

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente descripción y según el ⁽¹⁶⁾PIES
tenido de la Memoria adjunta.

26 MAR 1978

(11) NUMERO	467990	(10) A1
(21)		
(22) FECHA DE PRESENTACION	17 Marzo 1978	

PATENTE DE INVENCION

A1 467.990 781201 BOLD 9/04

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
11713/77	19 Marzo 1977	Inglaterra

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(52) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	BOLD ; C12F	

(54) TITULO DE LA INVENCION
Procedimiento para la concentración de soluciones acuosas que contengan, además de componentes no volátiles, alcohol y pequeñas cantidades de componentes aromáticos volátiles.

(71) SOLICITANTE (S)
Douwe Egberts Koninklijke Tabaksfabriek, Koffiebranderijen en Theehandel B.V.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Keulsekade 143 Utrecht Holanda

(72) INVENTOR (ES)
D. Henricus Alexis Cornelis Thijssen, Técnico alimentario

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
Agente José Ibáñez

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

La invención se refiere a un procedimiento para la concentración de soluciones acuosas que contengan, además de compuestos no volátiles, alcohol y pequeñas cantidades de componentes aromáticos volátiles, como por ejemplo cervezas y vinos, mediante
5 la eliminación selectiva del agua.

Un procedimiento generalmente empleado en estos casos, es la concentración por evaporación. En la fase de evaporación, la mayor parte de los elementos volátiles escapa junto con el vapor de agua. Estos elementos volátiles pueden ser parcialmente
10 devueltos al concentrado, bien extrayendo los volátiles del líquido antes de la concentración evaporativa y añadiendo esos volátiles extraídos al concentrado que sale del evaporador, o bien recuperando en una columna de destilación los volátiles presentes en el vapor que escapa del líquido hirviendo en el
15 evaporador y añadiendo la concentración destilada de volátiles al líquido concentrado.

La combinación de destilación con concentración mediante evaporación, es ampliamente utilizada en la industria alimentaria, (véase por ejemplo la obra titulada "Avances en Investigación
20 Alimentaria", volumen 20, Prensa Académica, Nueva York y Londres 1973). Sin embargo, este sistema siempre produce concentrados que, después de su reconstitución, son inferiores a las bebidas originales no concentradas. Esto se debe al hecho de que los aromas volátiles son sólo parcialmente devueltos al
25 concentrado.

Cuando los aromas se separan del líquido en una columna de extracción, antes de la concentración evaporativa, sóloamente aque-

llos volátiles que tengan una volatilidad en solución suficientemente mayor que la del agua, pueden separarse y ser recuperados. Dado que parte de los aromas de muchos alimentos líquidos no satisfacen esta condición, se perderán en el siguiente proceso de evaporación.

Cuando en una columna de destilación se separan los volátiles de los vapores procedentes del líquido hirviendo en el evaporador, se perderán aquellos volátiles que tengan una volatilidad menor, o solamente un poco mayor, que la del agua. Estos volátiles abandonan la columna de destilación junto con el flujo de los residuos de agua. Mas aún, parte de los aromas muy volátiles escapará junto con los gases no condensables, a través del condensador del extractor o columna de destilación. También, en muchos casos, la degradación térmica de los jugos y bebidas en el evaporador es inevitable.

Los alimentos líquidos pueden ser concentrados sin pérdida de calidad, en un procedimiento de concentración por congelación. Dado que el agua se elimina de la solución acuosa por la transformación de fase líquida a cristales de hielo, pueden ser completamente evitadas las pérdidas de aroma por evaporación. A causa de la baja temperatura del proceso, sustancialmente menor de 0°C., se evita también la degradación térmica de los constituyentes termolábiles. Si los cristales de hielo formados en la solución de congelación son suficientemente grandes, no menores de 100 micrones de diámetro aproximadamente, la solución concentrada puede ser efectivamente separada de los cristales de hielo en columnas de lavado. Las pérdidas en columnas de lavado, convenientemente ajustadas, están claramente por debajo del 0,1% en peso del soluto introducido.

En la concentración de bebidas alcohólicas, por ejemplo vinos y cervezas, el factor limitativo para el máximo grado de concentración es el alcohol. Bajo condiciones de cristalización, (congelación), un incremento en la concentración de etanol se traduce en una temperatura de congelación progresivamente decreciente y en una viscosidad incrementada también en forma progresiva. Por encima de aproximadamente el 40% en peso de alcohol, la concentración de éste resulta económicamente prohibitiva para el proceso de concentración por congelación.

El efecto del factor de concentración, que es la proporción entre el peso de la solución inicial y el peso de la solución concentrada que contenga el mismo peso de soluto, sobre la temperatura de congelación, se da en la tabla N° 1.

Tabla N° 1: Efecto del factor de concentración sobre la temperatura de congelación, en una disolución patrón de vino. La concentración inicial de alcohol es del 10% en peso. La concentración inicial de sólidos disueltos es del 3% en peso.

Factor de concentración	Descenso de la temp. de congelación		Temperatura de congelación del concentrado. °C
	Debido a los sólidos disueltos En °C	Debido al etanol En °C	
1	0,4	5	- 5,4
2	0,6	11	- 11,6
3	1,0	19	- 20,0
4	1,4	27	- 28,4
5	1,8	35	- 36,8
6	2,4	44	- 46,4

Como se puede observar en la Tabla N° 1, el efecto del incremen-

85 to de la concentración de sólidos disueltos en el vino sobre el descenso de la temperatura de congelación, es prácticamente despreciable comparado con el descenso del punto de congelación debido al correspondiente incremento del contenido de alcohol.

Un aspecto de la concentración por congelación a temperaturas
90 muy bajas de soluciones acuosas que contengan alcohol, es la alta viscosidad de la solución, lo que se traduce en un grado muy bajo de formación de cristales de hielo y consiguientemente en una escasa capacidad de producción de hielo para el cristallizador. La viscosidad de un concentrado cuádruple de vino es
95 mucho mayor que la de ese mismo concentrado cuando lo haya sido después de la retirada del alcohol mediante destilación.

Un inconveniente todavía mayor, es el fuerte incremento en los costes de energía por cada unidad en peso de hielo (agua) a retirar con descenso de la temperatura. El calor de cristalización se elimina siempre indirectamente por medio de una bomba
100 calorífica (la refrigeración tiene lugar mediante la evaporación de un refrigerante, por ejemplo freón, y la subsiguiente compresión y condensación del vapor). El consumo de energía por julio de calor eliminado, es proporcional a la diferencia
105 de temperatura entre la condensación y evaporación del refrigerante. Para un vapor refrigerante que condense a +5°C y una diferencia de temperatura entre el refrigerante de evaporación y la solución de cristalización de 10°C, la Tabla N° 2 muestra el efecto del factor de concentración sobre el consumo de energía, de un compuesto patrón de vino conteniendo alcohol, con
110 relación al consumo de energía de una solución libre de alcohol.

Tabla N° 2: Efecto del factor de concentración sobre el consumo relativo de energía del cristalizador, en la concentración por congelación de unas soluciones patrón de vinos, con y sin alcohol.

115

Factor de Concentración	Diferencia de temperatura entre condensación y evaporación del refrigerante en °C		Proporción entre el consumo de energía con y sin alcohol en la fase de concentración por congelación
	Sin alcohol	Con alcohol	
2	15,6	26,6	1,7
3	16,0	35,0	2,2
4	16,4	43,4	2,6
5	16,8	51,8	3,1
6	17,8	61,4	3,5

120

125

El concepto inventivo de la presente solicitud, referido a bebidas alcohólicas, resuelve el problema del efecto negativo de un incremento de la concentración de alcohol, en el proceso de concentración por congelación, sobre la capacidad del equipo necesario y, por tanto, en costes de equipo y de energía, mediante la combinación de dos operaciones, a saber, destilación y concentración por congelación.

130

De acuerdo con la invención, se proporciona un procedimiento para la concentración de soluciones acuosas que contengan, además de componentes no volátiles, alcohol y pequeñas cantidades de componentes aromáticos volátiles, como por ejemplo el vino y la cerveza, mediante la eliminación selectiva del agua, y que comprende las siguientes fases:

135

a) Una primera fase en la cual la mayor parte del alcohol y componentes aromáticos volátiles, se elimina mediante un

140

proceso de destilación, preferiblemente a presión muy reducida, a partir de la cantidad bruta de solución acuosa y en la que los vapores obtenidos mediante dicho proceso de destilación se condensan en un condensador.

145 b) Una segunda fase en la cual la solución acuosa obtenida en la fase (a), se concentra por la eliminación del agua en un proceso de concentración por congelación.

c) Una tercera fase en la cual el condensado obtenido en la fase (a) se mezcla con el concentrado obtenido en la fase
150 (b).

A diferencia de la destilación combinada con evaporación, la combinación según la invención, de la separación del alcohol de la bebida mediante destilación, preferiblemente a presión muy reducida, antes de la eliminación del agua de la misma
155 mediante una concentración por congelación, y de la concentración por congelación, tiene muy pocos o ningún efecto adverso sobre la calidad de la bebida reconstituida. Esto se debe al hecho de que en el proceso se minimizan las pérdidas de aromas y la degradación térmica.

160 En el procedimiento según la invención no hay necesidad de una completa separación mediante destilación entre el agua y los volátiles, incluyendo el alcohol y los aromas, ya que los componentes aromáticos que quedan en los residuos del producto se retienen en el concentrado. Es obvio que en la subsiguiente
165 concentración por congelación sólo se retira el agua.

Las pérdidas de componentes aromáticos que escapan junto con los gases no condensables que salen de la columna de destila-

ción, pueden ser casi eliminadas mediante un descenso de la temperatura del destilado, antes de la separación de éste de los gases no condensables, hasta un valor tan bajo que la tensión de vapor de los componentes aromáticos sea inapreciable. A una temperatura de por ejemplo -40°C , las pérdidas aromáticas por la parte superior de la columna de destilación son prácticamente nulas.

175 Para evitar la degradación térmica de los componentes aromáticos, es recomendable en la mayoría de los casos disminuir la presión en la columna de destilación hasta un valor en el que la temperatura de los residuos de producto no exceda de $40-50^{\circ}\text{C}$ y el tiempo de permanencia no exceda de 30 minutos, aproximadamente.

De acuerdo con la invención, se ha encontrado que, sin embargo, en algunos casos pueden producirse reacciones indeseables por las siguientes razones. Toma cierto tiempo establecer el equilibrio en la columna de destilación para todos los componentes aromáticos. El tiempo de permanencia para alguno de estos componentes puede ser, por tanto, demasiado largo y por ello verse adversamente influenciada la calidad del producto. En tales casos es recomendable provocar periódicamente una afluencia rápida de todos los componentes aromáticos fuera de la columna de destilación, por ejemplo alrededor de una vez cada 15 a 60 minutos.

Ese flujo rápido puede conseguirse mediante funcionamiento a reflujo cero durante algún tiempo (por ejemplo de 1 a 3 minutos).

195 La presente invención se describirá más detalladamente y se

ilustrará con el dibujo que se acompaña, correspondiente a un esquema de funcionamiento de una forma de realización del procedimiento de la presente invención.

El líquido a ser concentrado -1- se introduce en la columna de
200 destilación -2- que trabaja a baja presión. Los vapores -16-,
que contienen prácticamente todo el etanol y parte de los aromas,
se extraen por la parte superior y se condensan en un condensador -4-.
Parte de este condensado -8- se refluye a la parte superior de la columna de destilación. El resto, llamado
205 destilado, se enfría hasta -40°C en un intercambiador de calor
-5-. Las partes no condensables, como por ejemplo el aire, se separan del destilado en un separador de gases-líquidos -6-.
El destilado -9- se extrae y se mezcla seguidamente en un mezclador -17- con el producto concentrado por congelación -14-
210 que sale de la columna de lavado -12-.

La baja presión en la columna de destilación se mantiene a un nivel deseado por medio de la bomba de vacío -7-. Debido a la muy baja temperatura, -40°C , de la mezcla de condensado y gases inertes en el separador -6-, las pérdidas de aroma con los gases expulsados -18- son evitadas casi totalmente. El líquido
215 -10- que sale por la parte inferior de la columna de destilación está prácticamente libre de alcohol, pero no tiene que estar, generalmente no lo estará, libre de aromas, esto es, no estará libre de aquellos que sean menos volátiles. Este líquido
220 se introduce seguidamente en el cristalizador por congelación -11-. En este cristalizador el líquido, según la concentración de sólidos disueltos, puede ser concentrado entre tres y treinta veces, o incluso más. En la columna de lavado -12-, se separa el líquido de los cristales de hielo. Cuando el proceso de
225 concentración por congelación funciona debidamente, las pérdi-

das de soluto con el hielo -13-, que abandonan la columna de lavado -12-, son inapreciables.

Las columnas de destilación a utilizarse en el proceso según la invención, están descritas, por ejemplo, en la obra inicialmente citada. Un cristizador por congelación está descrito por ejemplo, en la Patente Norteamericana n° 4.004.886, y columnas de lavado en las Patentes Norteamericanas 3.777.892 y 3.872.009.

La presente invención será más detalladamente descrita mediante el siguiente ejemplo.

Ejemplo: Sextuple concentración de vino.

1000 Kg. por hora de vino, conteniendo el 10% en peso de etanol y el 3% en peso de sólidos disueltos, se introdujo en la columna de destilación -2-. El promedio de evaporación en esta columna fue de 330 Kg. por hora. La columna contenía diez láminas teóricas en la sección inferior y cinco en la superior. El diámetro era de 0,38 m y la altura de 3,5 m.

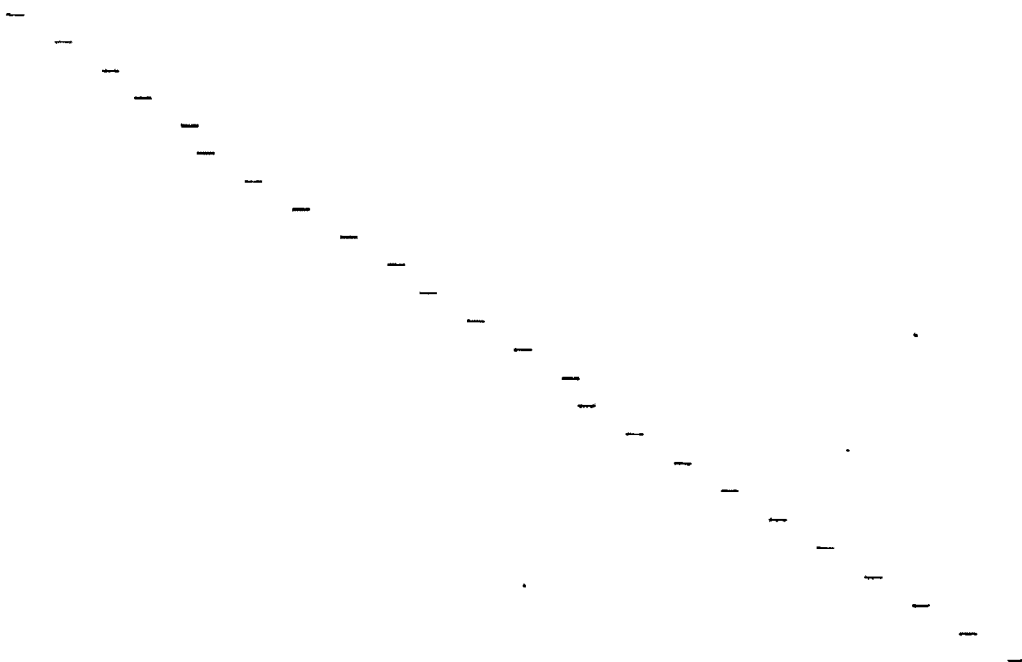
Se operó a una presión de 60 mm de mercurio. Se extrajeron por la parte superior de la columna, 111 Kg de destilado que contenían el 90% en peso de etanol. El flujo de residuos estaba casi libre de alcohol y suspuso 889 Kg por hora. La concentración de sólidos disueltos en los residuos fue del 3,4% en peso. En el cristizador este flujo de residuos se concentró 15 veces. El promedio de afluencia de concentrado -14- fue de 60 Kg por hora y el concentrado contenía el 50% en peso de sólidos disueltos. De la columna de lavado se extrajeron 829 Kg por hora de hielo. La mezcla -15- de destilado -9- y de sólidos disueltos

-14-, concentrados por congelación, supuso 171 Kg por hora. Contenia el 58,5% en peso de etanol, el 17,5% en peso de sólidos disueltos y el 24% en peso de agua. El factor global de concentración fue del 5,85.

Las pérdidas de aroma fueron prácticamente nulas. En la columna se provocaron afluencias rápidas mediante el cierre del reflujo -8- durante dos minutos cada hora.

260 El concentrado total, reconstituido a la concentración original mediante dilución con agua, tenía un olor y sabor que difícilmente podría distinguirse de los de una muestra del producto original.

Descrito suficientemente el objeto de esta solicitud, se declaran de novedad y propiedad las siguientes reivindicaciones.



REIVINDICACIONES

- 1) Procedimiento para la concentración de soluciones acuosas que contengan, además de componentes no volátiles, alcohol y pequeñas cantidades de componentes aromáticos volátiles, como por ejemplo vino y cerveza, mediante la eliminación selectiva de agua, caracterizado porque comprende las siguientes fases:
- 270
- a) Una primera fase en la cual la mayor parte de alcohol y de componentes aromáticos volátiles se separa mediante un proceso de destilación, preferiblemente a presión muy reducida, de la cantidad bruta de solución acuosa y en la cual los vapores obtenidos mediante dicho proceso de destilación se condensan en un condensador.
- 275
- b) Una segunda fase en la cual la solución acuosa obtenida en la fase anterior se concentra mediante la eliminación de agua en un proceso de concentración por congelación.
- 280
- c) Una tercera fase en la cual el condensado obtenido en la fase (a) se mezcla con el concentrado obtenido en la fase (b).
- 2) Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la presión en el proceso de destilación se mantiene en valores tales que la temperatura de los residuos de dicho proceso no supera los 40-50°C.
- 285
- 3) Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la corriente de reflujo de líquido en el proceso de destilación, es interrumpida periódicamente durante un corto espacio de tiempo.
- 290
- 4) Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por-

que la corriente de reflujo de líquido en el proceso de destilación, se interrumpe cada 15-60 minutos durante un período de 1-3 minutos.

5) PROCEDIMIENTO PARA LA CONCENTRACION DE SOLUCIONES ACUOSAS QUE CONTENGAN, ADEMAS DE COMPONENTES NO VOLATILES, ALCOHOL Y PEQUEÑAS CANTIDADES DE COMPONENTES AROMATICOS VOLATILES.

Todo según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva, que consta de doce páginas mecanografiadas por una sóla de sus caras, y se ilustra con el dibujo que se acompaña.

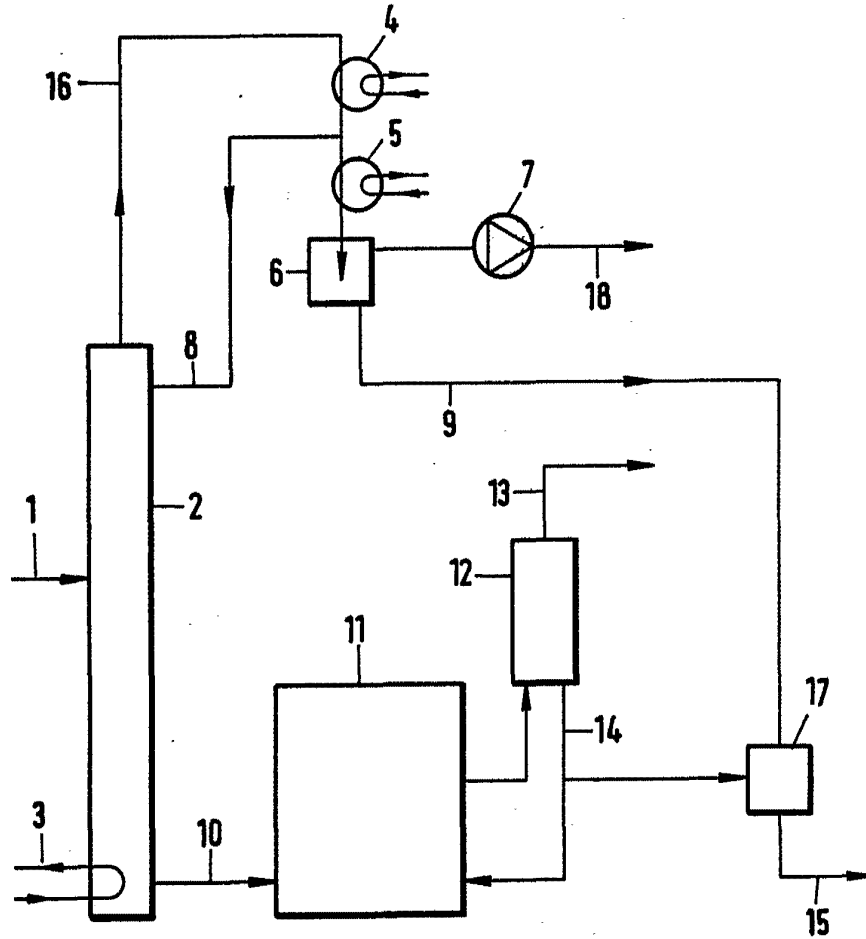
Madrid, 17 de Marzo de 1978

Douwe Egberts Koninklijke Tabaksfabriek,
Koffiebranderijen en Theehandel B.V.

p.a.

JOSE IBAÑEZ
Agente Oficial





Madrid, 17 de Marzo de 1.978

JOSE BAÑEZ

Agente Oficial

ESCALA VARIABLE