

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

ES (11) (21) (22)

NUMERO	466.189
FECHA DE PRESENTACION	20 ENR. 1978

(10) A1

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO 77 01969	(32) FECHA 25 Enero 1977	(33) PAIS Francia
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C09B/025/A23L/R61K/C12F	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA ---
(54) TITULO DE LA INVENCION "Procedimiento de tratamiento de orujos, vinazas, vinos y similares"		
(71) SOLICITANTE (S) UNION DE COOPERATIVES AGRICOLES, DE DISTILLERIE DU LANGUEDOC-ROUSSILLON		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Avenue Pierre de Coubertin, 34500 Beziers, Francia		
(72) INVENTOR (ES) Helène Saquet Barel y Jean Crouzet		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE M. Curall Suñol		

B.6595
EX-FR-II

EAD ORIGINAL

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

por VEINTE años

solicitada en España a favor de UNION DE COOPERATIVES
AGRICOLAS, DE DISTILLERIE DU LANGUEDOC-ROUSSILLON, de naci
5. nalidad francesa, domiciliada en Avenue Pierre de Coubertin,
34500 Beziers, Francia, por "Procedimiento de tratamiento de
orujos, vinazas, vinos y similares", con prioridad de la soli
cidad francesa 77 01969 de fecha 25 enero 1977. - - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

10. La invención se refiere a un procedimiento de ob-
tención de un colorante natural en forma concentrada a par-
tir de orujos de uvas rojas, de heces o de vino. Este produc
to está destinado a la coloración en la industria alimenticia
y cosmetológica, así como a la preparación de diferentes es-
15. pecialidades farmacéuticas. - - - - -

Se conocen ya diferentes procedimientos de obten-
ción de colorantes rojos a partir de uva o de productos deri
vados de este fruto (vino, vinaza, orujos ...). Es así que se
ha obtenido ya el colorante por extracción de las pulpas, o

sea con la ayuda de soluciones ácidas, bisulfíticas o hidró
alcohólicas. Estos procedimientos presentan numerosas incon
venientes y se citará, por ejemplo, el hecho de que el empleo
de ácido produce riesgos de hidrólisis cuando tienen lugar
5. etapas ulteriores y el hecho de que el anhídrido sulfuroso
presenta el problema de la eliminación de los excesos. El tra
tamiento de los vinos en intercambiador de iones o en diferen
tes tipos de absorbentes permite también recuperar los anto
cianos que contienen. Finalmente, la concentración del residuo
10. de destilación de vino rojo permite obtener un resultado má
logo. - - - - -

Por otra parte, se han purificado también unos ex
tractos coloreados por tratamiento con la ayuda de resinas
intercambiadoras de iones. - - - - -

15. Finalmente, la concentración y el secado han sido
realizados: - - - - -

- por evaporación bajo vacío a baja temperatura,
eventualmente en presencia de una carga inerte tal como la
celulosa, el talco, el caolín o el sílice; - - - - -

20. - por precipitación con la ayuda de cloruro de cal
cio o de cloruro de sodio o de cloruro de potasio. - - - - -

Estos diversos procedimientos de secado que utili
zan cada uno una carga, conducen a una dilución del poder co

lorante: lo que es preciso evitar principalmente. - - - - -

La presente invención tiene por objeto un procedimiento que permite obtener unos concentrados o unos polvos de antocianos prácticamente purificados, a partir de los orujos de uvas rojas o de vino. La extracción de los colorantes, preferentemente a partir de los orujos frescos, se realiza por difusión continua en caliente (60 a 80°C) según las dos técnicas siguientes: - - - - -

5.

10.

15.

20.

25.

- extracción de los antocianos al mismo tiempo que la del alcohol y de los azúcares, efectuándose la separación de estos diversos compuestos en la etapa ulterior. - - - - -

- extracción de los antocianos después de agotamiento del orujo en alcohol y en azúcar. En esta hipótesis, es posible adicionar anhídrido sulfuroso, a la dosis de 2 g/l, en la fase de extracción a fin de aumentar el rendimiento de la extracción; siendo las soluciones bisulfíticas uno de los mejores solventes de los antocianos. En este último caso, la etapa de extracción es seguida de una etapa de desulfitación, o bien por acidulación con un ácido fuerte: HCl, H₂SO₄; o bien por paso sobre unas resinas intercambiadores de iones de tipos conocidos bajo el nombre de marca Duolite CC3 o Duolite C20, por ejemplo. - - - - -

El enfriamiento de los trasmostos calientes así obtenidos, provoca la precipitación de ácido tartárico. Este ácido es recuperado en una cuba de decantación. Las soluciones acuosas de antocianos (trasmostos o vino) se tratan después de filtración sobre adsorbente selectivo de los tipos conocidos bajo el nombre de marca Duolite ES 861, Duolite S 761, Duolite S 37 por ejemplo, o por cualquier otro agente adsorbente equivalente: talco, carbón ...

La elución se realiza con la ayuda de alcoholes azúcares o en presencia de ácido tartárico. Esta etapa permite obtener una purificación del colorante. Hay en particular: separación por una parte de los antocianos, y por otra parte de los azúcares y del alcohol destinados a la fermentación y a la destilación. Por otra parte, se efectúa en el curso de este proceso elución-adsorción una concentración del orden de 5 a 10 veces del material colorante, no proporcionando más que una cantidad muy pequeña de energía.

La concentración es acabada por concentración o por destilación al vacío a baja temperatura (40 a 45°C) a fin de limitar al máximo los riesgos de alteración de los pigmentos coloreados.

Los concentrados obtenidos contienen aproximadamente 30% de materia seca, lo que permite atomizar sin soporte a unas temperaturas de entrada del orden de 200°C y unas temperaturas de salida del orden de 100°C.

La atomización conduce a la obtención de polvos no higroscópicos con 5% de humedad aproximadamente. - - - - -

Se darán, a continuación, algunos ejemplos no limitativos del procedimiento según la invención. - - - - -

5. 1er. ejemplo: - - - - -

4 kg de orujo molido se colocan en ocho columnas de difusión. Estas columnas están unidas las unas a las otras por un tubo, y así el agua de difusión puede circular de una columna a la otra empujada por una bomba peristáltica. El volumen de trasmosto obtenido después de paso por las columnas de orujo es de 4 litros. - - - - -

A título de comparación se han efectuado diversas experiencias utilizando el montaje descrito anteriormente:

- Difusión en caliente. - - - - -

15. con agua pura: el agua a 65-70°C circula en las columnas de difusión durante 3 horas. Al final del ciclo, el trasmosto de difusión es rojo, contiene 0,710 g de antocianos/litro. - - - - -

20. Con agua sulfitada: el agua caliente a 60-70°C y sulfitada con 2 g de SO_2 /l circula en las columnas de difusión durante 3 horas. Al final del ciclo, el trasmosto de difusión es rojo, contiene 0,916 g de antocianos/litro. - - - - -

- Difusión en frío. - - - - -

5.

el agua circula en las columnas de difusión durante 8 horas. Al final del ciclo, el trasmosto de difusión es rosado y contiene 0,1 g de antocianos/litro. - - - - -

2º ejemplo: - - - - -

La capacidad de adsorción de los adsorbentes de tipo Duolite S 37 y Duolite ES 861 ha sido comprobada. - - -

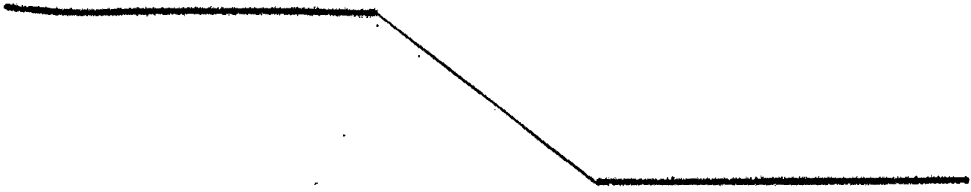
10.

30 g de adsorbente se adicionan a 100 ml de trag mosto coloreado con 0,650 g de antocianos/litro y puestos bajo agitación magnética durante 10 minutos. Cantidad de antocianos retenida por los adsorbentes de tipo Duolite ES 861 = 0,403 g/l; Duolite S 37 = 0,380 g/l. - - - - -

15.

El rendimiento de adsorción de la Duolite ES 861 es 5% más importante que el de la Duolite S 37. - - - - -

Después de adsorción, los antocianos son eluidos por diversos solventes que están clasificados en la tabla siguiente en función de su potencia. - - - - -



	: Duolite	: Duolite
	: S 37	: ES 861
Sosa	: 1	: 2
Acetona clorhídrico	: 5	: 4
Acetona	: 4	: 5
Alcohol 500 Ac. Tartárico 50 g/l	: 3	: 3
Alcohol puro	: 2	: 1

Ver ejemplo: - - - - -

5. 115 litros de fluido alcohólico con 2,3 g de antocianos/litro se concentran bajo vacío a una temperatura de 43°C. Se recuperan 13 litros de concentrado desalcoholizado que dosifican 19 g de antocianos/litro y 30% de materias secas. Este concentrado es secado por atomización a temperaturas del orden de 200°C a la entrada y 100°C a la salida. Se recuperan 3 kg de polvo con 5% de humedad. La calidad de los antocianos presentes en el concentrado y en el polvo ha sido
10. observada por cromatografía sobre capa delgada. - - - - -

Los resultados están representados en la tabla siguiente: - - - - -



	Formas Polimerizadas	Antocianos Monómeros	Formas Agliconas
Concentrado	35%	38%	27%
Polvo	28%	45%	27%

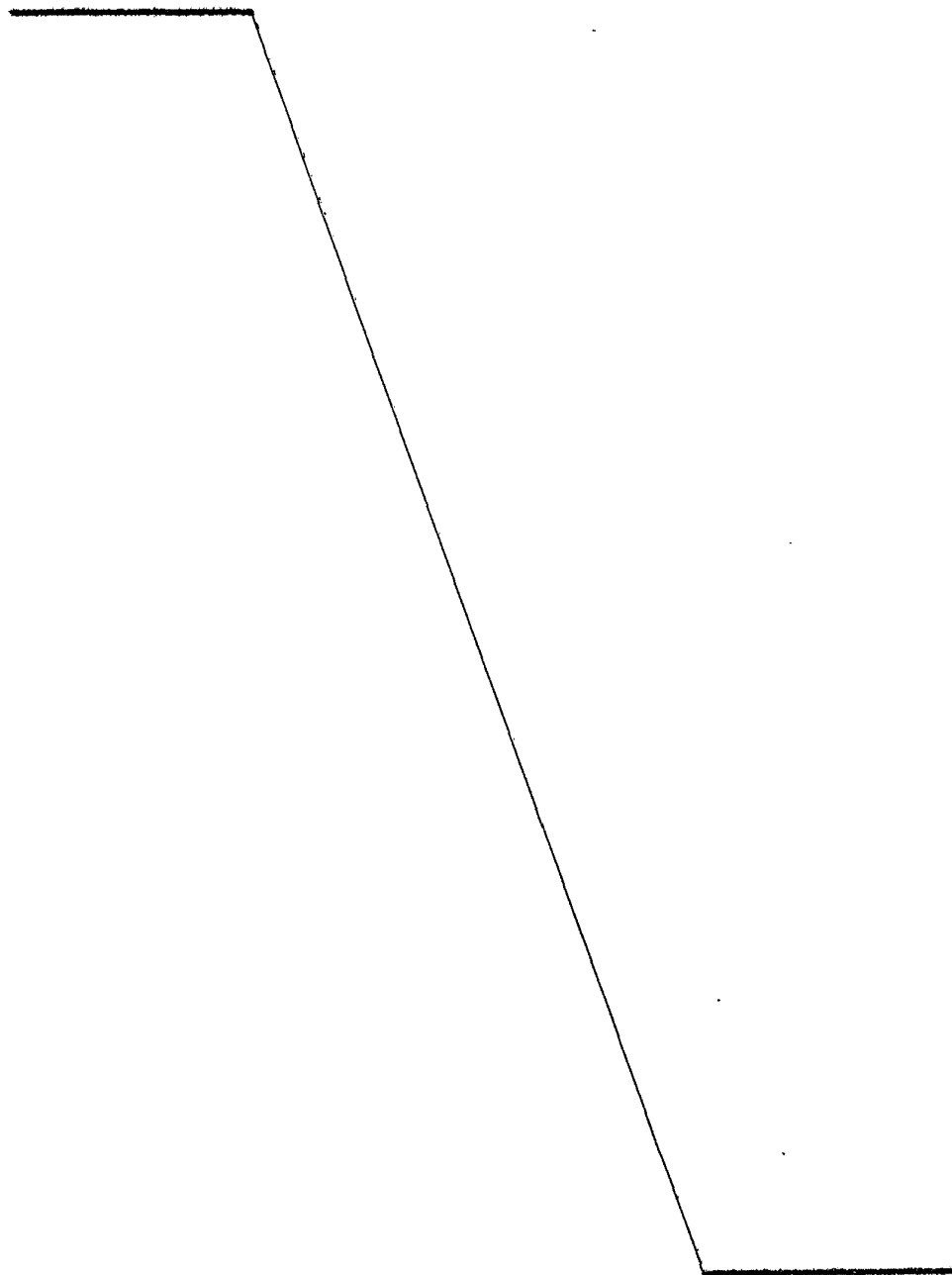
5. La atomización conduce a una transformación de los antocianos monómeros en formas antocianicas polimerizadas. Este fenómeno está ligado al secado por el calor, pero desde que se obtiene el polvo no se observa alteración suplementaria en el curso de la conservación. - - - - -

4º ejemplo: - - - - -

10. 500 kg de orujo de uva roja se lavan con 500 litros de agua caliente (70°C). El lavado se realiza a contracorriente para tener un rendimiento de difusión máximo. El trasmosto de difusión es rojo y el contenido en antocianos varía entre 0,5 y 1 g/l. A continuación, el trasmosto enfriado y filtrado pasa sobre 5 columnas de adsorbente de tipo Duolite ES 61. - - - - -

15. La elución se realiza con 1,2 hl de alcohol y el contenido en antocianos del eluido es del orden de 2,8 g/l. Este eluido es concentrado bajo vacío a una temperatura próxima a 40-50°C y se obtienen 13 litros de concentrado con 18 g de antocianos/l y con 30% de materias secas. Este concentrado es entonces secado por atomización. - - - - -

A los efectos consiguientes se declaran de nove
dad y propiedad para España, sus territorios y plazas de
soberanía, las reivindicaciones que siguen. - - - - -



REIVINDICACIONES

5. 1.- Procedimiento de tratamiento de orujos, vinazas, vinos y similares, para la obtención de colorantes, particularmente a partir del orujo de uva, caracterizado por extraer en caliente los colorantes, realizándose la extracción con agua pura y sin adyuvante químico. - - - - -
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por realizar la extracción con unas vinazas calientes sin adyuvante químico. - - - - -
10. 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque, a partir de vino o del extracto obtenido se recuperan en primer lugar los bitartratos por enfriamiento. - - - - -
15. 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se separan los antocianos del líquido sin tartratos por adsorción con resinas únicamente adsorbentes, y porque se procede a continuación a una elución con alcohol, que lava la resina cargándose con los antocianos. -
20. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el líquido decolorado por las resinas es sometido a fermentación y/o a una destilación. - - - - -
- 6.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el eluido alcohólico es concentrado ba-

jo vació a una temperatura de aproximadamente 40/45º para obtener, por un lado, el alcohol que puede ser utilizado para nuevas eluciones y, por otro lado, una solución concentrada de los antocianos. - - - - -

5. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el concentrado de antocianos es liofilizado o secado por microondas. - - - - -

10. 8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se extraen y después se separan sucesivamente los bitartratos, los antocianos, el alcohol y el azúcar. - - - - -

9.- "PROCEDIMIENTO DE TRATAMIENTO DE ORUJOS, VITAZAS, VINOS Y SIMILARES". - - - - -

15. Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de once hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 20 ENE. 1978
P.A. M. CURELL SUÑOL

