

20.632
dossier 2686
EX-B

12 JU



342256

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE años

cuyo privilegio se solicita para España,
sus territorios y plazas de soberanía, a
favor de :

JOSE MARIA MARSÁ ESTEVE

de nacionalidad española, domiciliado en
Avda. Generalísimo 16, Tárrega, Lérida,
relativa a :

"PROCEDIMIENTO DE ESTABILIZACION BIOLÓGICA
DE BEBIDAS ALCOHÓLICAS".

=====

Prioridades: Solicitudes de patente en Gran Bretaña
n^{os} 27.661/66 y 40.292/66 de fecha 21
junio 1966 y 9 setiembre 1966, respec-
tivamente.

12 JUN



MEMORIA DESCRIPTIVA

El invento se refiere a un procedimiento de estabilización biológica de la cerveza, vino y sidra, siendo designadas dichas bebidas, más abajo, como bebidas alcohólicas. - - - - -

5.

Según el invento, la estabilización se obtiene por adición, a las bebidas alcohólicas, de 2 a 20 partes por millón (ppm), y preferentemente de 5 a 15 ppm, de por lo menos un éster de un compuesto elegido del grupo constituido por el ácido gálico y los alcoholes que contienen de 8 a 10 átomos de carbono. - - - - -

10.

Dichas bebidas alcohólicas tienen que estar previamente muy bien filtradas y eventualmente pasteurizadas a granel, a fin de reducir el contenido de células microbianas vivientes a su punto más bajo, de preferencia inferior a 100 células por cm³. - - - - -

15.

En general, la concentración activa en éster del ácido gálico es del orden de 5 a 15 ppm, por ejemplo de 10 ppm. Esta concentración está en función de la extensión de la cadena alcohólica y es tanto más baja cuanto más larga es la cadena alcohólica y menos contaminada está la bebida alcohólica. - - - - -

20.

En el caso de concentraciones más elevadas, pueden aparecer turbideces, debidas a la poca solubilidad de estos ésteres, o a la presencia de productos que reaccionan entre estos ésteres y las proteínas contenidas en la bebida alcohólica. - - - - -

25.



Se pueden evitar las turbideces proteicas, sometiendo la bebida a un tratamiento estabilizante, por ejemplo, adicionando enzimas proteolíticas. Dichos tratamientos se aplican normalmente en las fábricas de cerveza. - -

5. Es evidente que no se podía prever que estos ésteres, que sólo son ligeramente solubles en agua y poseen a lo sumo una ligera acción fungistática, poseyeran tal eficacia a concentraciones tan bajas en lo que concierne a la inhibición de desarrollos microbianos en la cerveza, vino y sidra. - - - - -

En efecto:

1.- Hasta ahora, no existe literatura alguna sobre el empleo de estos ésteres para la estabilización biológica de las bebidas alcohólicas. - - - - -

2.- Se sabe, que estos ésteres, tienen una débil acción antimoho (patente francesa 474.700). Sin embargo era imposible deducir, por este hecho, que esos ésteres actuaran sobre las levaduras, lactobacilos, aerobacteres y sarcinas, pues los microorganismos mencionados son completamente diferentes de los mohos, desde el punto de vista biológico, morfológico y bioquímico. - - - - -

3.- Si bien se conoce la acción antimoho de los ésteres del ácido gálico, sobre todo en productos a base de materias grasas y a concentraciones superiores a 50 ppm, estas concentraciones son considerablemente superiores a las que se tienen que aplicar según este invento. - - - - -

En la patente norteamericana nº 3.175.912 y en el

12 J



número de la "AMERICAN BREWER" de febrero de 1.966, páginas 22 y 23, se propone el empleo de los parahidroxibenzoatos de alcoholes con larga cadena, como agentes estabilizantes para la cerveza. Dicha estabilización se recomienda en ambos documentos. - - - - -

5.

Los ésteres del ácido gálico tienen, sobre los parahidroxibenzoatos, la ventaja de una mucho mayor solubilidad en las bebidas alcohólicas y en el agua; así, por ejemplo, la solubilidad del galato de octilo en el agua y la cerveza es alrededor de 7 veces la del parahidroxibenzoato de octilo. También se desea hacer notar que los parahidroxibenzoatos de alcoholes con larga cadena tienen que utilizarse en forma de soluciones alcalinas, las cuales son poco estables y pueden tener influencia sobre el pH de la bebida. - - - - -

10.

15.

En cambio los ésteres del ácido gálico y de alcoholes con 8 hasta 10 átomos de carbono, se pueden adicionar tal cual o bajo forma de solución en un solvente como el etanol o propilenglicol. Esta solución se puede inyectar en continuo, mediante una bomba dosificadora. - - - - -

20.

La disolución de estos ésteres del ácido gálico, en estado cristalizado, en las bebidas alcohólicas, es en general, incompleta y lenta. Se puede obtener una mejor solubilización haciendo pasar la bebida a través de una materia porosa inerte que, de antemano, ha sido mezclada con éster del ácido gálico o impregnada con una solución de ese éster en un solvente, como el etanol, isopropanol, acetona, metanol, propilenglicol; este solvente se elimina después por calentamiento o por lavado con agua. - - - - -

25.

30.

Como materia porosa inerte se pueden utilizar, por ejemplo, diatomeas, amianto o celulosa. La extensa cadena



del éster del ácido gálico, la concentración de este éster en la materia porosa y el caudal de la bebida alcohólica sobre la capa de esta materia de un espesor dado, pueden escogerse para disolver la concentración bacteriostática eficaz, es decir, en general entre 5 y 15 ppm. - - - - -

5.

Los ejemplos siguientes aclararán la aplicación de este invento. - - - - -

Ejemplo nº 1.

Se adicionan 10 ppm de galato de octilo puro a cerveza embotellada, que ha sido filtrada de antemano sobre placas de amianto según se hace normalmente en cervecería. La concentración aplicada corresponde a 3,3 mg de galato de octilo puro por cada botella de 330 cm³. - - - - -

10.

El galato de octilo se ha adicionado en solución con etanol. Las botellas se cierran, agitan y se conservan a temperatura de 25°C. - - - - -

15.

En botellas testigo, sin adición de galato de octilo y a los 25 - 35 días, tiene lugar un desarrollo de varios microorganismos, levaduras, lactobacilos y sarcinas que provocan la formación de turbideces y depósitos. - - - - -

20.

A los 200 días, no hay alteración alguna en las botellas que contienen galato de octilo. - - - - -

Con el galato de nonilo, los resultados son más o menos los mismos. - - - - -

25.

Quando se aumenta aún más la extensión de la cadena alcohólica, se mantiene la acción preservativa, pero la poca solubilidad de estos productos hace que su aplicación sea mucho más difícil. - - - - -

Ejemplo nº 2

Vino blanco italiano con uva de Trebbiano; título de alcohol de 11%; acidez total expresada en ácido tartárico

30.



de 6,2 g/litro y acidez volátil expresada en ácido acético de 0,57 g/litro. - - - - -

Se adiciona a este vino el 1% de glucosa y después una mezcla de microorganismos procedentes de vinos alterados; por último, se adicionan 5, 10, 15 y 20 ppm de galato de octilo en forma de solución alcohólica. Estos vinos se disponen en botellas semillenas y a temperatura ambiente durante 28 días. - - - - -

5.

Se consiguen los siguientes resultados: - - - - -

10.

Vino sin galato de octilo.

Fuerte desarrollo de microorganismos, aparición de velos, turbidez y depósitos. - - - - -

Acidez volátil: 1,98 g/l (expresada en ácido acético). - - -

Vino conteniendo 5, 10 y 15 ppm de galato de octilo.

15.

Ninguna alteración visible. - - - - -

Acidez volátil: desde 0,60 a 0,62 g/l (expresada en ácido acético). - - - - -

Vino con 20 ppm de galato de octilo.

Aparición de una ligera turbidez no microbiana. - - - - -

20.

Acidez volátil: 0,58 g/l (expresada en ácido acético). - -

Ejemplo nº 3

Se mezclan 100 partes de diatomeas (kieselguhr) con 20 partes en peso de una solución al 10% de galato de octilo en metanol, eliminando después el solvente por mezcla y ligero calentamiento. - - - - -

25.

Se reparten 500 gramos por m² de este producto como prelecho sobre un soporte adecuado, constituido por una tela de hilos metálicos muy finos. - - - - -

30.

Después se envían de 250 a 300 litros de cerveza por hora y por m² de superficie filtrante y a temperatura de 2°C. - - - - -



La cerveza que sale contiene más o menos 10 ppm de galato de octilo. Esta cerveza se puede guardar en botellas o barriles durante 3 meses sin que se note ningún desarrollo de levaduras o mohos. - - - - -

- 5. Durante la filtración se añaden de 50 a 100 g de diatomeas por 100 litros de cerveza; dichas diatomeas están impregnadas de galato de octilo, según se ha indicado más arriba. Aún en caso de cesar la filtración durante varias horas, el título de galato de octilo de la cerveza no pasará jamás de 20 ppm. - - - - -
- 10.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

- 15. 1.- Procedimiento de estabilización biológica de bebidas alcohólicas, y en particular de la cerveza, caracterizado porque se adicionan a la bebida, por lo menos, 2 partes por millón, de por lo menos un éster de un compuesto elegido del grupo constituido por el ácido gálico y los alcoholes que contienen de 8 a 10 átomos de carbono. - - - -
- 20.

- 25. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se adicionan de 5 a 15 ppm de un éster de un compuesto elegido del grupo constituido por el ácido gálico y los alcoholes que contienen de 8 a 10 átomos de carbono. - - - - -

- 3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y/o 2, caracterizado por la adición, a la cerveza, de gala-

12 JUN.



to de cõtilo a concentraciones de unas 10 ppm. - - - - -

5. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y/o 2, caracterizado por la adición de una mezcla de ésteres de un compuesto elegido del grupo constituido por el ácido gálico y los alcoholes que contienen de 8 a 10 átomos de carbono. - - - - -

10. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el éster es adicionado bajo forma de solución en un solvente orgánico, tal como el propilenglicol. - - - - -

15. 6.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se disuelve el éster del ácido gálico en la bebida alcohólica haciendo pasar ésta a través de una materia porosa inerte a la cual se mezcla el éster o que se impregna previamente con una solución de este éster. - - - - -

20. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque la materia porosa e inerte se impregna haciéndole absorber una solución de éster del ácido gálico en un solvente adecuado que se elimina después por evaporación o lavado con agua. - - - - -

8.- "PROCEDIMIENTO DE ESTABILIZACION BIOLOGICA DE BEBIDAS ALCOHOLICAS". - - - - -

25. Todo ello tal como se describe y reivindica en la presente memoria, que consta de ocho hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 12 JUN. 1967

P. A. M. CURELL SUÑOL

Carbonell

Por Poder
Firmado: J. Carbonell