituit cu aceleași suspensii apoase omogene de drojdie selecționate comerciale din specia *Saccharomyces cerevisiae* în doze de câte 5 g/hl, administrate la interval de 3...5 zile, dintre care prima are un caracter puternic acidifiant, iar cea de-a doua este dotată cu activitate enzimatică β – glucozidazică ce eliberează arumele varietate libere din precursorii acestora, adăugarea unui amestec nutrițional în doză de 10 g/hl alcătuit din 7 g/hl fosfat primar de amoniu și 3 g/hl derivați naturali din pereți celulares de drojdii autolizate degradăți pe cale termoenzimatică bogăți în glutation și peptide odată cu suspensia apoasă a primei tulpi și a unui nutrient suplimentar din aceeași derivați naturali în doză de 5 g/hl odată cu suspensia apoasă a celei de-a doua tulpi, monitorizarea zilnică a proceselor fermentative în vederea evitării depășirii limitei termice critice de 20°C, verificarea finalizării procesului fermentativ prin examen senzorial și control analitic al densității și concentrației alcoolice, asigurarea protecției antioxidantă a sucului și a marcului reconstituit complet fermentate prin sulfitare cu 70...100 mg/l SO<sub>2</sub> funcție de pH și durata depozitării temporare până la distilare, tratament enzimatic aplicat atât sucului cât și marcului reconstituit complet

fermentate cu o durată de acțiune de 3...4 săptămâni folosind un preparat cu activitate  $\beta$  – glucozidazică în doză de 5 g/hl ce eliberează aromele varietate libere din precursorii acestora, distilarea produselor fermentate îmbogățite în arome naturale libere cu obținerea distilatelor brute, macerarea timp de 2...3 zile în distilatele brute a unei proporții de 10 % fructe sămburoase cu aromă puternică raportat la volumul acestor distilate, redistilarea distilatelor brute aromatizate din fructe sămburoase cu separare de frunți, mijloc și cozi, amestecarea frunților și cozilor cu o nouă șarjă tehnologică din sucul și/sau marcul complet fermentate sau cu o nouă șarjă de distilate brute aromatizate, examinarea senzorială a distilatelor de mijloc rezultate, îmbunătățirea profilului olfactiv al distilatelor de mijloc prin administrarea unui proporție de 1...2 % extract alcoolic raportat la volumul total al distilatului tratat, ce a fost obținut prin macerare timp de 2 zile a unor fructe întregi cu aromă puternică într-o soluție hidroalcoolică de 40 % volume de alcool alimentar rectificat din cereale sau din fructe sămburoase în raport volumic de 1:2,5, valorizarea fructelor sămburoase parțial epuizate folosite la aromatizarea naturală a distilatelor brute și a fracțiunilor redistilate de mijloc, maturarea accelerată a distilatelor de mijloc aromatizate prin tratament cu așchii de stejar cu talie mică și prăjire puternică în doză de 4 g/l care acționează pe o perioadă de contact de până la 4 săptămâni cu omogenizări efectuate la interval de 2 zile pe o durată de cel puțin 30 minute, controlul senzorial și fizico – chimic final al disilitului de mijloc maturat înainte de valorificarea acestuia.

2. Procedeul de elaborare a distilatelor naturale din fructe sămburoase, conform revendicării 1, caracterizat prin aceea că, permite folosirea tuturor fructelor sămburoase improprii consumului în stare proaspătă și în alte ramuri ale industriei alimentare, necesită o proporție de numai 10 % fructe întregi de calitate superioară, în scopul obținerii unor distilate naturale din fructe sămburoase cu personalitate senzorială distinctă și nivel ridicat de inocuitate.

3. Procedeul de elaborare a distilatelor naturale din fructe sămburoase, conform revendicării 1, de diferențiază semnificativ de celelalte procedee brevetate prin aceea că asigură spălarea fructelor simultan cu protecția antioxidantă și antimicrobiană a acestora prin tratament cu metabisulfit de potasiu și acid ascorbic, extracția precursorilor de arume varietale și a aromelor varietale libere, a creșterii randamentului în suc extras și a facilitării separării sucului prin tratament enzimatic, derularea fermentației alcoolice prin inocularea decalată cu două drojdii selecționate

- 2 0 1 6 - - 0 0 4 4 7 -  
2 1 - 06 - 2016 80

comerciale din specia *Saccharomyces cerevisiae* având caracter puternic acidifiant și respectiv activitate enzimatică  $\beta$  – glucozidazică ce eliberează aromele varietate libere din precursorii acestora și maturarea accelerată a distilatelor de mijloc aromatizate prin tratament cu așchii de stejar cu talie mică și prăjire puternică.