

---

**P O L I**  
D A L 1 8 9 8  
G R A P P A I O L I

---

**DISTILLATORE INNOVATIVO  
SOTTOVUOTO A BAGNOMARIA  
CON COLONNA DI ARRICCHIMENTO  
SENZA PIATTI A RIFLUSSO REGOLABILE:**

***STUDIO APPLICATIVO IN IMPIANTO PILOTA  
SIA IN RIDISTILLAZIONE  
CHE IN DISTILLAZIONE DIRETTA  
SULLA VINACCIA***

Giuseppe Versini, Chiara Simonini, Anita Dalla  
Serra, Sergio Girardini, Paolo Barchetti, Sergio  
Moser

Centro Sperimentale,  
Istituto Agrario di San Michele all'Adige,  
38010 San Michele all'Adige (Trento)

Schiavon, maggio 2009

## Sommario

Viene descritto un distillatore innovativo operante sottovuoto e con colonna priva di piatti e presentato il profilo dei composti volatili dei prodotti ottenibili nelle diverse fasi del processo distillatorio in diverse condizioni di vuoto sia in ridistillazione di una grappa che nella produzione diretta da diversi tipi di vinaccia nel confronto con la grappa tradizionale da impianti a bagnomaria operanti in Italia. I risultati definiscono prodotti sensibilmente migliorati o comunque peculiari per: a) forte abbassamento delle impurità di testa, quali acetaldeide e suo acetale ed acetato di etile; b) sensibile diminuzione degli esteri (acetati di diversi alcoli ed esteri etilici degli acidi grassi) appartenenti alle classi dei basso, medio ed altobollenti così configurando una diversa ed attenuata nota fruttata; c) eventuale limitata riduzione del metanolo e mantenimento del quadro degli alcoli superiori e di altri alcoli, anche a C6; d) mantenimento di un buon livello dei monoterpeni con possibile variazione nel profilo ed implemento di qualcuno molto tipico (vedi Amarone). Va enfatizzato che parecchie di queste rilevanti variazioni compositive non sono ottenibili con normali operazioni o adattamenti di processo su impianti discontinui, in particolare nei bagnomaria.

## Descrizione dell'impianto

L'impianto di seguito descritto e rappresentato nelle figure 1a ed 1b è un prototipo di impianto di distillazione innovativo rispetto ai tradizionali. E' stato oggetto di un'ampia sperimentazione cominciata con test preliminari nel maggio 2003 e proseguita con altri eseguiti principalmente nella distilleria dell'Istituto Agrario di San Michele all'Adige. Potendo funzionare anche come evaporatore sottovuoto, l'impianto è utilizzabile per la distillazione e la concentrazione di sostanze di qualsiasi tipo e natura, con particolare riferimento ai settori alimentare, cosmetico, chimico, farmaceutico e della depurazione.

Tale prototipo è rappresentativo di un impianto di capacità standard, a parte qualche dettaglio migliorabile come l'automazione, il tipo di agitatore e gli accessori per i riscontri fiscali. È costituito da:

- scambiatore di calore in linea acqua/vapore, utilizzato solo in presenza di generatore di vapore;
- caldaia di riscaldamento ed evaporazione classica a bagnomaria, avente volume utile di carico pari a 50 litri, munita di agitatore a velocità regolabile e valvola a ghigliottina sul fondo per lo scarico della materia esausta;
- colonna di arricchimento senza piatti a riflusso regolabile, posizionata direttamente sopra alla caldaia e raffreddata mediante un flusso di acqua;
- gruppo di condensazione e refrigerazione, costituito da una colonna di condensazione a serpentina ricircolante acqua in controcorrente e da un freezer contenente un primo serbatoio di raccolta del distillato (sottovuoto e refrigerato);
- serbatoio di raccolta finale del distillato (normalmente sottovuoto, a pressione atmosferica in fase di scarico);
- pompa per il vuoto ad anello liquido, posizionata a fine linea.

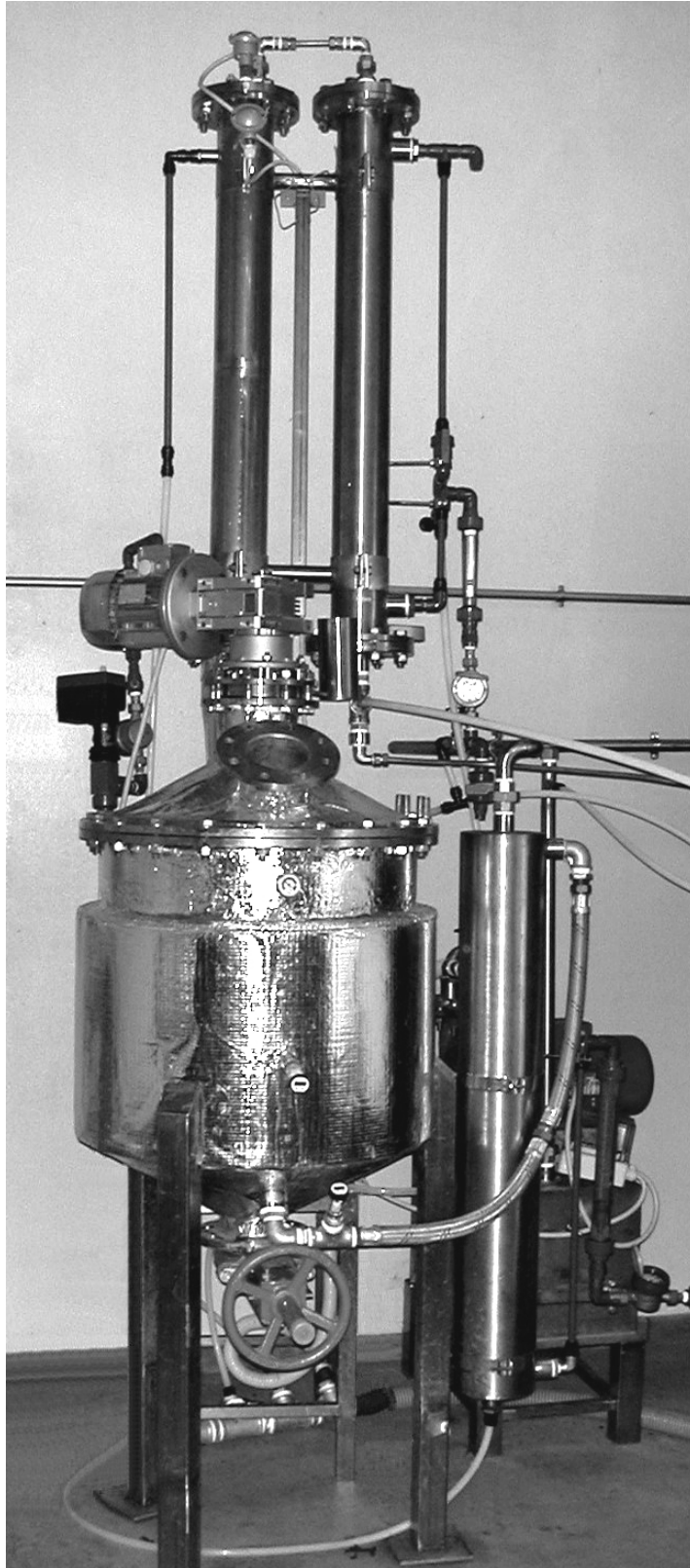


Fig. 1a: Fotografia dell'impianto pilota

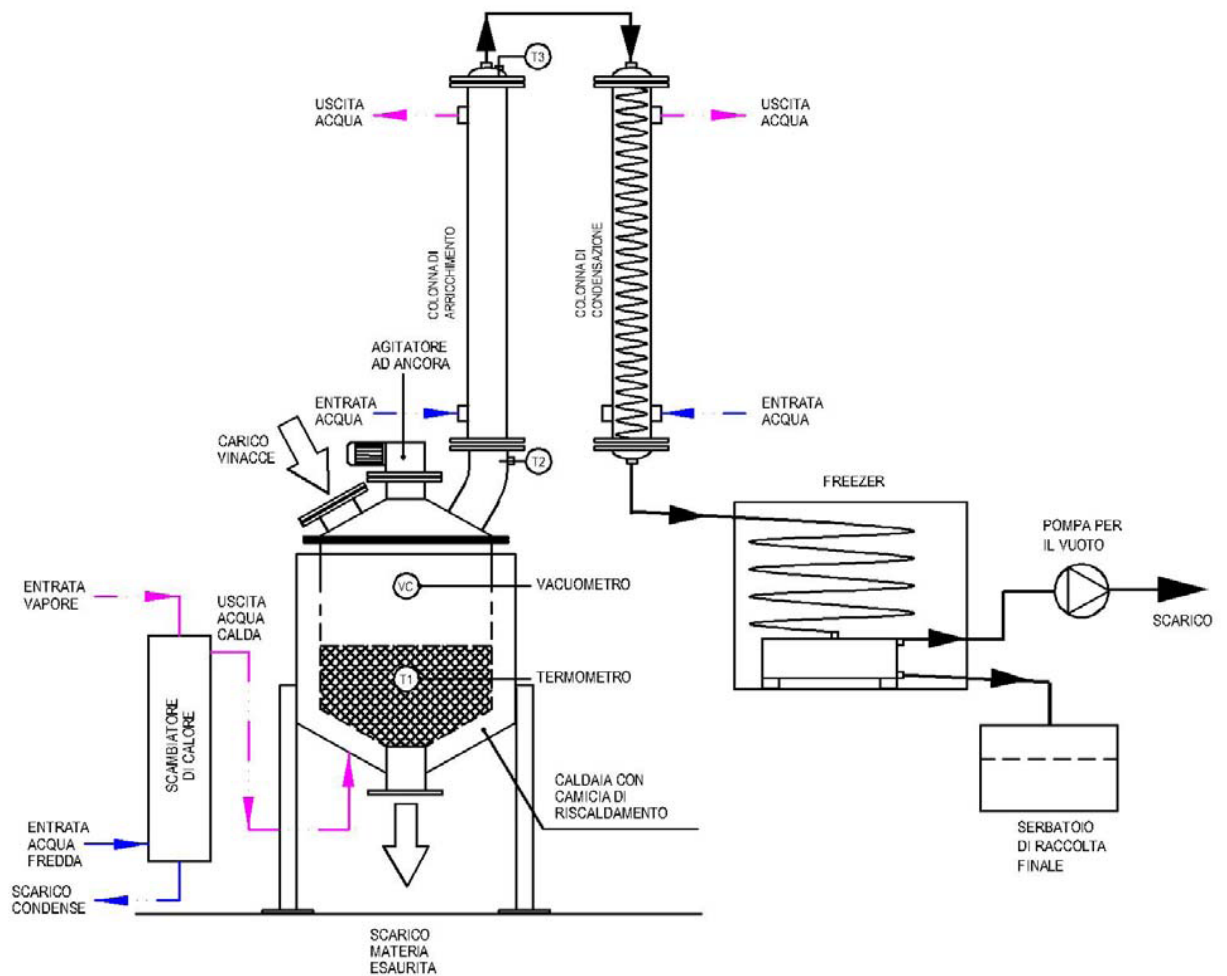


Fig. 1b: Schema di flusso dell'impianto pilota

## Funzionamento

L'impianto funziona in discontinuo: i composti volatili fluiscono direttamente nella colonna di distillazione ed arricchimento nella quale, condensando e reflussando in caldaia per una determinata aliquota, subiscono un frazionamento mano a mano che risalgono verso l'alto, realizzando al contempo un processo di distillazione frazionata e deflemmazione regolabile in intensità variando la portata dell'acqua di raffreddamento circolante nella camicia della colonna stessa. I vapori passano quindi nel gruppo di condensazione e refrigerazione. Il distillato viene raccolto in un serbatoio all'interno del freezer; ciò che arriva ancora in fase vapore all'interno di questo serbatoio viene aspirato dalla pompa per il vuoto e viene scaricato assieme all'acqua di raffreddamento della pompa stessa.

## Vantaggi attesi

Questo impianto di distillazione si caratterizza rispetto agli impianti tradizionali per due aspetti: il funzionamento sottovuoto e la colonna di arricchimento senza piatti a riflusso regolabile.

Il funzionamento sottovuoto si basa sulla proporzionalità diretta esistente tra temperatura di evaporazione e pressione di vapore di una sostanza: questo principio prevede un abbassamento dei punti di ebollizione delle sostanze al calare della pressione. Se si opera quindi ad una pressione inferiore a quella atmosferica, la separazione dei vapori alcolici avviene ad una temperatura nettamente minore.

Operando in caldaia a ridotte temperature di esercizio si possono ridurre fenomeni di trasformazione a carico di sostanze sensibili a reazioni acido-catalizzate come nel caso di monoterpeni o di idrolisi e/o sintesi di esteri, di condensazione come fra zuccheri residui o polioli o aldeidi e amminoacidi nella matrice di distillazione o di pirolisi, talora indicati come aromi di "cottura". Ci si aspetta un prodotto finale con proprietà organolettiche diverse, definibili, in base a quanto noto da situazioni simili, di maggior finezza.

La particolare colonna di arricchimento a riflusso regolabile consente di conseguire una diversa separazione fra classi di composti mediante opportuna regolazione della temperatura di riflusso nella colonna di distillazione stessa determinando e sfruttando situazioni connesse alla differenza tra i punti di evaporazione dei vari composti ed alla diversa interazione fra più componenti.

La combinazione di questi due fattori, intensità del sottovuoto e del riflusso, conferisce a questo distillatore una specifica versatilità. Infatti si può utilizzare un livello di vuoto differente (e quindi una temperatura di distillazione compresa tra i 38 e i 65°C) ed impostare un riflusso differente: in tal modo si ottimizza ciascun processo, sia dal punto di vista della resa che delle caratteristiche del prodotto finale, ottenendo un distillato diverso e "personalizzato" peculiare che si vuole qui indagare analiticamente. Prime indagini hanno evidenziato un sensibile abbassamento di impurità di testa e cambiamenti anche a livello della nota di fruttato soprattutto nei distillati di vinaccia.

La perdita di alcool nel processo si aggira su percentuali molto basse, dell'ordine del 3-5%, che diventano pari al massimo al 15% considerando la percentuale di alcool che rimane nella materia esausta (Fig. 2a). La resa netta è quindi dell'85-90%; l'efficienza del processo di distillazione è quindi piuttosto elevata.

## Studio applicativo su diversi substrati

Si è iniziato con un'indagine base effettuata allocando l'apparecchio presso l'Istituto Agrario ed operando su una matrice solo liquida di composizione nota – una grappa grezza – per la quale vi era interesse a diminuire il contenuto tendenzialmente elevato di impurità di testa (acetaldeide, acetale ed acetato di etile), di poco ulteriormente riducibili in distillazione diretta con impianto tradizionale a bagnomaria dotato di colonna di distillazione a piatti. Si è continuato con alcuni test di distillazione della vinaccia, bianca aromatica e rossa.

Su ciascun prodotto si è misurata la gradazione alcolica con densimetria diretta al Paar e quindi si sono determinati i macrocostituenti volatili ed i secondari – principalmente per le teste e cuore - per iniezione diretta in due diverse colonne gascromatografiche avendo come riferimento valutativo due standard interni (Versini et al., 1989).

### 1. Ridistillazione di una grappa grezza di Pinot

La sperimentazione si è svolta nell'applicazione di 3 diverse condizioni di vuoto che definiremo "basso" (B: ca. 150 mm Hg di depressione), "medio-alto" (MA: ca. 600 mm Hg) e "alto" (A: ca. 670 mm Hg) alla ridistillazione della grappa grezza diluita ca. 10 volte.

Partendo da 3.5 l di grappa grezza diluita a 30 l a ca. 8% vol, si sono raccolte per ciascuna prova la frazione di testa (fra 215 e 250 ml), di cuore (fra 3055 e 3250 ml), di coda (fra 160 e 250 ml) e l'esausto residuo (ca. 250 ml).

I diagrammi in Figura 2a e 2b e in Figura 4, nonché gli istogrammi in Figura 3a e 3b riassumono rispettivamente i dati in resa di ridistillazione di alcuni costituenti o gruppi di essi e la loro distribuzione, come mg% ml alcool anidro (mg%ml a.a.), nelle varie frazioni citate rappresentandone anche la diversa gradazione per valutarne il tenore assoluto.

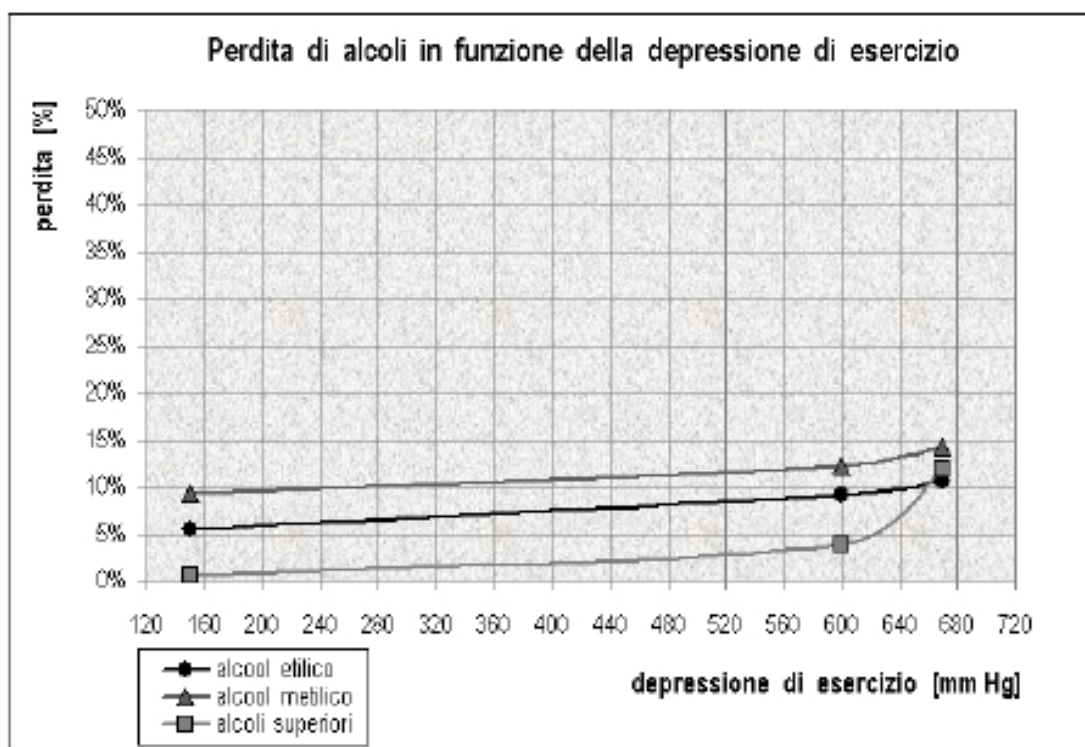


Fig. 2a: Prove di ridistillazione di una grappa portata a 8 % vol: rappresentazione della perdita complessiva di etanolo, alcool metilico ed alcoli superiori in funzione della pressione di esercizio.

Per i macrocostituenti, si è osservato che:

- le gradazioni alcoliche oscillano fra ca. 52 e 72 % vol con dominanza nelle teste e con valori in incremento in funzione inversa del vuoto applicato. Situazioni disomogenee in altre frazioni possono essere in relazione a condizioni operative prescelte leggermente variate. Il bilancio alcolico in Fig. 2a indica un lieve aumento delle perdite operando a vuoto spinto;

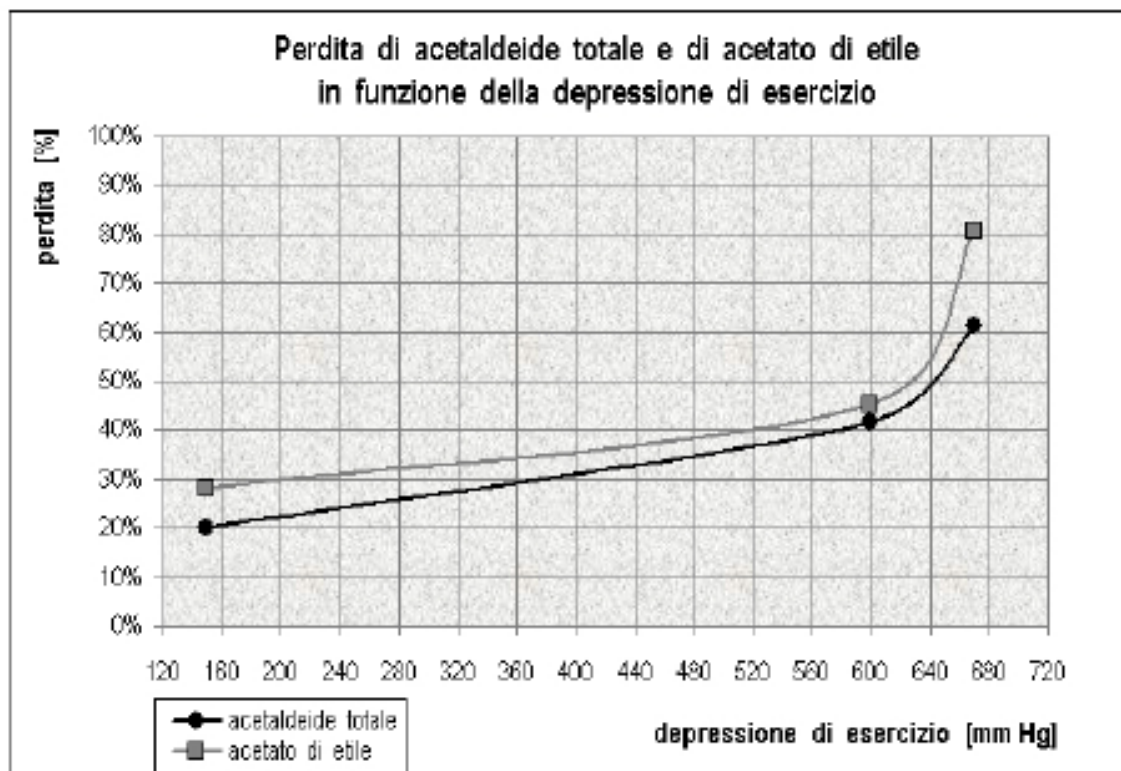


Fig. 2b: Prove di ridistillazione di una grappa portata a 8 % vol: rappresentazione della perdita complessiva di acetaldeide totale e di acetato di etile.

- l'alcool metilico (Fig. 3a) diminuisce da ca. 5 al 15 % nel cuore dei ridistillati; i valori nelle teste e tendenzialmente anche nel cuore e nelle code diminuiscono al diminuire del vuoto applicato. L'alcool metilico utile al bilancio complessivo, si ritrova nell'esausto ove risulta arricchito se calcolato in alcool anidro dando il bilancio complessivo come in Fig 2a;
- gli alcoli superiori (Fig. 3a) hanno una sostanziale costanza di tenore nel cuore per tutte le prove e simile a quello della grappa di partenza: risultano – come operando a pressione normale secondo le regole di Barbet per impurità ibride quali essi sono e per le gradazioni raggiunte – decisamente maggiori nelle teste e sensibilmente diminuiti nelle code e nell'esausto ottenendosi così un bilancio finale in leggera perdita (Fig. 2a). Le variazioni fra teste e cuore sono peraltro meno sensibili per il 1-propanolo;  
si realizza un forte impoverimento nel cuore così come nelle code e nell'esausto (Fig. 3a), in acetaldeide ed acetale (aldeidi totali, nell'insieme) e acetato di etile, tipici prodotti di testa. Particolarmente interessante è il risultato conseguito per le aldeidi, usualmente non riducibili in quantità

significative a pressione normale anche in fase di ridistillazione, come atteso dal loro peculiare andamento quale prodotto di testa in funzione del grado. Nello specifico, l'acetaldeide, rispetto al prodotto di partenza, cala nel cuore delle diverse prove a poco più della metà in un caso (B) e fino a ca. 1/5-1/7 negli altri a vuoto maggiore (MA e A), mentre, come acetale, è mediamente a ca. 1/6 su tutte le prove. Un forte accumulo dei prodotti si ha peraltro nelle teste. Il bilancio complessivo parla di una perdita di ca. il 20% in depressione minore fino ad oltre il 50% a quelle maggiori ( Fig. 2b).

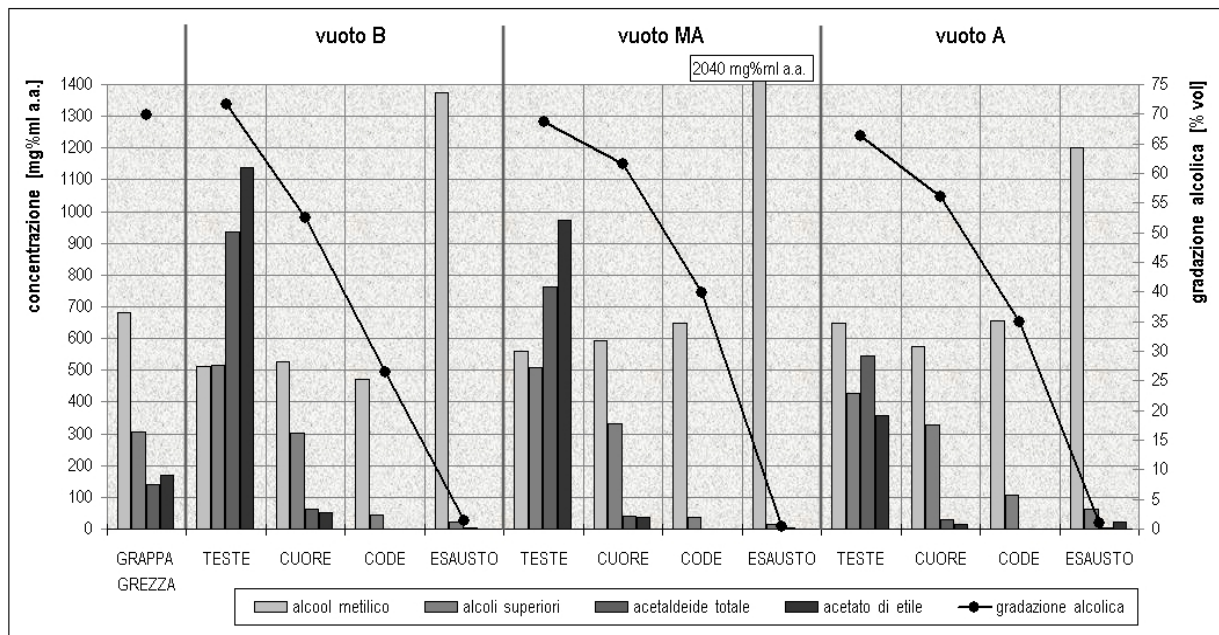


Fig. 3a: Prove di ridistillazione di una grappa portata a 8 % vol: rappresentazione delle variazioni in concentrazione nelle diverse frazioni dei composti in Fig. 2a e 2b (i volumi sono nel testo).

Per l'acetato di etile – tipico composto di testa ancor più dell'acetaldeide - l'impovertimento raggiunto nel cuore rispetto al substrato di partenza va da ca. 1/30 a 1/8 a seconda delle condizioni di vuoto impiegato. La resa nel processo è riportata in Fig. 2b.

In tutti i casi, gli impoverimenti sono tanto più rimarcati sia nelle frazioni di cuore che in quelle di testa (trascurabile è la presenza nell'esausto) quanto più vuoto viene applicato: i composti sono quindi parzialmente eliminati nello scarico del vuoto.

L'esito complessivo sui macrocostituenti indica pertanto un importante effetto qualitativo favorevole del dispositivo operante in sottovuoto nel determinare una sensibile riduzione del livello di impurità di testa, in particolare di acetaldeide ed acetale, ma anche di acetato di etile soprattutto procedendo in situazioni di alto vuoto A e MA. Appare anche la possibilità di diminuire, seppur di poco, il tenore di metanolo.



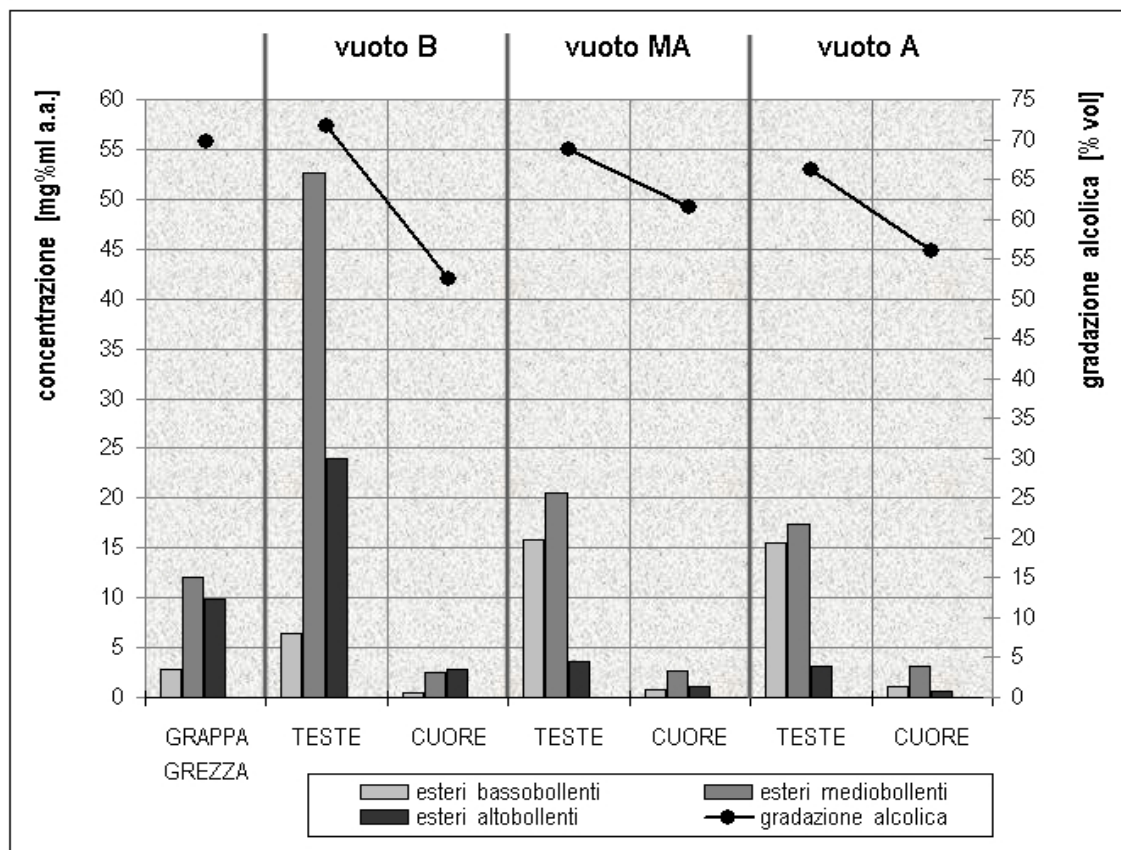


Fig. 3b: Prove di ridistillazione di una grappa portata a 8 % vol: rappresentazione delle variazioni in concentrazione di diverse classi di esteri.

Per valutare il profilo dei composti secondari, di marcato rilievo nel contribuire alle note tipiche dei distillati di vinaccia ed il cui apprezzamento può essere sempre più funzione della concentrazione, abbiamo operato alcuni raggruppamenti utili a discuterne i risultati anche da un punto di vista tecnico e sensoriale.

In particolare ed in relazione al loro comportamento distillatorio come da precedenti studi (Versini, 1978), gli esteri acetato di isoamile, esile e beta-feniletile ed il capronato di etile (aroma da frutta fresca e matura, tipo mela-banana), sono stati assemblati come esteri bassobollenti, gli esteri caprilato, caprato e laurato di etile (aroma da frutta matura – verso il tropicale tipo banana-ananas) come esteri mediobollenti e quelli dal miristato al linolenato di etile (palmitato, stearato, oleato e linoleato inclusi) come esteri altobollenti (aroma untuoso-ceroso tendente al rancido) (Fig. 3b). Ricordiamo che questi ultimi sono asportati del tutto in fase di riduzione a grado con la refrigerazione e la filtrazione, mentre i mediobollenti essenzialmente solo nel laurato di etile (Versini et al., 1989). Abbiamo considerato separatamente anche il linalolo e l'alfa-terpineolo, monoterpeni ad aroma floreale-moscato fra i principali e di cui il secondo può dare evidenza di trasformazioni catalizzate anche dal calore.

- Osserviamo che la maggiore ripartizione fra teste e cuore è collegata alla classe degli esteri, soprattutto basso e mediobollenti. Nel caso di questi, abbiamo una suddivisione con tenore nelle teste nettamente maggiore e, nel caso della prova con minor vuoto applicato, con minor arricchimento in testa per i bassobollenti

e maggiore per i medi e altobollenti. Va tenuto verosimilmente in conto nel bilancio di resa del processo, vista solo una trascurabile presenza nelle code come dall'indagine successiva in distillazione diretta delle vinacce, una possibile diversa perdita, in relazione alle condizioni di vuoto, attraverso lo scarico del vuoto stesso o un eventuale diverso equilibrio di sintesi o idrolisi in distillazione in situazioni di temperatura operativa alquanto diversa (Fig. 4).

Nel dettaglio, possiamo dire che si realizza un netto impoverimento nel ridistillato di tutte le categorie di esteri con differenze fra esse a seconda del vuoto applicato. Ci si aspetta pertanto un aumento di finezza del prodotto. Permane tuttavia molto prossimo il rapporto fra esteri basso e mediobollenti rispetto alla matrice di partenza.

- Per i monoterpeni si ha un leggero decremento del linalolo, maggiore con vuoto minore ove vi è, peraltro, maggior accumulo nelle teste, risultando leggermente più accentuato quello dell'alfa-terpineolo. Sono in corso studi per indagare quanto accade a livello di eteri dei monoterpeni che possono giocare un ruolo importante nella finezza floreale del prodotto.

Infine, per quanto attiene agli alcoli a C6, esanolo ed esenoli, a nota verde-cioccolato, si registrano comportamenti uniformi fra di loro ed analoghi agli alcoli superiori, senza variazioni sensibili nel cuore.

In conclusione, la ridistillazione sotto vuoto riduce sensibilmente il livello degli esteri nei distillati, mantiene su livello simile quello degli alcoli inclusi tendenzialmente i monoterpenoli, tuttavia questi ultimi che possono variare nei rapporti relativi.

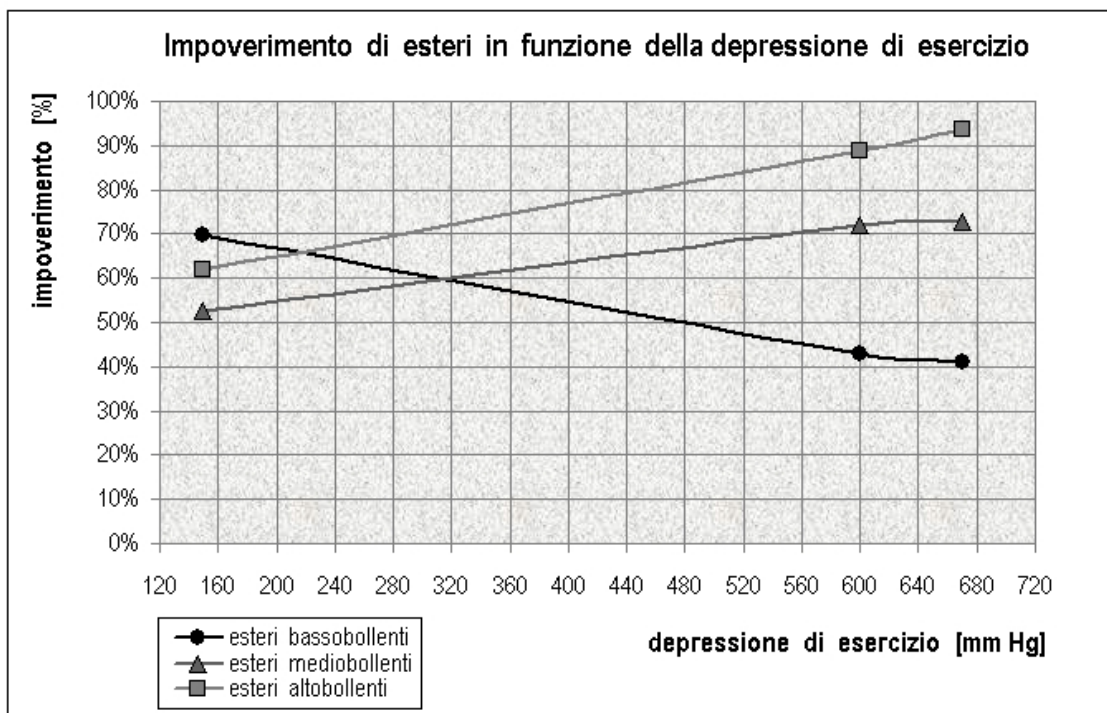


Fig. 4: Prove di ridistillazione di una grappa portata a 8 % vol: rappresentazione dell'impoverimento percentuale in esteri (Fig. 3b) rispetto alla grappa base.

## 2. Distillazione di vinaccia

### 2.1 La grappa di Moscato

Dopo lo studio sul processo di ridistillazione, si vuole esporre esemplificativamente il caso di una distillazione di vinaccia ricca anche di composti varietali, quale quella di Moscato. L'obiettivo è di valutare, rispetto al distillato ottenuto presso l'Istituto Agrario con sistema tradizionale a bagnomaria del Trentino, la produzione in condizioni di vuoto elevato. Si dispone a riguardo dei dati relativi a teste, cuore e code di un unico processo.

Le gradazioni alcoliche riferite alle frazioni sono più basse di quelle ottenute nella ridistillazione, mentre per le code più elevata: questo in ragione di scelte di riflusso in colonna.

Per i macrocostituenti (Fig. 5a) abbiamo una presenza non trascurabile di tutti i composti di natura alcolica nelle code, ove prevale il metanolo rispetto alle altre frazioni come da teoria. Il metanolo presenta nel cuore tenore del tutto simile al prodotto tradizionale come nel caso degli alcoli superiori che quasi si dimezzano nel passaggio da teste a cuore e quindi a code.

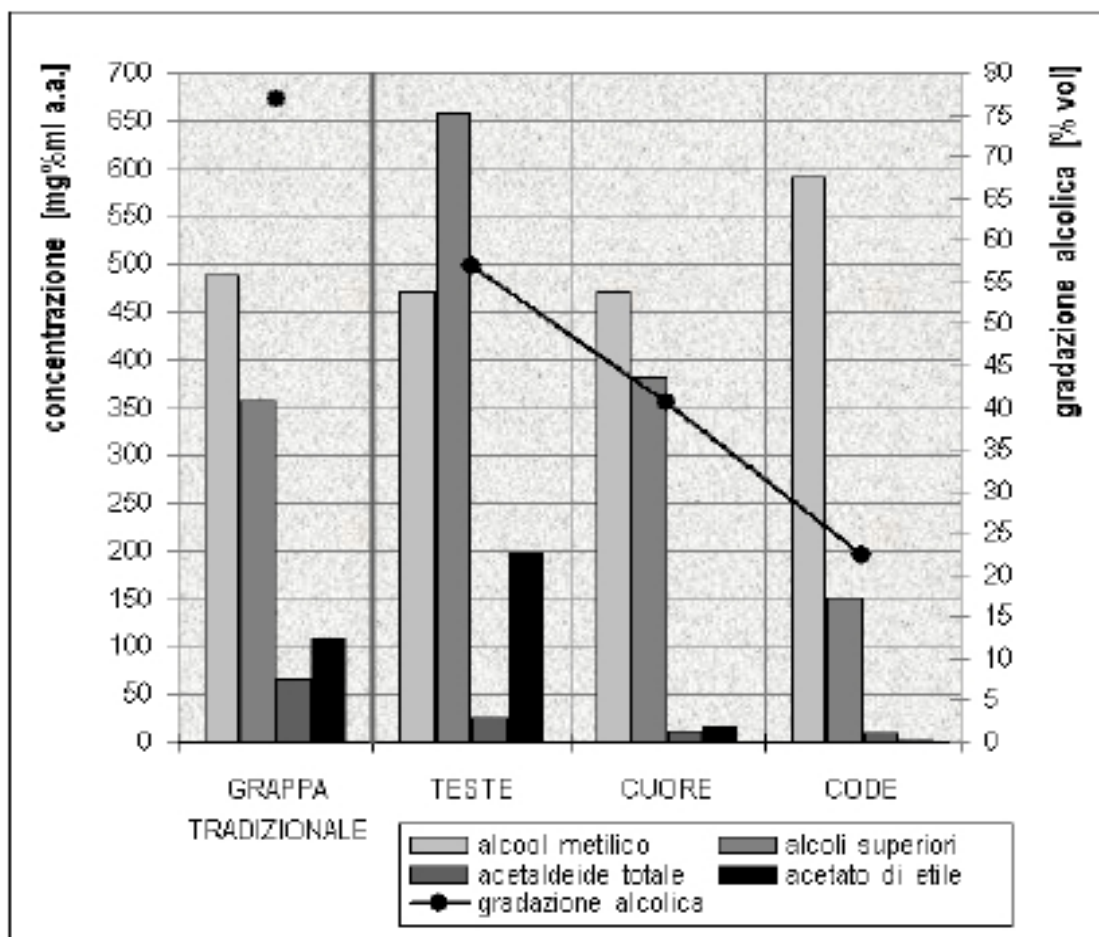


Fig. 5a: Prove di distillazione di vinaccia di Moscato giallo: raffronto di concentrazione delle varie frazioni dal sottovuoto A rispetto al prodotto tradizionale.

Per l'acetaldeide totale, vi è un chiaro impoverimento a ca. 1/6 fra distillato tradizionale e cuore; abbiamo anche un doppio contenuto nelle teste rispetto a cuore e code.

L'acetato di etile è altrettanto sensibilmente impoverito nel cuore – e ancor più nelle code – rispetto alle teste ed alla grappa tradizionale.

Osservando i composti secondari (Fig. 5b), riverifichiamo il forte impoverimento del cuore – ed ancor più delle code – rispetto alle teste ed al distillato tradizionale, degli acetati ed esteri etilici alifatici di ogni peso molecolare, anche qui tuttavia raggruppati secondo le tre categorie di esteri basso-, medio- e altobollenti.

Gli alcoli alifatici sono a valori simili fra grappa tradizionale e cuore con rilevante calo nelle code. In modo analogo si comporta il linalolo, tuttavia in leggero decremento complessivo, mentre il nerolo ed il geraniolo tendono ad aumentare, mentre l'alfa-terpineolo e gli ossidi, decisamente più bassi che nel prodotto tradizionale, possono tendere ad un livello maggiore nelle code, come gli alcoli con funzione aromatica ed il lattato di etile.

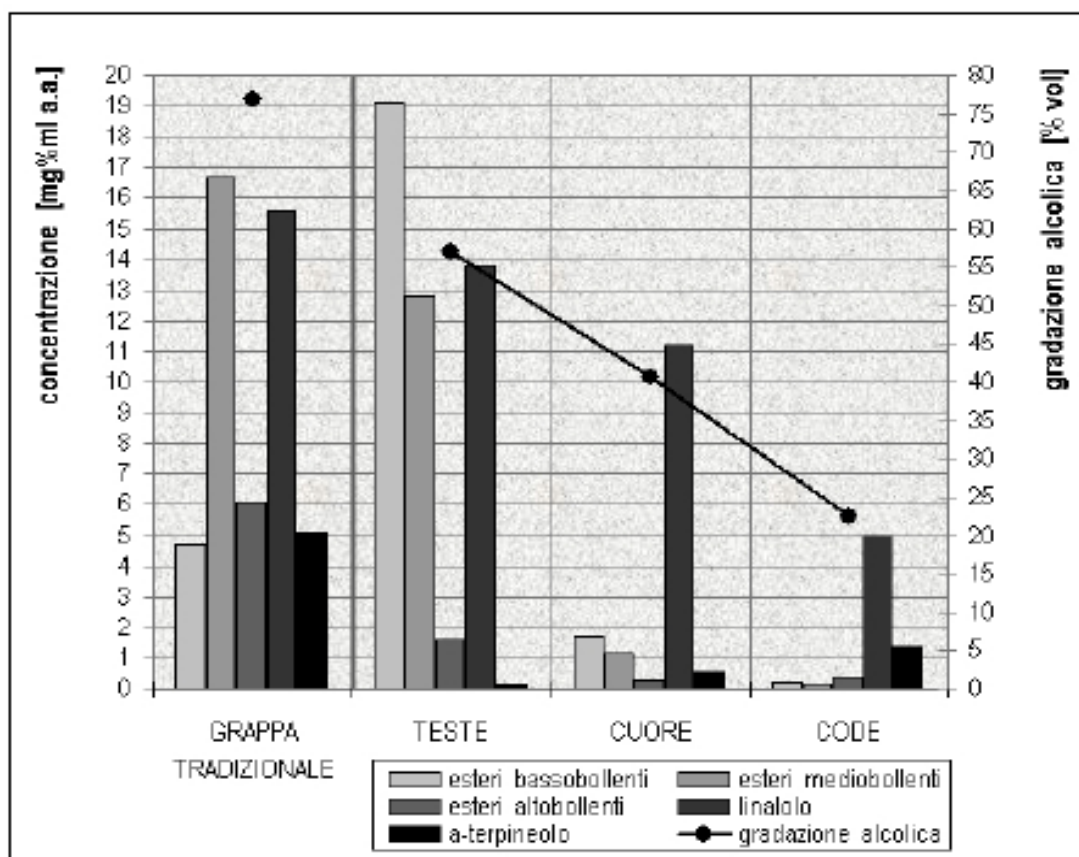


Fig. 5a: Prove di distillazione di vinaccia di Moscato: raffronto di concentrazione delle varie frazioni dal sottovuoto A rispetto al prodotto tradizionale.

In conclusione, si evidenziano tendenze analoghe a quelle del precedente punto. Si può comunque perfezionare la procedura distillatoria, magari ricreando le gradazioni alcoliche del punto 1, così da incrementare l'impoverimento nel cuore delle impurità di testa, come l'acetaldeide e l'acetale. Per i monoterpeni, sarebbe opportuno recuperarli dalle code per passarli al cuore.

## 2.2 La grappa di Cabernet

Si commentano brevemente dati relativi alla sperimentazione sulla distillazione di vinaccia insalata fermentata.

Si ripropone anche in tal caso, come per la grappa di Moscato ed in raffronto al prodotto ottenuto con la distillazione tradizionale a bagnomaria dell'Istituto e di una Distilleria Veneta per il Cabernet, la situazione di ridistribuzione delle impurità fra teste, cuore e code, in particolare per il metanolo, gli alcoli superiori e le impurità di testa, acetaldeide, acetale e acetato di etile, pur a fronte di una gradazione alcolica delle singole frazioni leggermente incrementata rispetto alla distillazione della grappa di Moscato.

Si conferma l'impoverimento nel cuore degli esteri fruttati basso e medio bollenti che possono determinare caratteristiche peculiari nel prodotto finale: il fenomeno, soprattutto per gli esteri mediobollenti, è tanto più interessante in quanto si realizza su una matrice – la vinaccia da vinificazione in rosso – particolarmente ricca in tali aromi (rispettivamente 34.8 mg% ml a.a. contro 7.1 mg% ml a.a. e 66.1 mg% ml a.a. contro 6.7 mg% ml a.a. per l'Amarone ed in Cabernet nel raffronto fra prodotto a bagnomaria tradizionale rispetto al cuore da impianto sperimentale). Analogο decremento si consegue ancora per gli altobollenti, che – ricordiamo – vengono eliminati nelle procedure di riduzione a grado.

In merito alla grappa di Cabernet, si evidenzia un maggior arricchimento, fra i composti monoterpenici particolarmente tipici (Versini et al., 1999), del 4-terpinenolo - a nota da lillà-maggiorana/terrosa - nel prodotto ottenuto con la distillazione sottovuoto: si dosano infatti 0.47 mg% ml a.a. contro 0.17 mg% ml a.a. nella grappa tradizionale.

## Conclusioni

I dati riportati e discussi indicano che il distillatore sottovuoto a bagnomaria con colonna di arricchimento senza piatti a riflusso regolabile rappresenta una importante innovazione nella tecnica e nel processo produttivo della grappa con metodo discontinuo. Si possono ottenere infatti grappe sensibilmente innovate nelle caratteristiche compositive e sensoriali, comunque fortemente migliorate in difetti di testa difficilmente eliminabili in un singolo processo distillatorio se non ricorrendo alla ridistillazione con colonna demetilante, e variate nell'intensità della nota fruttata, spesso considerato eccessivo. Si evidenzia infine, rispetto alla distillazione tradizionale discontinua, il mantenimento della nota floreale terpenica, tuttavia con variazioni nel profilo ed anzi con un possibile incremento di singolarità compositive come nel caso del Cabernet per il 4-terpinenolo.

I risultati qui esposti sono relativi alla Convenzione di ricerca fra ITECO s.r.l. e Istituto Agrario di San Michele all'Adige.

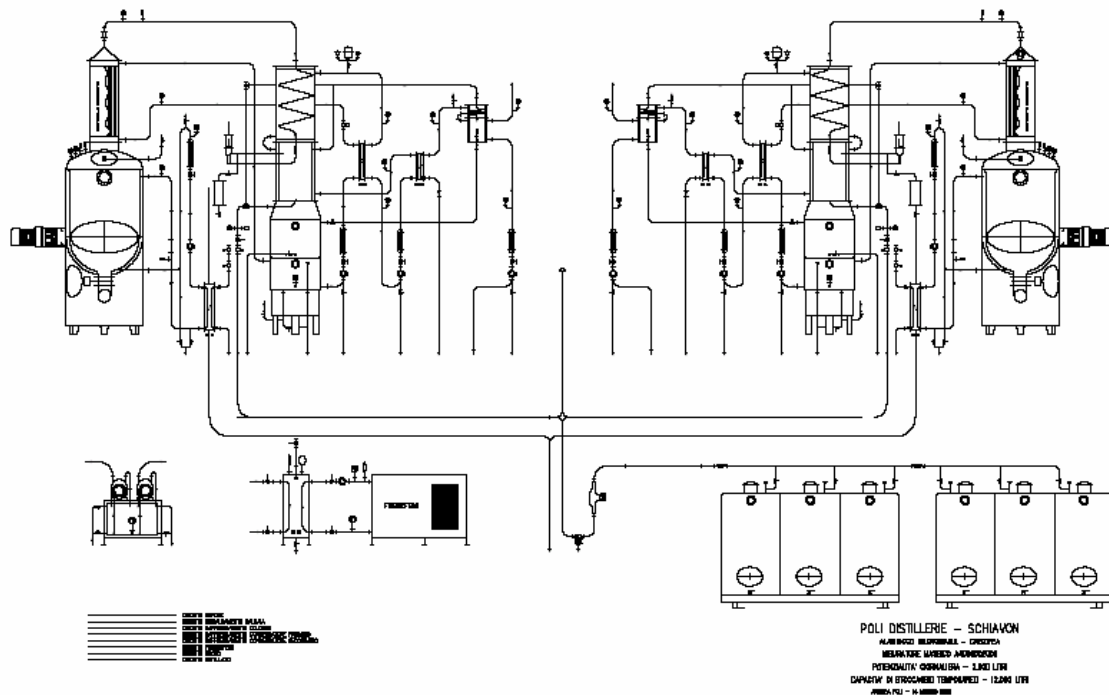


Fig. 6a: Schema di flusso dell'impianto realizzato presso le Poli Distillerie



Fig. 6b: Fotografia dell'impianto realizzato presso le Poli Distillerie

## Letteratura

- Versini G., Dell'Eva M., Inama S. (1989),. Vini d'Italia, XXXI gen, 25-32;
- Versini G. (1978). Vini d'Italia, XX nov-dic, 347-357;
- Versini G., Schneider R., Carlin S., Depentori D., Nicolini G., Dalla Serra A. (1999). In Proceed. 12th Intern. Oenological Symposium, 31st May – 2nd June, Montreal, E. Lemperle Ed., Intern. Association Winery Technology Management, Breisach, Germany, pp. 544-561.



**POLI DISTILLERIE S.R.L.**  
**VIA MARCONI, 46**  
**I 36060 SCHIAVON (VI)**

TEL +39 0444 665 007 - FAX +39 0444 665 637 - WWW.POLIGRAPPA.COM - INFO@POLIGRAPPA.COM  
C.F. / P. IVA 02813890247 - COD. ID. IT 02813890247 - REG. IMP. VI 11946 - R.E.A. 276852 - CAP. SOC. 99.500 EURO I.V.