

321715



PATENTE DE INVENCION
POR VEINTE AÑOS
EN ESPAÑA

solicitada a favor de Societe de la Viscose Suisse, sociedad suiza, con domicilio social en Emmenbrücke (Suiza)

por

“PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION DE BEBIDAS CON POLIAMIDOS”

MEMORIA DESCRIPTIVA

MEMORIA DESCRIPTIVA
=====

El presente invento se refiere a un procedimiento para la estabilización de bebidas, especialmente de cerveza, mediante el tratamiento con poliamidos que se caracteriza por el empleo, como medio de estabilización, de fibras de poliamido con hebritas finas en forma de ganchito que parten del tallo de la fibra. Estas fibras de ganchito de polia



10 mido se han descrito en la patente suiza nº 383.545 y se obtienen mediante un movimiento mecánico, fuerte, de una suspensión de fibra de fibras corrientes de poliamido, producidas por ejemplo mediante hilado de fusión en presencia de un medio de hinchazón.

15 La estabilización de bebidas contra la aparición de síntomas no deseados se aplica ya desde hace tiempo, así, por ejemplo, en el tratamiento de cerveza con preparados de ácido silícico o de óxido de aluminio, para evitar el llamado enturbamiento no biológico. Este fenómeno que se presenta al almacenar la bebida en frío, durante largo tiempo y se manifiesta especialmente molesto en la cerveza embotellada, es la consecuencia de una precipitación de cuerpos albuminoideos por sustancias de clase de taninos de carácter polifenol. -
20 Mientras que un tratamiento con ácido silícico tiene por objeto aquí la disminución del contenido de albúmina, persiguen otros procedimientos la disminución del contenido de antocianógenos. Es conocido tratar la cerveza para este fin con
25 preparados poliamidos para los que los antocianógenos poseen una afinidad manifiesta, por lo que se pueden determinar incluso cuantitativamente mediante la absorción en poliamidos. Para otras clases de bebidas, una disminución del contenido de antocianógenos significa además, otras ventajas aún: Ya
30 que los antocianógenos oxidan poco a poco para los antocianidinos de color profundamente encarnado, una coloración que puede ser molesta en zumos de frutas claros, y además poseen los antocianógenos como taninos un sabor claramente astringente; su eliminación o disminución, mediante el tratamiento



1966

35 con poliamidos, puede producir, por tanto un aumento de la estabilidad de color como tambien un mejoramiento del sabor.

Los poliamidos mas importantes usados para la -
estabilización de bebidas son polihexametilenadipamida y poliacaprolactamo. Como es usual, se emplean estos poliamidos
40 en forma de polvos, que se producen, o bien moliendo finalmente resinas de poliamidos o mediante la disolución y nuevamente precipitado de estas resinas. Estos polvos de poliamidos poseen un efecto muy bueno de absorción para anticianógenos, pero tienen la desventaja que, debido a la pequeñez -
45 de las partículas de polvo, exigen una filtración muy fina de las bebidas tratadas con ellos para no pasar con el líquido. Por ello no entra tampoco en cuestión su empleo directo para capas de filtro en el procedimiento de colada, lo que -
50 dificulta mucho su aplicación en instalaciones grandes de filtros de trabajo continuo. Por ello se ha intentado sustituir los polvos por fibras finas de poliamidos, como se producen, por ejemplo, mediante el hilado a fusión de poliamidos para los fines de la industria textil, y que son muy -
55 apropiadas para la producción de capas de filtro en forma de copos cortados de algunos milímetros de longitud. Se ha demostrado sin embargo, que la acción de absorción de estas fibras de copos es completamente insuficiente, probablemente -
porque poseen una superficie demasiado pequeña y demasiado poco ahuecada, en comparación con los polvos de poliamidos.

60 Por tanto, es objeto del presente invento, un procedimiento para estabilizar bebidas y especialmente cerve



1955

za, mediante el empleo de poliamidos que poseen un buen efecto de absorción para antocianógenos y, al mismo tiempo, existen en forma bien filtrable y apropiada para capas de filtro, El procedimiento según el invento se caracteriza porque se emplean como medio de estabilización, fibras de poliamidos con hebritas finas en forma de ganchitos que parten del tallo de la fibra. Esta clase de fibras de ganchito de poliamidos se han descrito en la patente suiza nº 383.545. Contrariamente a las fibras corrientes de poliamido que se emplean por ejemplo, para fines textiles, que poseen una superficie lisa no quebrantada, está cubierta la superficie de las fibras de ganchito de poliamido en sucesión uniforme y densa con hebritas finas, casi siempre curvadas, que parten del tallo de la fibra en todas las direcciones como pequeños ganchitos. Los ganchitos tienen formas cilíndricas, cónicas o forma de cinta, y frecuentemente, están enrollados y hendidos. Su longitud está casi siempre entre la mitad de un diámetro de fibra y dos diámetros de fibra.

Se obtienen fibras de ganchitos de poliamido mediante fuerte movimiento mecánico de una suspensión de fibra, de fibras de poliamido, corrientes, cortadas en pequeños pedazos de algunos milímetros de longitud, en presencia de un medio de hinchazón. La suspensión de fibra contiene de 3 - 13 por cien en peso de fibras, y como medio de hinchazón se emplean preferentemente ácidos acuosos. El fuerte movimiento de las fibras se obtiene mediante agitadores rápidos, mezcladoras o aparatos de ultrasonido.

Después del tratamiento que tiene lugar a la -

321715



- 5 -

90 temperatura del ambiente y que dura desde pocos minutos has
ta una hora, según la clase del aparato empleado, se pueden
moler aún las fibras de ganchito de poliamido a las que se -
ha quitado el medio de hinchazón lavándolas con agua, en un
aparato apropiado con el fin de incrementar las estructuras
95 de ganchito.

Sorprendentemente se ha encontrado que estas -
fibras de ganchito de poliamido poseen una fuerza de absor-
ción, para antocianógenos, que no solamente es considerable-
mente mas elevada que la de las fibras corrientes de polia-
100 mido, sino que incluso supera la acción de los polvos de po-
liamido usuales producidos para fines de absorción. Puesto -
que se pueden usar ademas, muy bien las fibras de ganchito -
de poliamido como material de filtro y, especialmente, para
la producción de capas de filtro, debido a sus formas rami-
105 ficadas, sin que exista peligro de que pasen con el líquido,
representan un material muy apropiado para la estabilización
de cerveza y otras bebidas.

Las ventajas conocidas de la estabilización de
cerveza con poliamidos, frente al tratamiento con ácido si-
110 lícico, como el empleo de cantidades mas pequeñas de estabi-
lizador, con duración de tratamiento mas corta, al mismo -
tiempo y ningún menoscabo para la formación de espuma y para
el sabor, valen tambien para las fibras de ganchito de polia-
mido. La cantidad de estabilizador que se emplea usualmente
115 para reducir el contenido de antocianógeno, tanto que no se
presente ningún enturbiamiento al almacenar la cerveza a -
aproximadamente 0° C, es, según la clase de cerveza, 500-1000



mg. por litro. La cantidad de estabilizador se mide aqui de
 manera que se disminuya el contenido original de antocianó-
 120 geno de la cerveza, en el tratamiento en, aproximadamente, -
 30%. Experimentos correspondientes con cada vez la misma can-
 tidad de fibras corrientes de poliamido dieron una reducción
 del contenido de antocianógeno de menos de 1%, mientras que
 diversos polvos de poliamido presentaron grados de acción de
 125 24 - 27%.

Las investigaciones para el examen del grado de
 acción de los preparados se efectuaron ajustándose al método
 de G. Harris y R.W. Ricketts (Journal of the Institute of -
 Brewing, 65 (1959) (331-333). Se examinaron los siguientes -
 130 preparados:

Preparado	Material
Nº 1	Fibras de copo de poliaprolactamo, 2 denier (0.2 tex), 2 mm, secadas.
135 Nº 2	Polvo de polihexametilenadipamida, producido moliendo resina de polihexametilenadipamida, secado.
Nº 3	Polvo de policaprolactamo, producido mediante disolución nuevamente precipitado de resina de policaprolactamo, secado.
140 Nº 4	Fibras de ganchito de policaprolactamo, producidas mediante el tratamiento de una suspensión de 6% de fibras de copo de policaprolactamo, 2 denier (0.2 tex), 4 mm.

321715



- 7 -

MAY 1966

145 en ácido clorhídrico de 10,6% en un aparato de agitación y de
filtro, moliendo las fibras de las que se ha separado el HCl,
como suspensión de 2 l/2% en un aparato de ultrasonido duran-
te 2 minutos y, finalmente, secado de las fibras de gancho -
de poliamido lavadas con alcohol etílico al 10% y luego con -
agua bajo presión disminuida a 50° C hasta un contenido de -
150 humedad de 3%.

Los exámenes se efectuaron de la manera siguien-
te: Botellas originales de cerveza conteniendo 600 ml de cer-
veza clara, se enfrían brevemente antes de abrirlas; se mez-
clan con 500 mg cada una del preparado a examinar; se cierran;
155 se agitan bien y se almacenan durante 24 horas a 6 - 8° C., -
agitándolas nuevamente de vez en cuando. Se filtra la cerveza
tratada; se vuelve a las botellas y se emplea para el examen -
del contenido restante de antocianógeno. Para ello se toman -
cada vez 10 ml de cerveza, se agitan en un frasquito de 100 ml,
160 con 300 mg. de un polvo de poliamido, de eficacia reconocida,
(preparado n° 3) durante 30 minutos, se filtra el polvo a tra-
vés de una frita de vidrio, se trata nuevamente el filtrado -
durante 30 minutos con otros 300 mg de polvo y finalmente se -
filtran a través de la misma frita de vidrio. Los 600 mg de -
165 polvo que quedan y en los que están absorvidos la totalidad -
de los antocianógenos que estaban presentes en los 10 ml de -
cerveza, se lavan con agua, se aspiran, se trasladan a una -
pequeña retorta, se diluyen con 18 ml de una mezcla de buta-
nol - HCl 5 : 1 y 2 ml de una solución al 0,15% de protosul-
170 fato de hierro (FeSO₄ · 7 H₂O) en butanol - HCl 5 : 1 y se ca-
lientan en baño de María durante 30 minutos con reflujo. En -



175 esto se oxidan los antocianógenos para antocianídeos de color profundamente encarnado, Se enfria la solución encarnada de antocianídino, si hace falta, se filtra, y se completa con butanol - HCl 5 : 1 hasta 25 ml.

180 La intensidad de color de las soluciones obtenidas se mide en el espectrofotómetro de ZEISS Q II a 550 m μ - empleando una cubeta de 1 cm de espesor de capa contra un valor ciego de polvo de poliamido no tratado con cerveza. Además se lleva a cabo una determinación del contenido original de antocianógeno de la cerveza no tratada. La tabla siguiente presenta valores medios de cada vez dos determinaciones, para la densidad óptica, el contenido restante de antocianógeno - (referido a cerveza no tratada) y el grado de acción, es decir, el porcentaje de los antocianógenos eliminados:

Absorción de antocianógeno por poliamidos

Preparado	Densidad óptica D/l	Resto con contenido de antocianógeno.	Grado de eficacia
190 (Cerveza no tratada)	0.469	100%	-
Nº 1 Fibras de copos de policaprolactamo.	0.467	99.5%	0.5%
195 Nº 2 Polvo de polihexametilenadipamida.	0.356	75.9%	24.1%
Nº 3 Polvo de policaprolactamo.	0.344	73.4%	26.6%
200 Nº 4 Fibras de ganchito de policaprolactamo.	0.328	70.0%	30.0%

321715



- 9 -

205 Como se determinó mediante comparación con la curva de con-
traste de una solución conocida de antocianídino, correspon-
dió el valor medido para la cerveza no tratada de la densi-
dad óptica, a un contenido original de antocianógeno de apro-
ximadamente 55 mg por litro. Mientras que la cerveza no tra-
tada y la cer-veza tratada con el preparado N^o 1 al almace-
nar a 0^o C durante 72 horas un fuerte enturbiamiento, quedó
210 completamente clara la cerveza tratada con el preparado N^o 4.

N O T A

En esta Patente de Invención se reivindica:

215 1^o.- Procedimiento para la estabilización de be-
bidas, con poliamidos, especialmente de cerveza caracteriza-
do por el empleo, como medio de estabilización, de fibras de
poliamido con hebritas en forma de finos ganchos que parten
del tallo de la fibra, obtenidas según la Patente suiza nú-
mero 383.545.

220 2^o.- Procedimiento según la reivindicación 1 -
caracterizado porque las fibras empleadas son fibras de poli-
hexametenadipamida.

3^o.- Procedimiento según la reivindicación 1 -
caracterizado porque las fibras empleadas son fibras de poli-
caprolactamo.

225 4^o.- "PROCEDIMIENTO PARA LA ESTABILIZACION DE
BEBIDAS CON POLIAMIDOS", de conformidad en un todo en lo -

321715



- 10 -

esencial y fines industriales a lo descrito en la precedente memoria descriptiva.

Esta memoria consta de DIEZ hojas escritas o mecanografiadas por una sola cara a doble espacio en 228 líneas.

Madrid, 1966

Por autorización del interesado.