



ESPAÑA

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

11	NUMERO	10	A1
19	ES	21	477251
22	FECHA DE PRESENTACION		29-1-79

PATENTE DE INVENCION

Fl. 1-8-79

60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	B01D	No 475560
64 TITULO DE LA INVENCION		
"UN METODO PARA PRODUCIR BEBIDAS A BASE DE VEGETALES"		
71 SOLICITANTE (ES)		
JOHNS-MANVILLE CORPORATION (5063/5077-B Div.)		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Ken-Caryl Ranch, Denver, Colorado 80217, Estados Unidos de América.		
72 INVENTOR (ES)		
Timothy Graham Bradley y Raymond Leroy McAdam		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 70.850)		

lfg

1           La invención descrita en esta memoria se refiere a coadyuvantes de filtración, especialmente diatomita, que tienen un contenido bajo de hierro soluble. Se refiere también a un método para la producción de tal coadyuvante de filtración con contenido bajo de hierro soluble.

5           En la fabricación o el tratamiento de cierto número de bebidas de origen vegetal (especialmente la cerveza ordinaria, la cerveza inglesa denominada "ale", el vino y los zumos de frutas) la bebida se filtra una o más veces a través de medios de filtración heterogéneos granulares, usualmente diatomita. Estos medios de filtración  
10           contienen pequeñas cantidades de diversos minerales y compuestos, entre los cuales se hallan compuestos de hierro. Una cierta proporción pequeña del contenido de hierro de los medios es soluble en las bebidas vegetales. Puede  
15           hacerse referencia a esta porción del hierro como "hierro soluble en las bebidas" (abreviado frecuentemente como "BSI").

          La presencia de niveles mayores de BSI disuelto en la bebida puede ser perjudicial para el sabor y la estabilidad a largo plazo ("vida útil de almacenamiento")  
20           de la bebida. Por consiguiente, sería deseable tener un medio de filtración que tenga un contenido bajo de BSI pero que retenga sus propiedades deseables de filtración y clarificación.

25           De acuerdo con ello, la presente invención proporciona un método para la reducción del contenido de hierro soluble en las bebidas de un coadyuvante de filtración que comprende poner en contacto el coadyuvante de  
30           filtración en forma granular con ácido tánico, ácido gálico

1 co o mezclas de los mismos. Pueden estar presentes también  
en la solución agentes controladores del color tales como  
ácido cítrico. Constituye también una parte de la presente  
invención un coadyuvante de filtración con contenido bajo  
de hierro soluble en las bebidas producido de acuerdo con  
5 este método.

El material básico utilizado en el procedimiento  
de la invención es un coadyuvante de filtración granular  
que contiene inicialmente hierro soluble en las bebidas.  
("Inicialmente" se refiere, en esta memoria, al contenido  
10 de BSI inmediatamente antes del procedimiento de tratamien  
to de esta invención. Para entonces, el coadyuvante de fil  
tración probablemente habrá sufrido ya un tratamiento pre  
vio que puede haber alterado el contenido de BSI del mate  
rial original tal como el mineral bruto del que se fabrica  
15 el coadyuvante de filtración.) Por conveniencia, la inven  
ción descrita en esta memoria se expondrá en términos de  
diatomita, dado que éste es el coadyuvante de filtración  
corriente y preferido para bebidas de origen vegetal. No  
obstante, se entenderá que el procedimiento es aplicable  
20 también a otros coadyuvantes de filtración, tales como  
perlita y arcillas, que contienen hierro soluble en las  
bebidas. Las consideraciones expuestas a continuación  
para la diatomita serán aplicables análogamente a estos  
otros coadyuvantes de filtración.

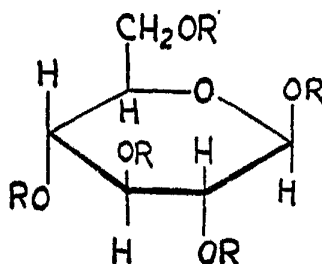
25 La diatomita es un material que existe en esta  
do natural, que se encuentra en depósitos en diversas par  
tes del mundo. Se forma por la deposición durante muchos  
años de los esqueletos silíceos de organismos marinos mi  
croscópicos antiguos conocidos como diatomeas. Existen de  
30

1    pósitos de magnitud comercial en California, Oregón,  
Washington y varios otros estados de los EE.UU., así como  
en varios otros países. La composición química de una dia-  
tomita típica es 85 a 90% de sílice, 2 a 4% de alúmina,  
5    1 a 2% de óxido férrico, y pequeñas cantidades (menores de  
1%) de materiales tales como óxido de magnesio, cal, álca-  
lis y óxido de titanio. Hay también típicamente hasta apro-  
ximadamente 5% de materias volátiles que incluyen agua,  
dióxido de carbono y materia orgánica.

10           Después de entrar el mineral, la diatomita (que  
se conoce también frecuentemente como "tierra de diatomeas")  
puede triturarse, tamizarse, calcinarse y clasificarse pa-  
ra separarla en una diversidad de grados de diferentes -  
granulometrías, purezas y reactividades. El grado de dia-  
tomita y las diversas etapas convencionales de manipula-  
15   ción y tratamiento no son particularmente críticos para la  
presente invención. La presencia de hierro soluble en las  
bebidas es en parte una función de la composición química  
del mineral original. El tipo de técnicas de tratamiento  
convencionales (principalmente mecánicas y térmicas) uti-  
20   lizadas para producir los grados comerciales de diatomita  
puede afectar a la cantidad global de BSI en el producto  
de diatomita final. Sin embargo, esta invención es gene-  
ralmente aplicable a todas las variedades de diatomita que  
contienen cantidades importantes de hierro soluble en las  
25   bebidas.

          En el procedimiento de la presente invención, el  
contenido de hierro soluble en las bebidas de la diatomita  
se reduce poniendo en contacto la diatomita granular con  
30   una solución acuosa de ácido tánico, ácido gálico o mez-

1 -clas de estos ácidos. El ácido tánico (conocido también  
 como ácido galotánico y tanino), es una sustancia que  
 existe en estado natural, que se encuentra ampliamente en  
 las plantas, en particular en el roble y el zumaque. La  
 fórmula molecular exacta es desconocida, pero se cree que  
 5 es una mezcla de varios derivados de ácido gálico. Una  
 fórmula publicada típica es  $C_{76}H_{52}O_{46}$  con una estructura  
 molecular de



15 donde R son sustituyentes galóilo, m-digaloilo, ó m-triga-  
 loilo. Las propiedades físicas comerciales típicas del áci-  
 do tánico son que el mismo se descompone aproximadamente  
 a 210°C; que puede estar en forma de polvo, escamas o una  
 masa esponjosa; es inodoro; tiene un sabor astringente  
 fuerte; y es soluble en agua, alcohol y acetona, y casi  
 20 insoluble en benceno, cloroformo y éter.

25 El ácido gálico (ácido 3,4,5-trihidroxibenzoico)  
 se halla corrientemente en forma de agujas o prismas cris-  
 talinos incoloros o ligeramente amarillos que son solubles  
 en alcohol y glicerina y escasamente solubles en agua y  
 éter. Tiene una densidad relativa de 1,7 y un punto de fu-  
 sión de aproximadamente 230°C. Se produce generalmente por  
 la acción de mohos sobre soluciones de tanino o por ebulli-  
 ción de tanino con ácido fuerte o con sosa cáustica.

30 En la presente invención, la diatomita se trata

1 poniéndola en contacto con soluciones acuosas de ácido tá  
nico, ácido gálico o mezclas de los dos. La solución con  
tendrá normalmente 1% a 20% de ácido en peso, aunque la  
concentración de la solución ácida no es crítica. La can-  
tidad de ácido (medida como ácido más y no como solución)  
5 útil en el presente procedimiento estará comprendida den-  
tro del intervalo que va desde 0,1 a 1,5 moles-gramo de  
ácido por tonelada de diatomita, preferiblemente de 0,2 a  
1,2 moles-gramo de ácido por tonelada de diatomita.

La puesta en contacto puede realizarse por cual-  
quiera de varios procedimientos. La solución ácida puede  
10 pulverizarse sobre la diatomita mientras que ésta última  
está siendo clasificada por suspensión en una corriente  
de aire. Alternativamente, la diatomita puede lavarse sim-  
plemente con el ácido, como por ejemplo haciéndola atrave-  
sar un baño de la solución ácida, o vertiendo el ácido a  
15 través de una capa de la diatomita. Pueden utilizarse tam-  
bién otros medios convencionales de contacto líquido/sólido  
tales como lechos fluidizados. La elección particular  
de la técnica para poner en contacto el ácido y la diato-  
mita se basará en el equipo disponible, criterios económi-  
cos y otros criterios similares.

El tiempo de contacto variará de acuerdo con la  
concentración de la solución ácida y la cantidad de hierro  
soluble en las bebidas presente en la diatomita (un análi-  
25 sis típico de diatomita muestra 45 a 55 partes por millón  
-ppm- de BSI). El tiempo de contacto puede ser muy corto,  
tal como simplemente el tiempo requerido para que se for-  
me una suspensión espesa de la diatomita en la solución y  
30 filtrarla. El tiempo de tratamiento óptimo para cualquier

1 - muestra específica de diatomita y cualquier concentración de ácido puede determinarse fácilmente por experimentación de rutina.

5 Si se desea, la diatomita y/o la solución ácida pueden calentarse también a una temperatura del orden de 90°C a 100°C antes de ponerlas en contacto para acelerar la reacción por la cual el ácido extrae BSI de la diatomita. La naturaleza exacta de esta reacción de extracción no se conoce, pero se cree que el hierro se extrae por complejación con el ácido.

10 A continuación del contacto con el ácido, la diatomita puede lavarse con agua para separar el ácido y el hierro extraído. Si se desea, puede utilizarse una pluralidad de enjuagados, el agua de enjuagado puede calentarse, y/o se pueden utilizar duraciones variables del o los  
15 períodos de enjuagado. Sin embargo, el enjuagado no es obligado, dado que después de ser tratado con el ácido, la solubilidad del hierro en las bebidas se reduce tanto si el mismo permanece sobre la diatomita como si se separa por enjuagado. Las técnicas de enjuagado óptimas, en caso  
20 de ser utilizadas, constituirán simplemente materia de elección para un experto en la técnica.

25 Si se desea, la solución acuosa de ácido tánico y/o ácido gálico puede contener también agentes de control del color. Estos ácidos tienen cierta tendencia a impartir un color oscuro a las soluciones, y los agentes de control del color reaccionan con cualquier posible ex  
30 ceso de ácido para reducir dicha tendencia, decolorando así las soluciones. Los agentes de control del color adecuados incluyen ácido cítrico, sulfito de sodio, bromato

1 de potasio, y ácido etilendiaminotetraacético. Los niveles de concentración de estos agentes constituirán materia de elección de rutina, pero niveles típicos que se han encontrado satisfactorios son 0,2 a 0,3 molar en una solución que es 0,04 molar en ácido tánico y/o ácido gálico.

5 Los ejemplos siguientes ilustrarán el procedimiento de esta invención. Muestras de 50 g de una diatomita de California calcinada con fundente que contenía aproximadamente 45 a 55 ppm de BSI se precalentaron a aproximadamente 93°C durante 3 horas. Se prepararon soluciones  
10 acuosas de ácido utilizando 17% de ácido en agua. Cada muestra de diatomita calentada se puso en un mezclador que estaba equipado con medios de calentamiento para mantener la temperatura de precalentamiento. La agitación de la diatomita para formar una suspensión en el aire se consiguió  
15 por medio de las paletas del mezclador. El ácido se pulverizó en el vaso del mezclador. La dispersión completa del ácido a través de la diatomita se obtuvo en aproximadamente 2 minutos. La diatomita se secó luego, y se determinó la concentración en BSI.

20 En una técnica alternativa, se formó una torta de filtración en un filtro de Buchner utilizando 50 g de diatomita y agua. La torta de filtración se lavó luego con 500 ml de solución de ácido al 17%. El ácido permaneció en contacto con la torta de filtración durante aproximadamente 10 minutos. Después de ello, la torta de filtración se enjuagó con agua, se secó, y se determinó la concentración de BSI. Se encontró que los resultados eran  
25 equivalentes a la técnica de pulverización.

30 Los resultados típicos se presentan en la tabla

1 siguiente.

	Dosificación kg ácido/tonelada diato- mita	Reducción de BSI, %	
	Acido tánico	0,41	30
		0,77	50
5		0,82	35
		0,86	53
		1,50	70
		1,63	68
10	Acido gálico	0,20	7
		0,39	35
		0,43	12
		0,86	30
		1,32	40

15

Será evidente, sobre la base de estos datos, que el procedimiento de la presente invención reduce notablemente la cantidad de hierro soluble en las bebidas presente en los filtrados de diatomita. Por consiguiente, la diatomita resultante con contenido bajo de hierro soluble en las bebidas constituye un medio de filtración excelente para bebidas de origen vegetal, ya que reduce sustancialmente la cantidad de hierro que es extraída por la bebida de la diatomita durante la filtración.

20

25

Se experimentó con otros fluidos de contacto para determinar si había otros materiales equivalentes a los ácidos tánico y gálico. Se ensayaron todos los compuestos siguientes: agua, almidón, sacarosa, fosfato de sodio mono

30

básico, ácido tartárico, ácido glucónico, ácido salicílico,

1 y la sal de sodio del ácido etilendiaminotetraacético. Los  
ácidos orgánicos de este grupo produjeron sólo una reduc-  
ción insignificante en el BSI. Los materiales restantes  
eran capaces de reducir el BSI en mayores cantidades que  
los ácidos orgánicos, pero se necesitaban períodos de tiem  
5 po largos (con frecuencia 10 días a 2 semanas) para alcan-  
zar los niveles de reducción del BSI obtenidos con los áci-  
dos tánico y gálico en cuestión de minutos.

10

15

20

25

30

- REIVINDICACIONES -

1

5

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

10

1ª.- Un método para producir bebidas a base de vegetales, caracterizado por filtrar una bebida a través de un coadyuvante de filtración, habiendo tenido dicho coadyuvante de filtración su contenido inicial de hierro soluble en bebidas, reducido antes de dicha filtración poniendo en contacto el coadyuvante de filtración en forma granular con ácido tánico, ácido gálico o sus mezclas.

15

2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque dicho coadyuvante de filtración comprende diatomita.

20

3ª.- Un método según la reivindicación 2ª, caracterizado porque la bebida a base de vegetales es cerveza, vino, cerveza inglesa (ale) o zumo de frutas.

25

4ª.- UN METODO PARA PRODUCIR BEBIDAS A BASE DE VEGETALES.

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

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

Madrid, 29.ENE.1979

P.A.

**Alberto de Elizaburu**  
Por Poder,

