



ESPAÑA

19 ES 21 22	11 NUMERO 480.691	10 A1
	22 FECHA DE PRESENTACION 18-5-79	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figura en la presente solicitud y en el contenido de la Memoria adjunta.

**PATENTE DE INVENCION**

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
------------------------------	----------	---------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C12G 1/00; C12G 3/06	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64	TITULO DE LA INVENCION  "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN AROMA DE ROBLE NATURAL"
----	--

71	SOLICITANTE (S) "SISTEMAS NATURALES INTERNACIONALES, S.A." -SINATIN, S.A.-
----	---

DOMICILIO DEL SOLICITANTE	Espronceda, 39, 1ª Dcha., Madrid
---------------------------	----------------------------------

72	INVENTOR (ES) José Ignacio Ruiz Palacios
----	---

73	TITULAR (ES)
----	--------------

74	REPRESENTANTE D. ALFONSO DIEZ DE RIVERA (P.- 71.482)
----	---

1 El presente invento se refiere a un procedi-  
miento para la obtención de un aroma de roble natural, y  
al producto obtenido mediante la realización de dicho pro-  
cedimiento.

5 Actualmente, el proceso de envejecimiento o -  
añejamiento del vino es una operación que posee bastantes  
inconvenientes y desventajas. Como es bien sabido el enve-  
jecimiento en barriles de robles es un proceso físico-quí-  
mico de gran complejidad. En líneas generales se puede de-  
10 cir que la acidez del vino disminuye, el alcohol, los áci-  
dos y otros constituyentes se transforman y asocian de -  
formas muy numerosas y complejas para formar nuevos com-  
puestos químicos, tales como aldehidos y acetales, produ-  
ciéndose también una precipitación de sales. Se produce -  
15 por tanto una interacción físico-química compleja entre -  
los constituyentes del vino y la madera de la que están -  
fabricados los barriles.

El proceso clásico de envejecimiento implica -  
como es sabido tiempos muy prolongados, que pueden osci-  
20 lar entre dos y veinte años, lo cual en el caso de una bo-  
dega de tamaño relativamente grande puede suponer un capi-  
tal inactivo muy considerable. Además, durante el proceso  
se producen pérdidas por evaporación, lo que implica apor-  
tar vino a los barriles con el consiguiente consumo de ma-  
25 no de obra, además del de materia prima, como se puede de-  
ducir del hecho de que un barril típico de 225 litros de  
capacidad pierda 1 litro mensual como mínimo, en el caso  
de los vinos tintos. Por tanto, un operario debe vigilar  
que los barriles estén siempre llenos, añadiendo vino de  
30 nueva aportación una vez por semana en invierno y dos ve-

1 ces por semana en verano. Por otra parte los barriles de  
roble son unos recipientes muy caros que ocupan mucho es-  
pacio.

5 Ya se ha intentado resolver estos problemas -  
por dos vías, la primera mediante la obtención de un con-  
centrado de aroma de roble que se incorpora al vino y la  
segunda mediante el tratamiento del vino por radiación -  
con energía electromagnética de diferentes zonas del es-  
pectro.

10 Entre los intentos del primer tipo cabe seña-  
lar la maceración de roble en el seno de una solución hi-  
droalcohólica y la destilación a presión reducida de una  
solución hidroalcohólica en la que está sumergida madera  
de roble en estado dividido.

15 La maceración consiste en poner en contacto ma-  
dera de roble con una solución hidroalcohólica durante un  
tiempo determinado, al cabo del cual la solución extrae -  
ciertos componentes de la madera de roble. Es un procedi-  
miento discontinuo o por tandas, que extrae colorantes, -  
20 pero que al igual que la destilación a presión reducida,  
proporciona un jarabe rico en componentes "de nariz" y po-  
bre en componentes "de boca". Ello implica que, aparte de  
este jarabe concentrado, deban añadirse al vino productos  
naturales o sintéticos que se marchan al poco tiempo. El  
25 fracaso de estos procesos parece radicar en que no extraen  
del roble los productos de fijación constituidos por gomo-  
resinas, que se cree que juegan un papel importante en -  
los componentes "de boca"

30 La segunda vía, es decir, el tratamiento de -  
energía electromagnética ha implicado someter el vino a -

1 ultrasonidos, radiación infrarroja y radiación ultravioleta que son procesos sofisticados y costosos, que en vinos no han dado resultado. Solamente en licores se ha conseguido algo, pero a escala no industrial.

5           Existe por tanto la necesidad de un nuevo procedimiento que supere los inconvenientes de los procesos reseñados y los inconvenientes de espacio, materiales y tiempo, del proceso convencional que tan marcadamente repercuten en la economía del proceso productivo, los cuales son superados por el procedimiento objeto del presente invento, el cual permite la obtención de un aroma de roble natural, que incorporado al vino en una proporción sumamente pequeña, comprendida entre 0,90 - 1,50% en volumen, le confiere la calidad de un vino envejecido por el procedimiento convencional.

15           Los vinos y bebidas alcohólicas ganan además desde el primer momento, en un paladar más estable resaltando sus condiciones naturales, en una suavidad sólo comparable a la de los vinos de crianza. Con el tiempo, estas cualidades van a más, acentuándose en dichos vinos las características de los envejecidos en barriles de roble.

20           En estudios realizados por la firma solicitante en sus laboratorios se ha podido comprobar que, más del 50% de las cualidades de los vinos y licores de crianza, especialmente aroma y sabor, son debidas a los productos cedidos por extracción de estas bebidas alcohólicas de los barriles de roble que las contienen durante dicha crianza.

30           Mediante un sistema físico-natural constituí-

1 dos por el procedimiento objeto del invento se obtiene un  
aroma de roble concentrado, que contiene todos los ingre-  
dientes indispensables que fundamentan la crianza. Dicho  
aroma en forma líquida, es de fácil adición y solubilidad  
5 instantánea, haciendo realidad en pocas semanas lo que -  
hasta ahora requería años. Por lo que antecede, se puede  
afirmar que con el empleo del producto obtenido por el -  
procedimiento del invento, se consigue una aceleración -  
del proceso natural de envejecimiento, como ha podido com-  
10 probarse de análisis cromatográficos de vinos y licores -  
envejecidos en barriles de roble por el procedimiento con-  
vencional, y en vinos y licores de los mismos tipos a los  
que se ha incorporado el aroma natural de roble obtenido  
por el procedimiento del invento. En ambos casos los men-  
15 cionados análisis cromatográficos han dado resultados sus-  
tancialmente idénticos. Como se verá más adelante en esta  
memoria las pruebas realizadas por catadores expertos, han  
dado resultados positivos, ya que dichos catadores no pu-  
dieron establecer una diferencia entre un tipo determinado  
20 de vino que había sido envejecido por el procedimiento -  
convencional, y el mismo vino envejecido mediante la adi-  
ción del aroma de roble natural obtenido por el procedi-  
miento objeto del invento.

El objeto del invento es por tanto un nuevo -  
25 procedimiento para la obtención de un aroma de roble natu-  
ral. Dicho procedimiento emplea un sistema de extracción  
sólido-líquido forzada en circuito cerrado, en una insta-  
lación del tipo que se ilustra en los dibujos y que se -  
describe más adelante. En dicho sistema el sólido a ex-  
30 traer constituido por la madera de roble, se dispone en -

1 forma de virutas en unos recipientes de material inerte. Dichas virutas son sometidas a extracción con dos soluciones de diferente naturaleza química y en una secuencia de terminada.

5 En la primera fase de extracción, el agente de extracción está constituido por una solución hidroalcohólica de una graduación comprendida entre 45° y 70°, manteniéndose la temperatura del agente líquido de extracción durante todo el tiempo de la extracción en un valor comprendido entre 25° y 40°C. Otros parámetros operacionales de esta primera fase de extracción son una presión comprendida entre 0 y 1/2 Kg/cm<sup>2</sup>, un tiempo de 1-3 horas y una relación.

15 litros de solución hidroalcohólica  
Kg de virutas de roble  
comprendida en 1: 0,3 y 1:0,5.

20 Finalizada esta primera fase de extracción, la solución líquida de extracción se enfría hasta unos 20°C antes de retirarla del circuito de extracción. Se obtiene así un primer extracto con una graduación alcohólica inferior en 5-12° a la de la solución hidroalcohólica de partida.

25 En la segunda etapa las virutas de roble que han quedado impregnadas con la solución hidroalcohólica de la primera fase de extracción son sometidas a la segunda fase de extracción. Son aspectos típicos del invento el hecho de que en esta segunda fase la solución de extracción está constituida por agua descalcificada, la cual en el circuito cerrado de extracción atraviesa las virutas de roble en sentido contrario al de la primera fase.

30

1 En esta segunda fase la solución de extracción acuosa se  
mantiene en el circuito a una temperatura superior a la  
que se mantiene la solución hidroalcohólica. Típicamente  
la temperatura de la solución acuosa está entre 30°C y -  
5 95°C. Otros parámetros operaciones de esta segunda fase -  
son una presión comprendida entre 0 y 1/2 Kg/cm<sup>2</sup> y un -  
tiempo de extracción de 0,5 - 1,5 horas.

Finalizada esta segunda fase, la solución acuosa se enfría hasta unos 20°C antes de retirarla del circuito de extracción. Se obtiene así un segundo extracto con una graduación alcohólica de 5 - 15% ganados a costa de la recuperación de alcohol de impregnación de la primera fase.

El análisis cromatográfico del primer extracto revela la presencia de componentes volátiles de bajo punto de ebullición, tales como ácidos, aldehidos, alcoholes superiores, ésteres y furfural, así como parte de materia colorante y tanatos. En el segundo extracto se detecta materia colorante, tanatos, azúcares, iones metálicos, gomo-resinas y parte de los alcoholes superiores o aceites de fusel, que forman parte de los llamados "alcoholes de cola". También se obtiene el oximetilfurfural.

La última etapa del procedimiento consiste en mezclar los extractos primero y segundo en proporciones adecuadas, para obtener el aroma de roble natural, con una graduación comprendida entre 30% y 50%.

En lo que sigue se va a definir brevemente, con referencia a la única figura de los dibujos una instalación en la que pueden llevarse a cabo las dos fases de extracción forzada en circuito cerrado que constituyen -

1 las dos primeras etapas del procedimiento del invento.

Dicha descripción se da sólo con carácter ilus  
trativo y en ningún caso debe considerarse limitativa del  
alcance del invento.

5 Como puede apreciarse dicha instalación compren  
de todos sus elementos por duplicado, salvo las tuberías  
10, 11, 17 y 18 que conectan las dos partes situadas una  
a la derecha y otra a la izquierda de la línea vertical -  
de trazo discontinuo. Por conveniencia, las partes de la  
10 derecha que son idénticas a las de la parte izquierda, se  
indican con los mismos números de referencia, excepto que  
tales números de referencia están aumentados en 100. Así  
el matraz 1 de la parte de la izquierda, recibe el número  
101 en la parte de la derecha y análogamente las restan-  
15 tes partes y piezas.

Dicha instalación está formada por dos matra-  
ces 1, 101, provistos de medios de calentamiento 2, 102,  
de alimentación 3, 103 y de condensación 4, 104. De la -  
parte inferior de dichos matraces salen sendas tuberías -  
20 5, 105, cada una de las cuales se bifurca en dos tramos -  
6, 106, y 7, 107. Los tramos 6, 106, sirven para retirar  
del circuito de extracción la solución líquida extracto -  
de uno y otro matraz. Las tuberías, 7, 107 comunican con  
el lado de aspiración de las bombas 8, 108. El lado de im  
25 pulsión de dichas bombas está conectado a sendas tuberías  
9, 109 que a su vez se encuentran interconectadas por las  
tuberías 10, 11.

Las tuberías 9, 109 conectan directamente por  
la parte superior o a través de las tuberías 13, 113, 14,  
30 114 con dispositivos en los que van alojadas las virutas

1 de roble 15, 115, que en lo sucesivo serán denominados -  
cestillos a lo largo de toda la memoria. Otras tuberías -  
son las de referencia 16, 116 y las 17 y 18 que al igual  
que las 10 y 11 unen las dos partes de la instalación. -  
5 Las 19, 119 que bifurcándose en las 12, 112 desembocan en  
los matraces 1, 101. En cada parte de la instalación exis-  
te un circuito de refrigeración R, R' formado por refrige-  
rantes 20, 200, y las tuberías 21, 201, 22, 202.

10 Como puede apreciarse en la figura los cesti-  
llos 15, 115, están constituidos por dos partes extremas  
que aparecen rayadas, las cuales son de acero inoxidable  
y una parte central que es de vidrio de borosilicato, y -  
cuya transparencia permite observar la inundación y forma-  
ción de posibles canales. Las partes extremas superiores  
15 están provistas de una tapa para la carga y una válvula -  
de seguridad (que no se muestran en el dibujo) y las par-  
tes extremas inferiores están provistas de medios para el  
soporte de los sacos que contienen las virutas de roble.

20 Como puede apreciarse en las tuberías 7, 107 -  
están colocados sendos termómetros T, T' que a su vez co-  
mandan los medios de calentamiento 2, 202.

Completa la descripción de la instalación las  
válvulas 23, 24 ..... 34 y sus homólogas 123, 124 ..  
.... 134.

25 Dado el carácter esquemático de la instalación  
representada en los dibujos no se indican piezas y par-  
tes cuya existencia se supone, tales como manómetros para  
detectar la presión en los circuitos, juntas, bridas, lí-  
neas eléctricas, etc.

30 Los dos extractos hidroalcohólico y acuoso se

1 obtienen en la instalación antes descrita del modo si-  
guiente. La cantidad total de virutas de roble a extraer  
se divide en dos porciones iguales y se cargan envasadas  
5 en sacos de fibras de vidrio en los cestillos 15, 105. El  
matraz 1 se carga por ejemplo con la solución hidroalcohó-  
lica (OH en la figura) y el matraz 101 con agua ( $H_2O$ ). -  
Previamente se habrán cerrado las válvulas de evacuación  
23 y 123.

10 El termómetro T se ajusta a la temperatura pro-  
gramada  $T_1$  al mismo tiempo que se conecta el dispositivo  
de calefacción 2. Estando las válvulas cerradas 24, 25,  
27, 30, 31, 32 y 37 y abiertas las válvulas 26, 28, 29 y  
34 se pone en marcha la bomba 8. Una vez alcanzada la tem-  
peratura  $T_1$ , se recircula solución OH desde el matraz 1 -  
15 hasta el cestillo 15 que es atravesado en sentido ascen-  
dente. En este circuito parcial la recirculación transcurre  
durante un tiempo  $t_1/2$ , siendo  $t_1$  el tiempo total de ex-  
tracción con la solución OH.

20 Finalizado este período de tiempo mediante el  
cierre de la válvula 26, y la abertura de la válvula 25,  
estando en su posición adecuada las restantes válvulas -  
se establece la recirculación entre el matraz 1 y el ces-  
tillo 115 que también es atravesado en sentido ascendente,  
manteniéndose la temperatura  $T_1$  durante otro período de -  
25 tiempo  $t_1/2$ , finalizado el cual se desconecta el disposi-  
tivo de calentamiento 2, siendo la solución OH recircula-  
da en el circuito de refrigeración R, en el que se enfría  
hasta la temperatura ambiente, tras lo cual el primer ex-  
tracto se retira por la tubería 6, y es almacenado en un  
30 recipiente cerrado.

1 Simultáneamente a la recirculación entre el ma-  
traz 1 y el cestillo 15 de la solución OH, la solución -  
acuosa se recircula entre el matraz 101 y el cestillo 15  
5 el cual es atravesado en sentido descendente por la solu-  
ción acuosa durante un tiempo  $t_2/2$  a una temperatura  $T_2$ ,  
siendo  $t_2$  y  $T_2$  tiempo y temperatura de extracción con la  
solución acuosa. Transcurrido el tiempo  $t_2/2$  la recircula-  
ción se establece entre el matraz 101 y el cestillo 115  
10 que también es atravesado en sentido descendente. Finali-  
zado el segundo periodo  $t_2/2$  a la temperatura  $T_2$ , la solu-  
ción acuosa se recircula enfriándose entre el matraz 101  
y el circuito de refrigeración R', previa desconexión del  
dispositivo de calentamiento 102. Alcanzada la temperatura  
ambiente se retira por la tubería 106 el segundo extracto  
15 que al igual que el primero se conserva en recipientes ce-  
rrados.

Los extractos hidroalcohólicos y acuoso se mez-  
clan a continuación en proporciones adecuadas para obte-  
ner el aroma de roble natural, que proporciona el vino ca-  
20 racterísticas de añejamiento no conseguidas hasta ahora,  
por ninguno de los métodos de la técnica anterior, antes  
citados para reemplazar al procedimiento convencional.

Los siguientes ejemplos ilustran el invento -  
aunque sin limitarlo:

25 Ejemplo 1

Siguiendo el modo operativo descrito en lo que  
antecede se prepararon un primer extracto (hidroalcohóli-  
co) y un segundo (acuoso) empleando los parámetros si-  
guientes:

30 Volumen de los matraces 1 y 101 ..... 250 litros

1	Volumen de los cestillos 15 y 105 .....	200 litros
	Cantidad de virutas de roble en cada cestillo .....	38 Kg.
	Cantidad de solución OH .....	152 litros
5	Título de la solución OH antes de la extracción .....	55°
	Temperatura de extracción con so- lución OH ( $T_1$ ) .....	36°C
	<u>Tiempo de extracción total con solución OH</u>	
10	$t_1 = t_1/2$ (cestillo 15) + + $t_1/2$ (cestillo 115) .....	4 horas 30 min.
	Presión en el circuito durante la extracción con solución OH .....	0,45 kg/cm <sup>2</sup>
15	Cantidad solución acuosa .....	197 litros
	Temperatura de extracción con solución acuosa ( $T_2$ ) .....	77°C
	<u>Tiempo de extracción con solución acuosa</u>	
20	$t_2 = t_2/2$ (cestillo 15) + + $t_2/2$ (cestillo 115) .....	50 minutos
	Presión en el circuito durante la extracción con solución acuosa .....	0,35 kg/cm <sup>2</sup>
	Título primer extracto (hidroalcohólico) ...	49°
	Título segundo extracto (acuoso) .....	8°

25 Por mezclas en las proporciones adecuadas de -  
los extractos primero y segundo se obtuvo un aroma de ro-  
ble natural de 36° de graduación alcohólica.

#### Ejemplo 2.

30 A un panel de diez catadores expertos se les -  
ofreció dos muestras de vino denominadas A y B. El vino A

1 era un tinto de Rioja, cosecha de 1972 que había sido -  
añejado en barricas de roble durante tres años por el pro-  
cedimiento convencional. El vino B era un vino tinto de  
Rioja de la misma viña de la cosecha de 1976 que había si-  
5 do añejado por incorporación de 1% en volumen del aroma -  
de roble natural obtenido por el procedimiento del Ejem-  
plo 1.

De los diez catadores, cuatro indicaron que se  
trataba de vinos de cosechas diferentes pero no pudieron  
10 establecer cual era el más antiguo, tres no establecieron  
diferencias apreciables en cuanto a vejez, añejamiento y  
bouquet señalando que podían ser vinos de bodegas diferen  
y a los otros tres les costó mucho trabajo diferenciar am  
bos vinos.

15 Aunque el presente invento se ha descrito y ex-  
puesto con cierto detalle, debe entenderse que es suscep-  
tible de cambios, modificaciones y variaciones sin apartar  
se del espíritu y alcance del invento.

20

25

30

1

## - REIVINDICACIONES -

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.- Procedimiento para la obtención de un aroma de roble natural, adecuado para envejecer o añejar vinos o licores naturales en un período de tiempo marcadamente inferior al habitual, caracterizado porque se someten a una extracción sólido - líquido, forzada en circuito cerrado, virutas de roble adecuadamente dispuestas en un recipiente de material inerte, siendo dicha extracción realizada en dos fases; porque la primera de dichas fases emplea un agente de extracción constituido por una solución hidroalcohólica de graduación comprendida entre 45º y 70º, manteniéndose la temperatura del agente de extracción entre 25ºC y 40ºC, con lo que se obtiene un primer extracto líquido de graduación alcohólica inferior a la inicial que se enfría hasta 20ºC antes de retirarlo del circuito de extracción; porque a continuación, las virutas impregnadas con la solución hidroalcohólica se someten a la segunda fase de extracción que, en calidad de agente de extracción líquido, emplea agua descalcificada que circula a través de las virutas en sentido contrario con respecto a la primera fase, manteniéndose la temperatura de dicha fase acuosa en un valor comprendido entre 30ºC y 95ºC, tras lo cual se obtiene un segundo extracto

15

20

25

30

1 líquido que se enfría hasta 20°C antes de retirarlo del -  
circuito de extracción, y finalmente dichos primer y se-  
gundo extractos se mezclan en proporciones adecuadas para  
5 obtener el aroma de roble natural de graduación alcohóli-  
ca comprendida entre 30° y 50°.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
caracterizado porque en la primera fase la relación litros  
de solución hidroalcohólica : kg de virutas de roble está  
comprendida entre 1:0,3 y 1:0,5.

10 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones  
precedentes, caracterizado porque el tiempo total de ex-  
tracción está comprendido entre 2 y 5 horas, siendo el -  
tiempo de extracción con la primera fase sustancialmente  
superior al empleado con la segunda fase.

15 4ª.- Procedimiento según las reivindicaciones  
precedentes, caracterizado porque durante ambas fases de  
extracción el circuito se mantiene a una presión compren-  
dida entre 0 y 1/2 Kg/cm<sup>2</sup>, siendo la presión de la primera  
fase ligeramente superior a la de la segunda fase.

20 5ª.- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN -  
AROMA DE ROBLE NATURAL".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-  
tecede, representado en los dibujos que se acompañan y pa-  
ra los fines que se han especificado.

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

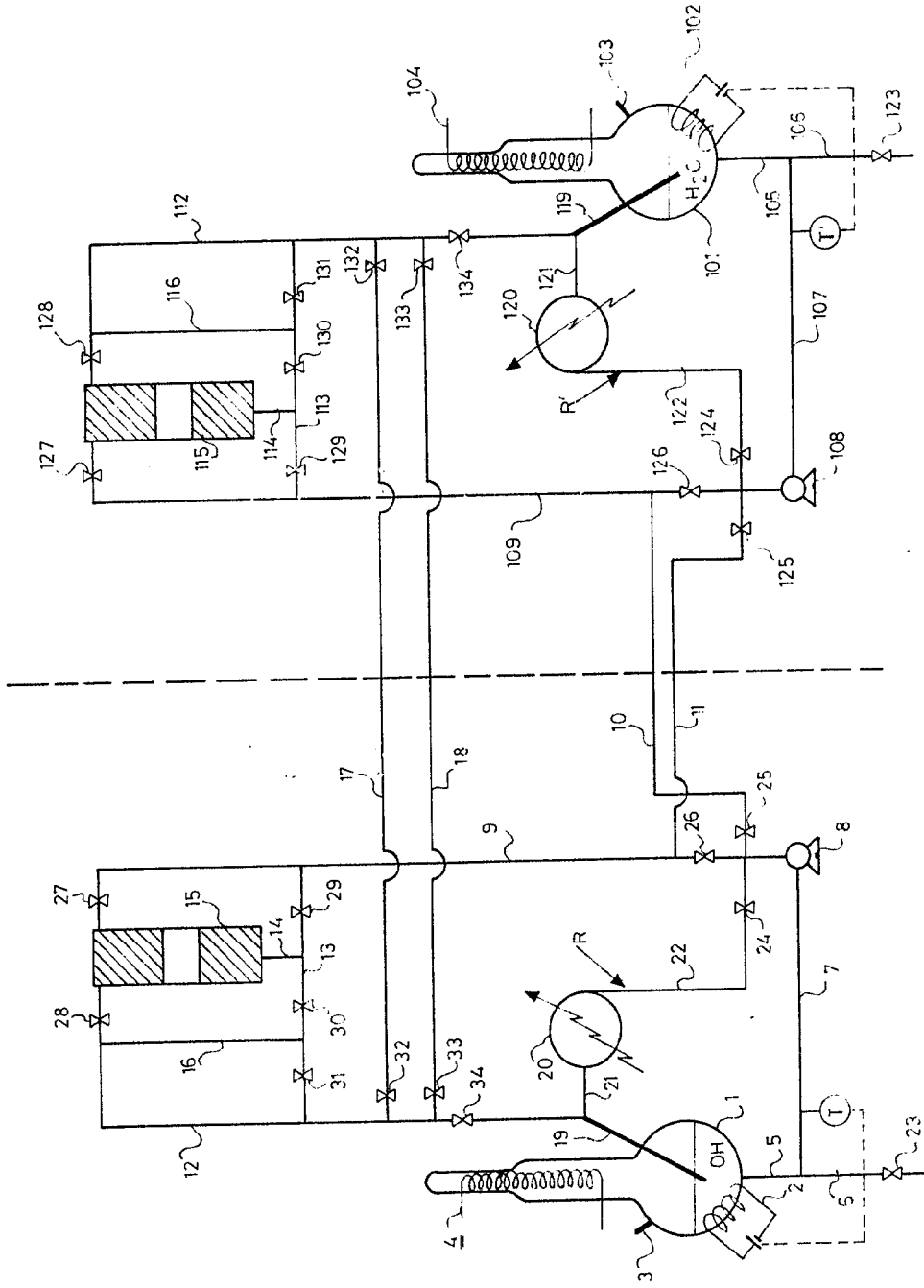
Madrid, 18. MAY 1979

P.A.

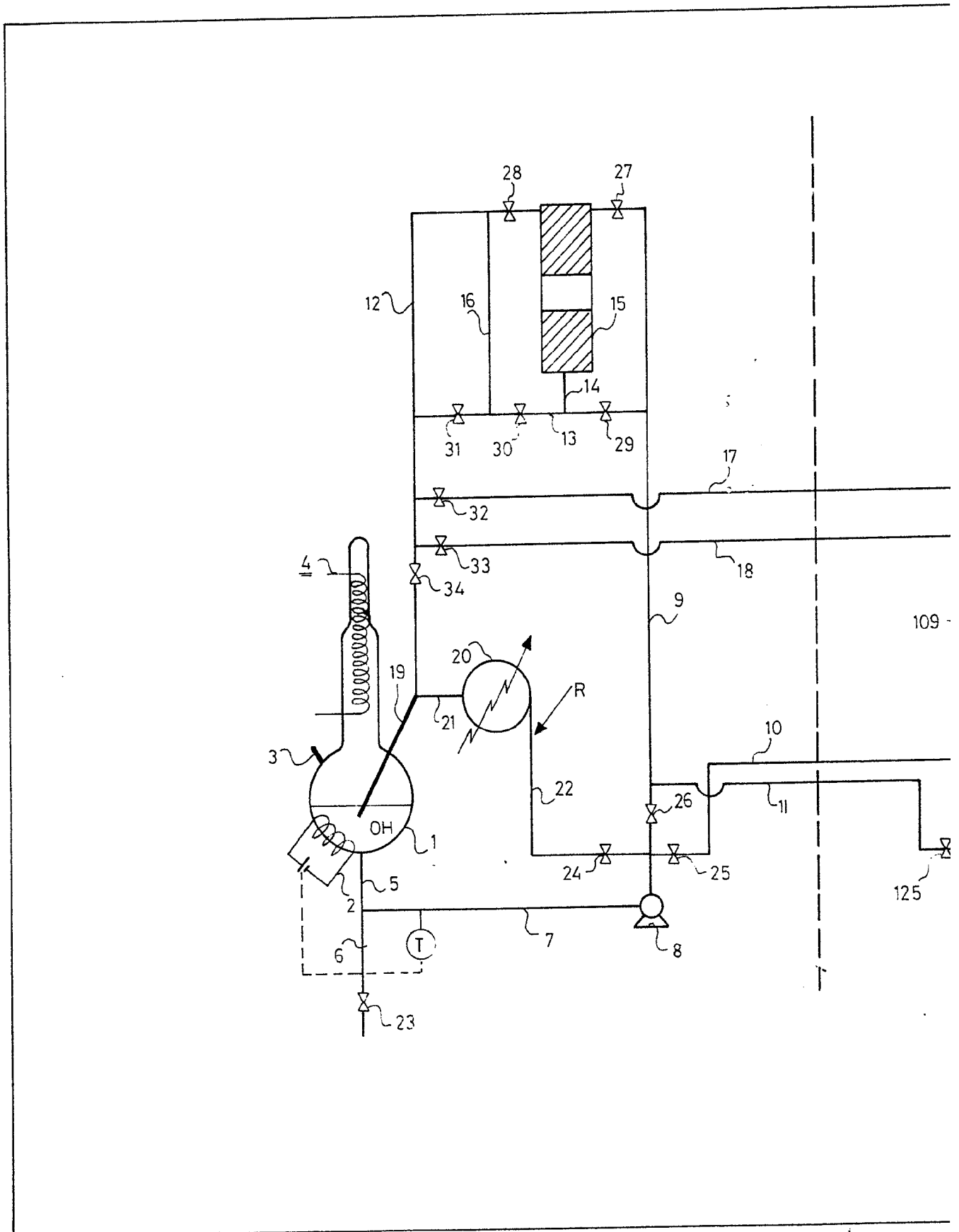
Alfonso Díez de Rivera  
Por Poder

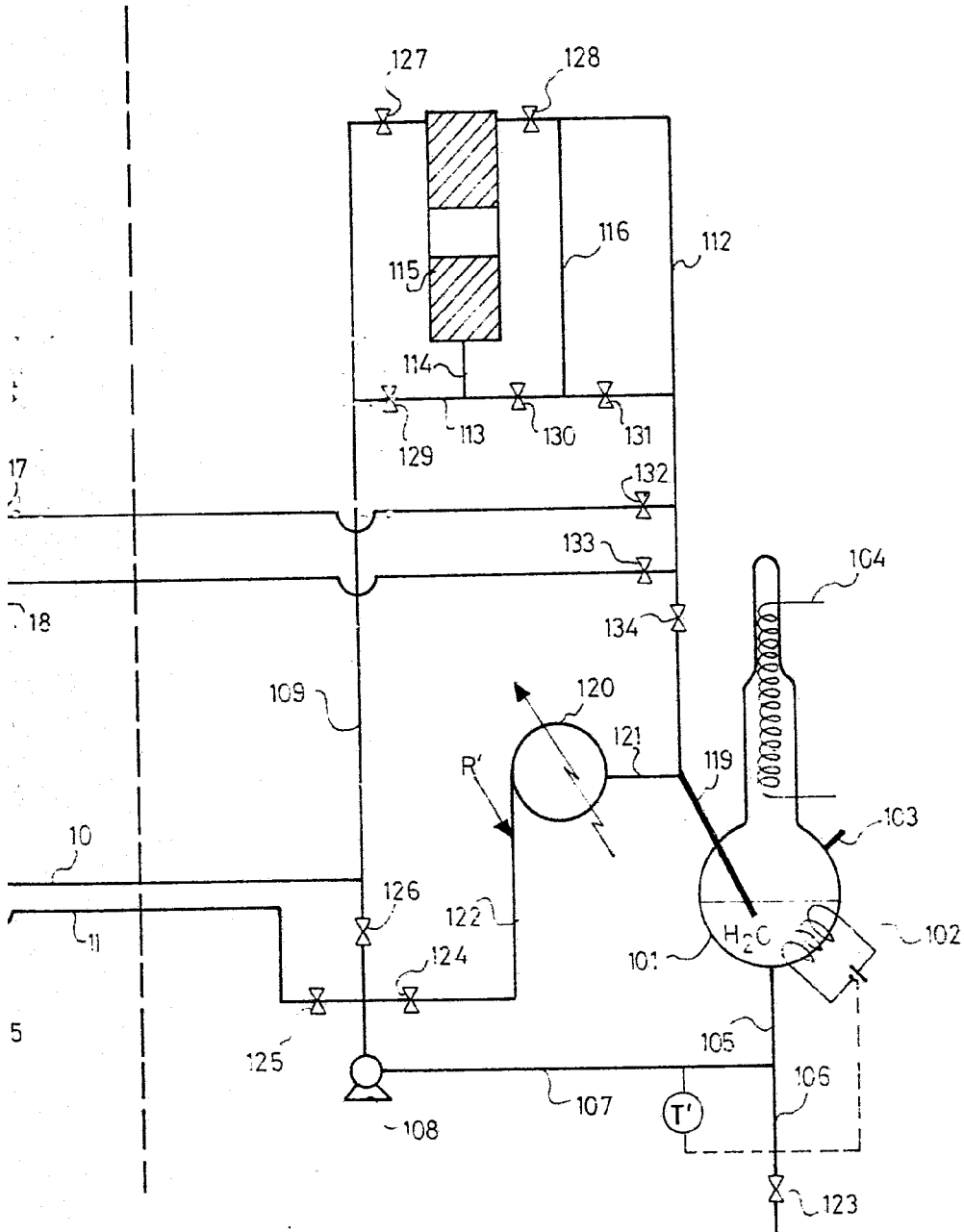
30  
16059

MJA



Alfonso Di...  
Per P...





Alfonso Diez de Rivera  
Per Page