

Invenția se referă la industria produselor alcoolice, în special la fabricarea produselor alcoolice învechite, și anume la procedee de oxigenare a distilatelor în procesul maturării acestora în vase ermetice mari.

Este cunoscut procedeul de învechire a distilatelor, care prevede plasarea lor în butoaie de stejar și păstrarea îndelungată în contact cu suprafața stratului de lemn și a oxigenului aerului, care pătrunde natural în butoaie prin vrană neermetică, prin porii lemnului etc. [1].

Procedeul permite fabricarea băuturilor tari de calitate excepțională, însă este foarte îndelungat și costisitor, necesită cheltuieli capitale mari (datorită costului butoaielor de stejar cu termenul activ de exploatare de 6-9 ani) și este însoțit de pierderi sporite ale produsului.

Mai mult ca atât, procedeul nu permite folosirea rațională a lemnului de stejar, deoarece acesta este implicat în procesele de extracție și transformări complexe doar numai în straturile aferente părții interioare a doagelor, care reprezintă mai puțin de 1/2 din suprafața lor totală, precum nu permite nici optimizarea proceselor fizico-chimice, care determină atât calitatea, cât și termenii de învechire a distilatelor.

Este cunoscut, de asemenea, procedeul de învechire a distilatelor, care prevede colectarea lemnului de stejar, fasonarea lui cu pregătirea doagelor, păstrarea îndelungată a doagelor, tratarea și plasarea doagelor în rezervoare ermetice, contactarea îndelungată a distilatelor cu straturile lemnului de stejar de la suprafața exterioară a doagelor în prezența oxigenului, special introdus pentru asigurarea desfășurării proceselor fizico-chimice, preponderent oxidative [2].

Procedeul cunoscut, folosit larg la fabricarea unor produse de calitate satisfăcătoare, permite diminuarea semnificativă a prețului de cost al produsului finit datorită micșorării atât a cheltuielilor capitale, cât și a pierderilor de producere.

Mai mult ca atât, procedeul permite folosirea mai rațională a rezervelor tehnologice ale lemnului de stejar datorită implicării în procesele de extracție și transformări complexe a straturilor aferente a tuturor părților doagelor, precum și posibilitatea modelării și optimizării proceselor de învechire prin regularea temperaturii, concentrației de substanțe extractibile, concentrației oxigenului, regimurilor termodinamice etc.

Un element determinant la efectuarea procedurii cunoscut, care prin definiție este un procedeu oxidativ (cu consumul de oxigen în primii ani de învechire a câte 120-160 mg/dm<sup>3</sup> pe an și în următorii cinci ani a nu mai puțin de 60-100 mg/dm<sup>3</sup> pe an), este oxigenarea distilatelor în procesul învechirii lor în prezența lemnului de stejar, mai ales oxigenarea distilatelor, plasate în vase mari (5-10 mii dal și mai mult).

Ca procedeu, oxigenarea distilatelor în procesul învechirii lor presupune introducerea și solubilizarea în ele a oxigenului gazos, consumat de substanțele (preponderent fenolice) din distilate, la efectuarea transformărilor oxidative.

Luând în considerare viteza mică de solubilizare (care depinde primordial de suprafața de contact și presiune) și concentrația mică de solubilitate (care depinde primordial de temperatură), au fost propuse și utilizate diferite scheme și procedee de oxigenare a distilatelor la maturarea lor.

Așadar, este cunoscut procedeul de oxigenare a distilatelor prin introducerea oxigenului gazos sub presiune direct în camera liberă (de gaz) a rezervoarelor deasupra distilatelor [3].

Procedeul nu are răspândire mare datorită necesității respectării presiunii în rezervoare, distribuirii neuniforme în volum și vitezei mici de solubilizare (practic difuzională) a oxigenului în distilate.

Un alt procedeu de oxigenare presupune dispersarea fină a oxigenului gazos în volumul distilatelor prin intermediul unor dispersatoare poroase (din titan, din ceramică), plasate în partea de jos a acestora [4].

Aceste dispersatoare sunt ieftine, destul de răspândite în practică, dat fiind faptul că introducerea oxigenului este comasată cu omogenizarea parțială a conținutului, datorită contopirii unei părți considerabile de bule de oxigen cu dimensiuni mari, care se rup de pe suprafața dispersoarelor și în mișcarea lor verticală antrenează distilatele.

În același timp, chiar în cazul amestecării suplimentare a distilatelor în procesul oxigenării, durata acestuia rămâne destul de mare și sunt semnalizate pierderi mari de oxigen. Mai mult ca atât, procedeul necesită dotarea tuturor vaselor de învechire cu dispersatoare și comunicații de oxigen, iar precizia dozării oxigenului este problematică.

În calitate de cea mai apropiată soluție poate servi procedeul de oxigenare a distilatelor care, include dispersarea fină, sub presiune, a oxigenului gazos până la o concentrație de 50-65 mg/L, de 4-6 ori pe an, prin intermediul unui dispersor staționar din titan, cu pori mici, oxigenul fiind introdus în fluxul distilatului, recirculat prin pompare cu o viteză de 20 m<sup>3</sup>/oră [5].

Procedeul permite introducerea unor cantități considerabile de oxigen în distilate, însă rămâne destul de îndelungat, nu favorizează crearea condițiilor optimale la învechire și este însoțit de pierderi semnificative. Oxigenul gazos, introdus prin dispersor, formează, de porii acestuia, șuvițe de bule destul de înguste (chiar microscopice), care au tendința de contopire, ce începe direct pe suprafața dispersorului. Mișcarea laminară a fluxului de distilat și oxigen gazos, și chiar turbulizarea moderată a acestuia la pompare simplă, nu influențează esențial procesul de contopire, iar în unele cazuri – chiar îl accelerează.

La contopirea bulelor cu formarea spumei (bulelor grosiere) scade substanțial suprafața de contact dintre oxigenul gazos și distilat și proporțional acesteia – viteza de solubilizare a oxigenului în distilat. Mai mult ca atât, bulele contopite, nimerind în vasele cu distilat, flotează repede la suprafața acestuia, unde se distrug, iar oxigenul care se conține în ele practic se pierde.

Problema pe care o rezolvă procedeul propus este diminuarea termenilor de oxigenare și pierderilor (de distilat, de oxigen), precum și crearea condițiilor optimale de învechire a distilatelor în vase ermetice mari.

Problema este rezolvată prin aceea că procedeul de oxigenare a distilatelor în procesul maturării lor în vase ermetice mari în prezența doagelor de stejar, aranjate în stive, prevede introducerea și dispersarea unor cantități predeterminate de oxigen gazos într-un flux recirculant de distilat, totodată este supusă recirculației numai o parte din volumul distilatelor și este introdus oxigen gazos în cantități care depășesc concentrațiile de saturație din acestea.

Conform invenției propuse, procedeul de oxigenare a distilatului alcoolic la maturarea acestuia într-un rezervor în prezența doagelor de stejar, include administrarea, prin omogenizare hidrodinamică, a oxigenului gazos în fluxul recirculant a unei părți de distilat, până la obținerea unei emulsii opalescente, care se întoarce în rezervor sub doagele de stejar. Totodată oxigenul se administrează în cantitate de 50-100 mg/dm<sup>3</sup>, iar fluxul recirculant de distilat constituie 20-50% din volumul total al acestuia.

Rezultatul tehnic al invenției constă în diminuarea termenilor de oxigenare, a pierderilor (de distilat, de oxigen), precum și crearea condițiilor optime de învechire a distilatelor în vasele ermetice mari.

Rezultatul se datorează faptului că:

- recirculației este supusă numai o parte din volumul distilatului, în care se introduce oxigen gazos în cantități predeterminate pentru totalitatea volumului distilatului din vas, fapt ce diminuează atât timpul, necesar pentru oxigenare, cât și pierderile distilatului în procesul recirculării acestuia;
- oxigenul gazos este introdus în cantități mai mari decât concentrațiile de saturație deplină a distilatului, fapt ce permite nu numai introducerea cantității predeterminate pentru volumul total al distilatului, dar și formarea emulsiilor cu conținut sporit în oxigen;
- amestecul de distilat și oxigen gazos este supus unei omogenizări hidrodinamice până la obținerea unor emulsii opalescente;
- emulsiile opalescente cu conținut sporit de oxigen sunt distribuite în partea de jos a vaselor sub stivele cu doage de stejar. Oxigenul introdus în distilat sub formă de emulsie (amestec de distilat și microbule cvasistabile), se dizolvă destul de lent (necătând la micile dimensiuni și suprafețele mari de interacțiune) în distilat, până la concentrația de saturație.

Opalescența emulsiei caracterizează gradul de dispersie a bulelor de oxigen în distilat la nivelul mărimii (diametrului) de 10<sup>-5</sup>-10<sup>-7</sup> m (nivelul, care asigură cvasistabilitatea emulsiei distilat-oxigen gazos în decurs de câteva zeci de minute, destule pentru omogenizarea satisfăcătoare a acesteia în volumul distilatelor din vase).

Mai mult ca atât, intensitatea opalescenței caracterizează concentrația bulelor (oxigenului gazos) în fluxul emulsiei.

Începând cu concentrația oxigenului în emulsia obținută de 15-25 mg/dm<sup>3</sup>, intensitatea acesteia poate fi apreciată ca "ceață slabă". La ridicarea concentrațiilor oxigenului în fluxul emulsiei până la 100-120 mg/dm<sup>3</sup> (și mai mult) ceața se intensifică și devine practic alb-netransparentă și poate fi caracterizată ca "lapte".

Microbulele cu oxigenul gazos (nu numai cele în cantități de exes) din volumul distilatului, au tendința de a se contopi (de a se uni) și își pierd stabilitatea după câteva zeci de minute. Bulele contopite sau în proces de contopire, pot ieși (flota) la suprafața distilatului fără să se dizolve complet, însă stratul de stive cu doage de stejar, sub care este distribuită emulsia, permite bulelor (care nu s-au dizolvat în distilat), să se adsoarbă pe suprafața lemnului doagelor.

Bulele adsorbite devin mai stabile (nu flotează) și treptat continuă dizolvarea în distilat (până la atingerea concentrației de saturație).

Solubilizarea lentă a bulelor de oxigen, adsorbite pe suprafața lemnului de stejar, păstrează direct lângă aceasta, concentrații maxim posibile de oxigen (concentrația de saturație), asigurând activitatea intensă a "zonei reactive" la generarea și efectuarea reacțiilor oxidative caracteristice și determinante învechirii distilatelor.

Oxigenul gazos este introdus în fluxul distilatelor, care reprezintă 20-50% din volumul distilatului, în cantitate de 50-100 mg/dm<sup>3</sup> (3,5-7,0 % vol.), determinată empiric din considerente atât fizico-chimice (stabilitatea emulsiei), cât și tehnice (posibilitățile instalațiilor).

Procedeul propus poate fi efectuat cu folosirea comunicațiilor, aparatului special (omogenizatoare) sau standard (sisteme de pompare cu modificări și/sau modernizări neesențiale) și vase ermetice.

Procedeul propus se efectuează în modul următor și poate fi implementat cu ajutorul unei instalații, prezentate în desenul anexat, care este alcătuită din aparatul utilizat în industria vinicolă și reprezintă un sistem în care sunt cuplate consecutiv elementele:

- vas 1 ermetic mare, în care sunt instalate stive 2 cu doage de stejar;
- dispozitiv 3 de măsurare a fluxului de distilat în recirculare;
- sursă 4 de oxigen gazos;
- dispozitiv 5 (rotamtru) de măsurare a debitului de oxigen;
- dispozitiv 6 de introducere a oxigenului gazos în fluxul distilatului;
- dispozitiv 7 de omogenizare hidrodinamică, inclusiv de pompare a distilatelor cu asigurarea recirculației fluxului distilatului;
- dispozitiv 8 de separare a spumei (bulelor grosiere) cu reîntoarcerea acesteia la omogenizarea hidrodinamică repetată;
- dispozitiv 9 de control (visual) al calității emulsiei;
- robinete: R1 - de reglare a debitului fluxului de distilat, R2 - de reglare a presiunii distilatului la omogenizare, R3 - de reglare a fluxului de oxigen gazos și R4 - de reglare a fluxului de spumă din separator la omogenizarea repetată.

Vasele ermetice mari, utilizate pentru învechirea distilatelor în prezența stivelor cu doage de stejar, sunt dotate prealabil cu sistem de comunicații, care permite, la pompare, recirculația conținutului acestora cu ieșirea fluxului distilatului dintr-o parte laterală a vaselor și cu întoarcerea (distribuirea) fluxului distilatului în partea de jos la mijlocul vaselor (sub stivele doagelor de stejar).

Omogenizarea hidrodinamică, suficientă pentru emulsionarea calitativă a amestecului de distilat și oxigen gazos, precum și recirculația distilatelor, poate fi efectuată cu ajutorul omogenizatoarelor, instalațiilor standard de flotare sau chiar cu ajutorul pompelor centrifugale de turajii mari.

În calitate de element de măsurare a cantității de oxigen poate fi utilizat un rotamtru, iar oxigenul gazos poate fi introdus în fluxul distilatului prin intermediul unui dispersor poros.

În același timp, pentru asigurarea dispersării calitative a oxigenului gazos în distilat cu obținerea unei emulsii cvasistabile, care este caracterizată vizual ca emulsie opalescentă, din fluxul distilatului, spuma (bulele grosiere) este separată și reîntoarsă la dispersare repetată.

Separatorul de spumă (bule grosiere) din fluxul emulsionat (executat, de exemplu, sub formă de un ciclon cilindric cu intrarea fluxului tangențial în partea de jos și ieșirea acestuia din partea opusă intrării), are unită camera de gaz (spumă) cu comunicația de intrare a oxigenului în fluxul distilatului.

Stabilirea și menținerea regimurilor procesului este efectuată manual, reglând prin intermediul robinetelor R1 și R2 viteza de recirculație a distilatului și presiunea acestuia, cu robinetul R3 - cantitatea de oxigen introdus (după rotamtru etc.), iar cu robinetul R4 - fluxul de spumă (bule grosiere), reîntoarse din camera de gaz a separatorului la dispersare repetată.

Controlul procesului de oxigenare este efectuat, de regulă, vizual prin sectorul transparent al dispozitivului 9, asigurând menținerea emulsiei (înainte de introducerea acesteia în vas) în stare "opalescentă",

Procesul de oxigenare și, mai general, procesul de învechire a distilatelor, este supus monitorizării și controlului tehnologic prin determinarea periodică a concentrației oxigenului în distilatele din vasele cu doage de stejar.

Concentrația oxigenului și viteza de consum al acestuia stau la baza stabilirii cantității de oxigen necesare și periodicității introducerii acestuia în distilate.

#### *Exemple de realizare a invenției.*

##### *Exemplul 1*

Oxigenarea a 4320 dal de distilat, aflat la învechire într-o cisternă emailată cu volumul nominal de 5000 dal, în care au fost instalate două stive din doage de stejar în cantitate de 4300 kg, a fost efectuată cu utilizarea instalației prezentate în desen, care a avut, în calitate de dispozitiv de omogenizare hidrodinamică, inclusiv de pompare a distilatelor, o pompă centrifugă de presiune și de turajii mari (respectiv 7 bari și 2800 rotații pe minut).

Prealabil a fost calculată cantitatea de oxigen necesară pentru oxigenarea distilatului din cisternă cu conținutul inițial de oxigen de 12 mg/dm<sup>3</sup> până la concentrația de saturație de 34 mg/dm<sup>3</sup> (date din literatură), care pentru volumul de 4320 dal constituie 950 g sau 665 dm<sup>3</sup>.

După începutul recirculației distilatului cu productivitatea pompei de 20 m<sup>3</sup> pe oră, treptat a fost deschis balonul de oxigen, reglând prin rotamtru fluxul de gaz până la viteza de 10 dm<sup>3</sup> pe min.

Pentru formarea emulsiei opalescente, controlate prin sectorul transparent al comunicației, productivitatea recirculației a fost diminuată până la 10 m<sup>3</sup> pe oră prin întoarcerea spumei (bulelor grosiere) și parțial a emulsiei, din partea de sus a separatorului de gaz, în fluxul distilatului înainte de pompă, și prin reglarea robinetului la intrarea distilatului în pompă.

Emulsia opalescentă a fost distribuită sub ambele stive cu doage de stejar.

Oxigenarea a fost efectuată în decurs de aproximativ 65 min de lucru a instalației (inclusiv durata, utilizată pentru reglarea regimului spre obținerea emulsiei opalescente la ieșire), cu introducerea în fluxul distilatului a cantității de oxigen calculate (950 g sau 665 dm<sup>3</sup>).

Determinarea concentrației de oxigen în cisterna cu distilat (la învechire) oxigenat, a fost efectuată peste o oră de la sfârșitul procesului.

În calitate de control a fost utilizat procesul de oxigenare cunoscut, efectuat cu aceeași instalație, cu introducerea pe aceeași durată (aproximativ 65 min) a oxigenului gazos (950 g sau 665 dm<sup>3</sup>) prin dispersatorul poros cu aceeași viteză (10 dm<sup>3</sup> pe min) și cu recirculația distilatului la debitul maximal a pompei (20 m<sup>3</sup> pe oră), fără controlul și regularea calității amestecului de oxigen și distilat la ieșire din instalație, adică fără regularea debitului fluxului, inclusiv fără separarea și reîntoarcerea spumei (bulelor grosiere) și parțial a distilatului din partea de sus a separatorului la intrarea în pompă.

Rezultatele sunt prezentate în tabelul 1.

Tabelul 1

Indicii tehnologici	Unitățile de măsură	Procedeu cunoscut	Procedeu propus
Volumul distilatelor la învechire din vasele ermetice	dal	4360	4320
Concentrația inițială a oxigenului în distilate	mg/dm <sup>3</sup>	13	12
Concentrația de saturație a oxigenului în distilate	mg/dm <sup>3</sup>	34	34
Cantitatea predeterminată și introdusă de oxigen	g/dm <sup>3</sup>	950/665	950/665
Productivitatea pompei de recirculație-omogenizare	m <sup>3</sup> /oră	20	10

Durata procesului de oxigenare (recirculare)	min	65	65
Volumul distilatului recirculat	dal/%	2100/48	1050/24
Concentrația oxigenului introdus în fluxul recirculant	mg/dm <sup>3</sup>	45,2	90,5
Concentrația oxigenului în totalitatea distilatului (după 60 min de la sfârșitul procesului)	mg/dm <sup>3</sup>	24	32

Rezultatele confirmă obținerea efectelor tehnologice preconizate, și anume diminuarea termenilor de oxigenare, și evident a pierderilor de divin (recircularea unui volum mai mic de distilat) și oxigen (necesitatea unei cantități mai mici de oxigen pentru atingerea concentrațiilor necesare).

Concentrația sporită de oxigen în distilate creează condiții mai optime pentru procesele de învechire ale acestora.

#### Exemplul 2

Oxigenarea a 8250 dal de distilat, aflat la învechire în vas cilindric vertical cu volumul nominal de 10000 dal, în care au fost instalate trei stive cu doage de stejar în cantitate de 8500 kg, a fost efectuată cu utilizarea instalației prezentate în desen, care a avut, în calitate de dispozitiv de omogenizare hidrodinamică, inclusiv de pompare a distilatelor, omogenizatorul unei instalații de flotare cu productivitatea de 15 m<sup>3</sup> pe oră.

Prealabil a fost calculată cantitatea de oxigen necesară pentru oxigenarea distilatului din vas cu conținutul inițial de oxigen de 6 mg/dm<sup>3</sup> până la concentrația de saturație de 29 mg/dm<sup>3</sup> (date din literatură), care pentru volumul de 8250 dal constituie 1900 g sau 1330 dm<sup>3</sup>.

După începutul recirculației distilatului cu productivitatea maximală de 15 m<sup>3</sup> pe oră, treptat a fost deschis balonul de oxigen, regulând prin rotametrul fluxul de gaz până la viteza de 6,5 dm<sup>3</sup> pe min.

Pentru formarea emulsiei opalescente, controlate prin sectorul transparent al comunicației, productivitatea recirculației a fost diminuată până la 11 m<sup>3</sup> pe oră, prin întoarcerea spumei (bulelor grosiere) și parțial a emulsiei din partea de sus a separatorului de gaz în fluxul distilatului înainte de instalație, și prin reglarea robinetului la intrarea distilatului în instalație.

Emulsia opalescentă a fost distribuită sub toate trei stive cu doage de stejar.

Oxigenarea de bază a fost petrecută în decurs de aproximativ 200 min de lucru al instalației (inclusiv durata utilizată pentru reglarea regimului pentru obținerea emulsiei opalescente la ieșire), cu introducerea în fluxul distilatului a cantității de oxigen calculate (1900 g sau 1330 dm<sup>3</sup>).

Determinarea concentrației de oxigen în vasul cu distilat (la învechire) oxigenat, a fost efectuată peste o oră de la sfârșitul procesului și pe parcurs.

În calitate de control a fost utilizat procesul de oxigenare cunoscut, efectuat cu aceeași instalație, cu introducerea pe aceeași durată (200 min) a aceeași cantități de oxigen gazos (1900 g sau 1330 dm<sup>3</sup>) prin dispersatorul poros cu aceeași viteză (6,5 dm<sup>3</sup> pe min) și cu recirculația distilatului la debitul maximal al instalației (12 m<sup>3</sup> pe oră), fără controlul și regularea calității amestecului de oxigen și distilat la ieșire din instalație (adică fără separarea și reîntoarcerea gazului, spumei și parțial a distilatului din partea de sus a separatorului de gaz în fluxul distilatului).

Pentru asigurarea unor condiții optime de învechire a distilatelor, pornind de la faptul, că în distilatul oxigenat după procedeul cunoscut nu a fost atinsă concentrația acestuia de saturație, precum și din posibilitatea păstrării, în distilat, a cantităților de oxigen mai mari decât cele de saturație (efectul legat cu adsorbția considerabilă a bulelor de oxigen pe suprafața lemnului de stejar), după o pauză de o oră oxigenarea a fost continuată în ambele cazuri, la aceleași regimuri, în decurs de 60 min cu introducerea suplimentară a oxigenului în cantitate de 400 dm<sup>3</sup> (560g).

Rezultatele sunt prezentate în tabelul 2.

Tabelul 2

Indicii tehnologici	Unitățile de măsură	Procedeul cunoscut	Procedeul propus
Volumul distilatelor la învechire din vasele ermetice	dal	8275	8250
Concentrația inițială a oxigenului în distilate	mg/dm <sup>3</sup>	5	6
Concentrația de saturație a oxigenului în distilate	mg/dm <sup>3</sup>	29	29
Cantitatea predeterminată și introdusă de oxigen	g /dm <sup>3</sup>	1900/1350	1900/1330
Productivitatea pompei de recirculație-omogenizare	m <sup>3</sup> /oră	15	10
Durata procesului de oxigenare (recirculare)	min	200	200
Volumul distilatului recirculat	dal/%	5000/60	3330/40
Concentrația oxigenului introdus în fluxul recirculant	mg/dm <sup>3</sup>	38	57
Concentrația oxigenului în totalitatea distilatului - după 60 min de la sfârșitul procesului	mg/dm <sup>3</sup>	22	26
Durata oxigenării suplimentare	min	60	60
Cantitatea de oxigen adăugată suplimentar	g/dm <sup>3</sup>	560/390	560/390
Concentrația oxigenului după oxigenarea suplimentară - după 60 min de la sfârșitul procesului - după 10 zile de la sfârșitul procesului - după 30 zile de la sfârșitul procesului	mg/dm <sup>3</sup>	27 22 14	28 26 16

Rezultatele confirmă obținerea efectelor tehnologice preconizate, și anume diminuarea termenilor de oxigenare minimum de 2 ori, și evident a pierderilor de divin (recircularea unui volum mai mic de distilat) și oxigen (necesitatea unei cantități mai mici de oxigen pentru atingerea concentrațiilor necesare). Concentrația sporită de oxigen în distilate creează condiții mai optime pentru procesele de învechire ale acestora.

Mai mult ca atât, datele diminuării concentrațiilor oxigenului pe parcursul învechirii distilatelor oxigenate confirmă faptul, că procedeul propus permite păstrarea în volumul acestora a cantităților mai mari de oxigen, decât cele, care pot fi direct solubilizate (datorită păstrării pe suprafața lemnului de stejar a bulelor adsorbite). Solubilizarea lentă a bulelor direct pe suprafața lemnului de stejar creează condiții mai favorabile pentru procesele de învechire, păstrând în această zonă (cu reactivitate sporită) concentrația maximă de oxigen.