

Int Cl.<sup>4</sup> C12H1/04

22 JUN 1972

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE \_\_\_\_\_  
SUBCLASE \_\_\_\_\_

P.- 51,254  
01760-803  
Kb/Mes

404141

MEMORIA DESCRIPTIVA para solicitar

404141

PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA

por VEINTE años

A nombre de "ESZAKMAGYARORSZÁGI VEGYIMŰVEK

entidad hungara

Int. C01B, B 015 / C12H

establecida en Sajóbáony, Hungria.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE BENTONITAS APROPIADAS PARA LA CLARIFICACION Y ESTABILIZACION DE BEBIDAS, PRINCIPALMENTE DE VINOS"

(Clase Internacional C12g, B01j)

404141

22



El invento concierne a un procedimiento para la preparación de una bentonita apropiada para la clarificación y estabilización de bebidas, principalmente de vinos.

Desde hace mucho tiempo es sabido que algunas clases de arcillas, especialmente bentonitas, pueden ser utilizadas de modo ventajoso para la clarificación de bebidas, especialmente de vinos. Posteriormente se comprobó también que las bentonitas adsorben proteínas y por consiguiente favorecen la estabilización de los vinos.

No obstante, en lo que respecta a la cuestión de cual de las clases de bentonita es la más apropiada bajo condiciones a gran escala técnica, no se ha establecido por parte de los científicos ningún punto de vista unificado.

De acuerdo con algunos investigadores, son apropiadas para este fin las bentonitas sódicas muy capaces de hinchamiento, dado que en el transcurso del hinchamiento se hacen accesibles las superficies interiores del mineral de arcilla y de este modo se puede realizar en mayor grado la adsorción de las proteínas. Coincidiendo con esto, se informa en la memoria de patente italiana número 526.328 de un procedimiento según el cual las bentonitas cálcicas o magnésicas que se presentan en la naturaleza son transformadas en bentonitas sódicas y se utilizan éstas para la clarificación.

En la memoria de patente alemana número 682.788 se describe un tratamiento de la malta de cerveza macerada o

404141



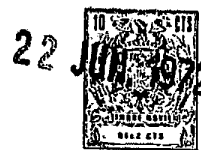
de la cerveza con un silicato de aluminio del tipo de montmorillonita previamente tratado con un ácido o por puesta en suspensión.

En la memoria de patente húngara número  
5 155.522 se describe un procedimiento para la preparación de un agente de adsorción apropiado para el tratamiento de bebidas fermentadas. Es sabido que las bentonitas sódicas eran utilizadas anteriormente en el tratamiento de la cerveza, pero que demostraron ser desventajosas, ya que por una parte también eran adsorbidas las protefinas, importantes para la formación de la espuma, y por otra parte la separación de las bentonitas se podía lograr con dificultades por filtración y únicamente por sedimentación larga, que se extendía durante varios días.

15 Las bentonitas cálcicas no poseen estas desventajas, pero son esencialmente menos eficaces que las bentonitas sódicas. De acuerdo con la memoria de patente, para la estabilización de las protefinas del vino se muestran como las mejores las bentonitas sódicas que se hinchan intensamente. Su  
20 utilización queda prohibida, no obstante, dado que por causa de las sales contenidas en el vino procedentes del intercambio iónico se falsean los índices de análisis de cenizas del vino. En la memoria de patente se describe un procedimiento de preparación de agentes de adsorción, de acuerdo con el cual se  
25 activa la bentonita hinchada por medio de un ácido.

18.6.72  
FC

404141



En el transcurso de la preparación, la bentonita cálcica mineral es puesta en ebullición en un ácido mineral, después de ésto es filtrada, lavada y parcialmente deshidratada por exprimido o por filtración con succión. Para la disgregación con ácido es esencial que se utilicen 140 ml de ácido clorhídrico concentrado por 140 g de arcilla seca.

Muchos investigadores han comprobado que la capacidad de clarificación y de fijación de proteínas de las bentonitas no varía de modo paralelo con la capacidad de hinchamiento.

L. Jakob investigó el contenido de proteínas de vinos clarificados con bentonita (Die Weinwissensch., Anualidad 23, páginas 255-273, /1968/) y comprobó que, en el caso de vinos con diferentes valores de pH, para alcanzar el mismo grado de estabilización del mismo tipo de bentonita son necesarias cantidades que se diferencian unas de otras de modo esencial. Al mismo tiempo las diferencias en el efecto estabilizador de la bentonita cálcica, de la bentonita sódica y de la bentonita hidrogenada no son tan importantes cuando los vinos tratados son más ácidos.

En el transcurso de los ensayos dirigidos a la elaboración del invento se encontró que el hinchamiento de la bentonita y la disgregación que aparece de este modo de las laminillas de montmorillonita son condiciones necesarias, pero no suficientes para la capacidad de estabilización. Se ha en-

18.6.72  
FC



404141

22 JUN



favorables para la adsorción de proteínas en los lugares activos.

5 Esto se logra, de acuerdo con el procedimiento del invento, haciendo hincharse parcialmente bentonita cálcica natural con un electrolito, convenientemente con una sal sódica, y a continuación, después de la disgregación de las laminillas, disminuyendo el número de las cargas superficiales por medio de tratamiento débilmente ácido, hasta tanto  
10 que para mantener la disgregación necesaria para la adsorción quede en el producto electrolito, es decir iones sodio, y además de ello las cargas superficiales produzcan la adsorción de una cantidad de proteínas lo mayor que sea posible.

De acuerdo con el procedimiento del invento se someten a hinchamiento bentonitas de metal alcalino-  
15 -térreo naturales con un máximo de 10%, convenientemente con 3 a 5%, de un electrolito, con lo cual se logra una disgregación de las laminillas, pero la bentonita tratada de este modo no es transformada en una bentonita de metal alcalino pura que sólo contiene un tipo de cationes. Sobre la superficie,  
20 además de cationes de metal alcalino, están fijados también cationes de metal alcalino-térreo.

La sustancia disgregada de este modo tiene una elevada capacidad de hinchamiento y un gran número de cargas superficiales. Por consiguiente, el valor  
25 del pH de la sustancia es ajustado a 5-7 por medio de un

404141



ácido inorgánico u orgánico, disminuyéndose el número de las cargas superficiales de tal modo que el agente de adsorción así formado, además de iones de metal alcalino-térreo e iones hidrógeno, contenga también iones de metal alcalino en una cantidad tal que se se garantice la accesibilidad de las superficies que llevan un número reducido de cargas, mediante mantenimiento de la disgregación. Para la disminución del número de las cargas superficiales se utilizan ácidos bien disociables, convenientemente ácido clorhídrico, ácido fosfórico o ácido tartárico.

10 Se ha encontrado que la bentonita así tratada, que es una bentonita mixta de metal alcalino-térreo, de metal alcalino y de hidrógeno, no tiene las propiedades desventajosas de las bentonitas hasta el momento utilizadas y constituye una sustancia de clarificación y de estabilización muy buena.

15 La bentonita de acuerdo con el invento tiene un mejor efecto clarificador y estabilizador que las bentonitas cálcicas, sódicas o de hidrógeno, se sedimenta bien y el volumen del sedimento es esencialmente menor que en el caso de las bentonitas que se hinchan fuertemente.

20 Se ha encontrado que es ventajoso que el electrolito utilizado para el hinchamiento en el procedimiento de acuerdo con el invento sea una sal sódica: carbonato sódico, fosfato sódico, hexametáfosfato sódico o mezclas de estas sales.

25 El procedimiento de preparación de acuerdo

404141



do con el invento se puede llevar a cabo con cualquiera de las bentonitas de metal alcalino-térreo naturales, que contengan como mínimo 10% de humedad. El electrolito es mezclado convenientemente con la bentonita cálcica en forma de una  
5 solución acuosa. El hinchamiento se puede favorecer eventualmente también por medio de tratamiento con calor.

El procedimiento de acuerdo con el invento debe ser explicado con ayuda de los siguientes ejemplos, pero sin limitar las reivindicaciones a éstos.

10

Ejemplo 1.

A una suspensión de 10 g de bentonita de metal alcalino-térreo húmeda de la tierra en 20 ml de agua se añade en pequeñas porciones, bajo continua agitación, una solución de 0,5 g de carbonato sódico en 5 ml de agua. La mezcla  
15 así obtenida se concentra por evaporación hasta sequedad sobre baño María, se deja hinchar el residuo durante 6 horas en 100 ml de agua y se la suspende después de ello mediante vigorosa agitación y finalmente se ajusta el pH de la suspensión por adición de solución 0,1 N de ácido clorhídrico a un valor de  
20 7.

Se añaden 5 ml de la suspensión tratada con ácido (0,5 g de bentonita), en un cilindro sacudidor o agitador, a 1 litro de un vino Riesling de Dörgic destilado una vez, y se mezclan a fondo. En el espacio de algunos mi-  
25 nutos comienza la coagulación de la bentonita, y la sedimen-

404141



tación está terminada en general en el transcurso de 12 horas.

Por medio del tratamiento se disminuye la turbiedad relativa del vino desde 550 hasta 208 y el contenido total de nitrógeno desde 273 a 258 mg/litro, mientras que en la cantidad del ácido susceptible de valoración y en el contenido de cenizas no se puede comprobar ninguna variación conmensurable.

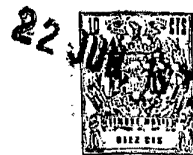
Ejemplo 2.

0,3 g de fosfato sódico y 0,2 g de hexa-  
10 metafosfato sódico son disueltos en 200 ml de agua calentada a 90°C y se añaden, en pequeñas porciones y bajo vigorosa agitación, 10 g de bentonita de metal alcalino-térreo molida y secada en aire. Después de reposar durante 4 horas, la suspensión es agitada a fondo de nuevo y es ajustada con ácido tar-  
15 tárico a un valor de pH de 5.

En un cilindro sacudidor o agitador se incorpora dosificadamente 1 litro de vino blanco de Braton y se mezcla con 6 ml de la suspensión arriba indicada (con 0,3 g de bentonita). Se agita bien a fondo y se deja sedimentar  
20 durante 12 horas. Mediante el tratamiento se disminuye la turbiedad relativa del vino de 200 a 45 y el contenido total de nitrógeno de 185 a 176 mg/litro; mientras que en la cantidad del ácido susceptible de ser valorado y en el contenido de cenizas no se puede comprobar ninguna variación conmensura-  
25 ble.

18.6.72  
FC

404141



Ejemplo 3.

1 kg de bentonita de metal alcalino-térreo que contiene sustancia seca, tal como aparece en la naturaleza, es bien amasado en una prensa de tornillo sin fin con 20 g de carbonato sódico y 30 g de fosfato sódico. La mezcla, después de tratamiento con calor durante 4 horas a 100-110°C es suspendida en 20 litros de agua y a continuación se ajusta el pH a un valor de 6 mediante solución 0,1 N de ácido fosfórico.

A continuación se incorpora dosificadamente en el cilindro sacudidor o agitador vino Grauer Mönch de Badacsony, dos veces destilado, cada vez en cantidades de 1 litro, y se mezclan respectivamente con 4, 8, 12, 16 o 20 ml de una suspensión de bentonita tratada con ácido fosfórico (20-100 g de bentonita/hl). Se agitan bien las muestras y se deja sedimentar la bentonita. Después de esto se determinan los índices de clarificación y de estabilización y a partir de éstos se determina la cantidad de bentonita óptima para el tratamiento. En el caso especificado es óptima una cantidad de 40 g/hl.

Se añaden entonces los 20 litros de suspensión que contienen 1 kg de bentonita bajo vigorosa agitación a 25 hectólitros de vino Grauer Mönch de Badacsony y se deja sedimentar durante 1 a 2 días.

Por medio del tratamiento se disminuye la turbiedad relativa del vino de 293 a 68 y el contenido total de

404141



nitrógeno de 251 a 226 mg/litro, mientras que en la cantidad del ácido susceptible de ser valorado y en el contenido de cenizas no se puede comprobar ninguna variación commensurable.

5

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

- 10 1.- Procedimiento para la preparación de bentonitas apropiadas para la clarificación y estabilización de bebidas, principalmente de vinos, caracterizado porque se someten a hinchamiento bentonitas de metal alcalino-térreo naturales con utilización como de máximo 10%, referido al peso  
15 en seco, de un electrolito con efecto peptizante, y a conti-

18.6.72  
FC

- 11 -

404141



nuación se disminuye el número de las cargas de las superficies de adsorción disgregadas, ajustando el pH a un valor de 5-7 con un ácido bien disociable.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la disgregación y la disminución del número de las cargas superficiales se efectúan en un sistema que contiene al menos 10% de agua.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque en calidad de electrolito con efecto peptizante se utiliza una sal sódica, por ejemplo carbonato sódico, fosfato sódico, polifosfato sódico, hexametafosfato sódico o mezclas de estos compuestos en cualesquiera proporciones.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque para la disminución del número de las cargas superficiales se utilizan ácido clorhídrico, ácido fosfórico, ácido acético, ácido tartárico o mezclas de estos ácidos en cualesquiera proporciones.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque el hinchamiento y el subsiguiente ajuste del pH se efectúan a temperaturas de 20-100°C, convenientemente de 40-80°C.

6.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE BENTONITAS APROPIADAS PARA LA CLARIFICACION Y ESTABILIZACION DE BEBIDAS, PRINCIPALMENTE DE VINOS.

18.6.72  
FC



404141

22 JUN 1972



Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede  
y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de trece hojas escritas a máquina  
por una sola cara.

5

22 JUN. 1972  
Madrid,

P.A.

Alberto de Eizchuru  
Por Poder

18.6.72 FC

- 13 -