

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 622 584**

51 Int. Cl.:

**A23L 2/70** (2006.01)

**C12H 1/02** (2006.01)

**C12C 11/11** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **24.09.2013 PCT/EP2013/002863**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.04.2014 WO14048558**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2013 E 13805765 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.01.2017 EP 2900091**

54 Título: **Procedimiento de clarificación**

30 Prioridad:

**25.09.2012 DE 102012019314**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**06.07.2017**

73 Titular/es:

**TECHNISCHE UNIVERSITÄT BERLIN (100.0%)  
Strasse des 17. Juni 135  
10623 Berlin, DE**

72 Inventor/es:

**METHNER, FRANK-JÜRGEN;  
KUNZ, THOMAS;  
ENDRESS, HANS-ULRICH y  
KURZ, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 622 584 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de clarificación

5 Antecedentes técnicos

El invento se refiere a un procedimiento de clarificación de un líquido de bebida, en particular para la producción de cerveza, vino o zumos, mediando la utilización o respectivamente el empleo de una pectina que actúa rápidamente /forma complejos. En el caso del procedimiento, después del paso por una etapa de fermentación, el líquido de bebida se somete a una clarificación, que sirve para la retirada de los componentes enturbiaadores a partir del líquido de bebida. En este caso, el líquido de bebida es cargado con por lo menos un agente clarificador que contiene pectina, para el aumento de un posterior rendimiento de filtración. Por añadidura, el líquido de bebida se aporta a un depósito de maduración o respectivamente de almacenamiento, en el que el líquido de bebida es almacenado durante un período de tiempo de maduración. Como pectinas que actúan rápidamente/forman complejos, en dependencia de la matriz de bebida que está presente (cerveza, vino, zumos o unas bebidas comparables), pueden pasar a emplearse en este caso, en particular, unas pectinas que son las más apropiadas en lo que respecta al grado de esterificación y de amidación, las cuales se utilizan bajo la denominación de Pectino-floc A, B, C etcétera.

20 A las más importantes características de calidad de las bebidas transparentes (p.ej., cerveza, vino, zumos, etc.), junto al olor, el sabor y el color, pertenecen también la finura del brillo así como la durabilidad físico-química, también denominada estabilidad coloidal. Para obtener unas cervezas o respectivamente unos vinos o zumos transparentes y brillantes, éstas/os deben de ser filtradas/os. En este caso, se pueden emplear unos agentes clarificadores, con el fin de aumentar el rendimiento de filtración y de acortar el período de tiempo de producción de unas bebidas tales como cerveza, vino, zumos de frutas, etc.

Las cervezas, los vinos y las otras bebidas filtradas/os, finas/os y brillantes, pierden su brillo después de un cierto tiempo y, después de un correspondiente período de tiempo de almacenamiento, se puede observar una indeseada formación de enturbiamiento. A través de esta formación de enturbiamiento, la calidad de las bebidas se perjudica generalmente, y se disminuye la durabilidad. Las posibles causas de una formación de enturbiamiento son múltiples y diversas, y fundamentalmente se diferencia entre la estabilidad biológica y la no biológica. En el caso de la estabilidad no biológica, que también es designada como estabilidad coloidal o química-física, se responsabiliza de la formación de enturbiamientos a ciertas reacciones químicas y físicas, mientras que se considera como causa de la estabilidad biológica la influencia de ciertos microorganismos que son dañinos para la cerveza. Además de esto, el enturbiamiento no biológico se subdivide en el enturbiamiento en frío, también designado como enturbiamiento reversible, y en un enturbiamiento de Dattrer, que es designado como enturbiamiento irreversible.

Los enturbiamientos en frío se forman a unas temperaturas situadas entre -2 °C y +5 °C, y se deshacen sin dejar residuos al calentar.

Por el contrario, las cervezas o bebidas que contienen un enturbiamiento irreversible, ya no se clarifican tampoco a la temperatura ambiente. El enturbiamiento en frío es considerado como un precursor del enturbiamiento irreversible, y, por lo tanto, presenta un interés especial, puesto que mediante una disminución del enturbiamiento en frío se disminuye o respectivamente se reprime la generación de un enturbiamiento irreversible.

En lo que respecta a la formación del enturbiamiento físico-químico en una cerveza y en otras bebidas, se han reconocido como decisivas, en particular, las interacciones de unos polifenoles y unas proteínas activos/as enturbiaando. Por lo tanto, en la industria de las bebidas se emplean unos agentes estabilizadores, tales como una PVPP (polivinil-polipirrolidona), una bentonita y un gel de sílice, mediante las/los cuales se pueden retirar los polifenoles o respectivamente las proteínas activos/as enturbiaando en el proceso de producción. Unos más recientes trabajos de investigación han mostrado, adicionalmente, que determinados iones de metales participan decisivamente en particular en la formación del enturbiamiento en frío reversible. En este caso, se ha de mencionar la formación de complejos, que depende de la temperatura y del valor del pH, de iones de metales que tienen un determinado grado de oxidación, con los compuestos de polifenoles y proteínas que están presentes.

En el intervalo de valores del pH de la cerveza (pH 4,2-4,4), son en particular unos iones de metales oxidados tales como Fe<sup>3+</sup>/Cu<sup>+</sup>, los que resultan después del consumo del potencial antioxidante endógeno a través de procesos oxidativos mediando participación del denominado sistema de reacción de Fenton/Haber-Weiss, y que con los compuestos de polifenoles y proteínas que están presentes dan lugar a unos compuestos complejos que dependen de la temperatura y del valor del pH,

Junto al efecto clarificador, que se ha descrito en el documento de patente alemana DE 3614656 C1, del ácido pectínico, que se empleó en el pasado también en casos aislados para la protección con clarificación de un vino, en el documento de solicitud de patente internacional WO 2006/032088 A2 se describe el empleo de una pectina como agente estabilizador en el proceso de producción de cerveza. En este contexto, junto al efecto clarificador de una pectina, se resalta en particular el efecto estabilizador sobre la durabilidad coloidal de unas cervezas. Para la

5 explicación del efecto estabilizador y del correspondiente aumento de la durabilidad coloidal se conciben y describen diversos mecanismos concebibles mediando formación de retículos entre una pectina y los iones  $\text{Ca}^{2+}$  y  $\text{Mg}^{2+}$ . En los retículos formados se deben incorporar los polifenoles, las proteínas y los hidratos de carbono activos/as enturbando, y éstos/as se pueden retirar mediante una sedimentación o respectivamente, a más tardar, al realizar la filtración.

De acuerdo con la solicitud de patente internacional WO 2006/032088 A2, la pectina empleada alcanza un significativo efecto estabilizador coloidal, cuando ella se añade a la cerveza no filtrada durante la maduración en una solución acuosa a base de citrato de sodio, ácido cítrico y metabisulfito de potasio.

10 Al contrario que una PVPP y un gel de sílice, en cambio, en el marco de unos trabajos de investigación no se pudo comprobar ningún efecto estabilizador significativo y provocado directamente por una pectina sobre la estabilidad coloidal de la cerveza. Esto es válido en particular cuando la pectina se añade al material no filtrado disuelta sencillamente en una solución acuosa o respectivamente en una solución tamponadora (es decir, sin citrato de sodio, ácido cítrico ni metabisulfito de potasio), correspondientemente a las enseñanzas del documento WO 15 2006/032088 A2 al realizar la maduración. En conjunto, todos los resultados apuntan más bien a que la formación retardada de un enturbiamiento, que se ha descrito en este estado de la técnica, y la estabilidad coloidal de la cerveza, que está vinculada con ella, no son provocadas por la pectina como tal, sino que se basan en la adición indirecta de  $\text{SO}_2$  y de ácido cítrico por medio de la solución de pectina preestablecida mediando utilización de metabisulfito de potasio o respectivamente de citrato de sodio/ácido cítrico.

El documento WO 98/00519 A1 describe una especial composición que contiene pectina, que puede servir como agente clarificador en el caso de la producción de cerveza y que se emplea en este caso sin ninguna etapa de separación.

25 El artículo "Total Stabilisation of Beer in a Single Operation" de Mussche y colaboradores, J. Inst. Brewing, tomo 105/n° 6, 16 de mayo de 1999, páginas 38 - 391, describe la utilización de un galotanino en unión con unos agentes absorbentes polifenólicos para la clarificación de cerveza. Éstos se introducen en una corriente de cerveza y se separan más tarde a partir de ésta de nuevo mediante una centrifugadora.

30 En Alemania no se permite la adición directa de dióxido de azufre a unas cervezas, que son elaboradas según la ley alemana de pureza de cervezas. El dióxido de azufre constituye una decisiva sustancia antioxidante en la cerveza y en otras bebidas, puesto que mediante su adición se puede aumentar la estabilidad frente a la oxidación de las cervezas (bebidas). La formación de enturbiamientos, que aparece en las cervezas durante el período de tiempo de almacenamiento, está en conexión directa con unos procesos oxidativos y con la estabilidad frente a la oxidación de las cervezas. La conexión entre las estabilidades oxidativa y coloidal de las cervezas se conoce ya desde hace mucho tiempo, y se verificó recientemente mediante unos correspondientes trabajos de investigación mediando inclusión del potencial antioxidante endógeno de las cervezas (bebidas). Sobre la base de las circunstancias descritas, la estabilización coloidal de la cerveza, que se ha descrito en el estado de la técnica, no es causada por la pectina empleada, sino por la adición de  $\text{SO}_2$  y ácido cítrico. Por esta vía se pueden convertir en compuestos complejos (p.ej. con ácido cítrico) las sustancias constituyentes de la cerveza, que participan en la formación de enturbiamientos (p.ej. unos iones de metales) y se puede retrasar la formación de enturbiamientos provocada por una oxidación (predominantemente mediante la adición de  $\text{SO}_2$ ).

45 En comparación con la detección negativa como agente estabilizador, el efecto clarificador de la pectina en el proceso de producción, independientemente del contenido de  $\text{SO}_2$ , era detectable inequívocamente en todos los trabajos de investigación. En unos correspondientes ensayos de laboratorio, con diversos tipos de pectinas era posible conseguir un buen efecto clarificador en el transcurso de la maduración de la cerveza, y disminuir los períodos de tiempo de filtración o respectivamente aumentar significativamente el rendimiento de filtración.

50 La Figura 1 muestra una evolución de la filtración V1 después de una clarificación mediante la utilización de 80 ppm de la pectina B así como una evolución testigo K en el caso de la falta de utilización de una pectina. Estas evoluciones muestran en cada caso el peso G en gramos del material retenido en función del tiempo t en segundos. La filtración se efectúa en este caso a 0,5 bares, 0°C y 0,45  $\mu\text{m}$ .

55 En la mayor escala de producción, al contrario que las circunstancias descritas en el estado de la técnica, se presentaron grandes dificultades en la manipulación. La sedimentación de un copo de pectina que se ha descrito en el estado de la técnica, no se pudo conseguir debido a las circunstancias de circulación presentes en el transcurso de la maduración de una cerveza o respectivamente sólo se pudo conseguir muy raramente en la tanda. Este hecho se debe sobre todo a las circunstancias de circulación presentes y a los muy ligeros aglomerados de pectinas (copos de pectinas) que son mantenidos en suspensión por un ligerísimo sacudimiento o respectivamente por unas ligerísimas corrientes. Sobre esta base es difícil retirar una cerveza clarificada en mayor grado en la zona superior del depósito de maduración, para llevar a cabo una filtración acelerada, y filtrarla sin unas correspondientes pérdidas de cerveza.

Unos adicionales ensayos de filtración han puesto de manifiesto que los aglomerados de pectinas mantenidos en suspensión son apropiados desde sólo condicionadamente hasta nada en absoluto para acelerar la filtración después de la maduración. Esto se fundamenta probablemente en el hecho de que el retículo formado por la pectina, en el caso del modo de proceder que se ha descrito, se disuelve de nuevo o se rompe en el transcurso del tiempo dentro el depósito de maduración o respectivamente de almacenamiento, y de que la pectina disuelta parcialmente disminuye el rendimiento de filtración.

El modo de proceder descrito en el estado de la técnica es apropiado solamente de un modo condicionado para emplear una pectina de una manera sencilla y sobre todo rentable en la manipulación, como agente clarificador en el caso de la producción de cerveza, es decir que una pectina no es apropiada como agente estabilizador, y en el caso de un modo de proceder preestablecido es apropiada sólo de un modo condicionado como agente clarificador en el proceso de producción de cerveza.

Aparte de esto, desde hace algunos años se emplean unos galotánicos en la industria cervecera para la estabilización coloidal y para la evitación del denominado efecto "gushing" en las bebidas ("gushing": un rebose espontáneo en forma de espuma de las bebidas después de haber abierto la botella). El principio de funcionamiento se basa en este caso en la circunstancia de que los galotánicos empleados se fijan a las fracciones de proteínas presentes, que son activas enturbando o respectivamente en el efecto "gushing", y como consecuencia de ello, se pueden separar los precipitados que se han formado (p.ej. por filtración). En el caso del empleo de los galotánicos para la reducción del potencial de "gushing" de unas bebidas se aprovecha adicionalmente el hecho de que en los compuestos proteínicos y galotánicos formados se presentan ciertos iones de metales - en particular de Fe - combinados en forma de compuestos complejos que son activos en el efecto "gushing" y actúan de manera prooxidativa (es decir favorecedora de la oxidación, y éstos se pueden retirar con los precipitados que se han formado).

#### Misión/invento

Frente a estos antecedentes, fue una misión del invento mejorar la utilización de una pectina como agente clarificador en el proceso de producción de cerveza y en particular optimizar el mecanismo de la floculación y las influencias sobre la clarificación.

El problema planteado por esta misión se resuelve mediante un procedimiento de clarificación con las características de la reivindicación 1. En este caso, el agente clarificador que contiene pectina se introduce en el líquido de bebida en el trayecto desde la etapa de fermentación hasta el recipiente de maduración, es decir que o bien, en particular al final de proceso de fermentación, en un depósito de fermentación o intermedio de la etapa de fermentación, o sinó en una conducción de conexión entre el depósito de fermentación y el recipiente de maduración. En cualquier caso, la pectina contenida en el agente clarificador que contiene pectina, que se ha incorporado, se retira nuevamente desde el líquido de bebida, en este caso todavía antes de la aportación al recipiente de maduración, por lo menos en su mayor parte, es decir en una proporción de más que 50 % de la cantidad introducida previamente, de manera preferida en una proporción de por lo menos 70 % e idealmente en una proporción de más que 90 % de la cantidad introducida previamente. De esta manera se establece un gran número de nuevas posibilidades de emplear de determinadas pectinas como agentes clarificadores en el caso de la producción de bebidas y en particular en el proceso de producción de cerveza, optimizar su empleo y hacerlo posible en absoluto en el caso de determinadas etapas de procedimiento o instalaciones. En este caso, mediante una adición dosificada deliberadamente de una pectina es posible conseguir una suficiente clarificación del líquido de bebida con un muy corto período de tiempo de contacto y aumentar significativamente el rendimiento de filtración. En este caso, se aprovecha el rápido efecto clarificador de la pectina para formar y retirar de nuevo los copos de pectina que se han formado por el proceso de carga, en el trayecto del líquido de bebida desde la etapa de fermentación hasta el recipiente de maduración.

En este caso, es especialmente ventajoso que el líquido de bebida sea cargado con galotánicos en una adicional etapa de procedimiento. De esta manera, el efecto clarificador provocado por el agente clarificador que contiene pectina se puede aumentar significativamente también en el caso de unas matrices de bebidas o cervezas que son difíciles de clarificar. Mediante el empleo de unos galotánicos se forman unos galotánicos y compuestos proteínicos que, en comparación con las fracciones de proteínas a solas, se presentan con un mayor tamaño de partículas en la matriz de bebida/cerveza. De esta manera, la clarificación mediante un agente clarificador que contiene pectina, se puede ampliar a especialmente muchos sectores de empleo o respectivamente el efecto clarificador del procedimiento de clarificación conforme al invento se puede aumentar aún más. Además de ello, de este modo se mejora el posterior rendimiento de filtración.

En este caso es especialmente favorable que el proceso de carga del líquido de bebida con los galotánicos se efectúe antes del proceso de carga del líquido de bebida con el agente clarificador que contiene pectina. De esta manera, las partículas mayores y que se pueden incorporar mejor de los galotánicos y compuestos proteínicos se forman todavía antes de la generación del retículo de pectina.

En este contexto es favorable que el proceso de carga del líquido de bebida con los galotánicos se efectúe por lo menos un minuto antes del proceso de carga con el agente clarificador que contiene pectina. De esta manera, los

galotánicos y compuestos proteínicos se pueden incorporar especialmente bien en el retículo de pectina que resulta mediante la subsiguiente introducción del agente clarificador que contiene pectina.

5 En una forma de realización especialmente ventajosa, entre el proceso de carga del líquido de bebida con el agente clarificador que contiene pectina y la aportación al recipiente de maduración se efectúa en otra etapa de procedimiento una clarificación previa del líquido de bebida. De esta manera se puede utilizar simultáneamente, por ejemplo, un dispositivo para la separación de levaduras antes de la maduración de la cerveza, con el fin de retirar los copos de pectina.

10 En este caso es favorable que la clarificación previa se efectúe mediante un separador para la separación de levaduras antes de la maduración de la cerveza, con lo cual el agente clarificador que contiene pectina, que se ha incorporado en el líquido de bebida, o respectivamente los copos de pectina resultantes a partir de ello se pueden retirar casi completamente a partir del líquido de bebida.

15 Ventajosamente, entre el proceso de carga del líquido de bebida con el agente clarificador que contiene pectina y la clarificación previa, en la que el agente clarificador que contiene pectina o respectivamente los copos de pectina resultantes a partir de ello se retiran de nuevo desde el líquido de bebida, está previsto un período de tiempo de contacto del agente clarificador que contiene pectina con el líquido de bebida que, por ejemplo también en el caso de la adición del agente clarificador que contiene pectina al depósito de fermentación o a un depósito intermedio de la etapa de fermentación, es de de menos que 24 horas. Según sea la instalación, el período de tiempo de contacto puede ser, sin embargo, también de menos que 1 hora y preferiblemente de menos que 10 min, por ejemplo cuando el agente clarificador que contiene pectina se añade al líquido de bebida tan sólo a continuación de la etapa de fermentación en una conducción de conexión entre la etapa de fermentación y el recipiente de maduración. Mediante estos cortos y diferentes períodos de tiempo de contacto, el procedimiento de clarificación se puede convertir y aplicar a especialmente muchas instalaciones y en este contexto se puede adaptar a cada instalación individual.

Además, es favorable que en otra etapa de procedimiento, que sigue al almacenamiento del líquido de bebida en el recipiente de maduración, se efectúe una filtración del líquido de bebida. De esta manera se puede mejorar adicionalmente la clarificación, conduciendo la clarificación previa antepuesta a la etapa de maduración, mediando adición de pectina, a un rendimiento de filtración considerablemente mejorado después de la maduración.

De manera ventajosa, en el caso de la filtración, el correspondiente líquido de bebida se retira desde un tercio superior del recipiente de maduración o respectivamente desde un tercio superior del volumen llenado del recipiente de maduración y se aporta a un filtro de membrana/tierra de infusorios, con lo que se puede garantizar un grado de clarificación especialmente alto del líquido de bebida filtrado.

Además, es favorable que el agente clarificador contenga una cantidad de pectina que sea de 1 a 200 ppm, de manera preferida de 20-100 ppm y en particular de 30 a 80 ppm, referida a la cantidad del líquido de bebida que se ha de cargar. De esta manera, con un gasto relativamente pequeño para la pectina utilizada como agente clarificador es posible conseguir una clarificación suficientemente alta.

En otra ventajosa forma de realización, el agente clarificador que contiene pectina se forma mediante una solución acuosa, con lo que se puede garantizar una distribución rápida y relativamente uniforme de la pectina al realizar el proceso de carga del líquido de bebida.

En este contexto, es favorable que la solución acuosa contenga por lo menos un agente tamponador.

En otra ventajosa forma de realización, el agente clarificador con un contenido de pectina contiene una pectina que se escoge entre el conjunto formado por Pectino-floc/A, B, C, con lo cual se puede conseguir en particular una clarificación especialmente buena dentro de un proceso de producción de cerveza.

Además, es favorable que en una etapa de procedimiento, que precede al proceso de carga del líquido de bebida con un agente clarificador que contiene pectina, se lleve a cabo un procedimiento rápido para la determinación de una pectina que sea máximamente apropiada para el líquido de bebida que se ha de cargar en cada caso, tomada entre un conjunto de varias pectinas que entran en cuestión para la producción del agente clarificador que contiene pectina. De esta manera, para una respectiva matriz de bebida, en el transcurso de un breve período de tiempo, entre un conjunto de varias pectinas preestablecidas se puede determinar la pectina con la que se puede conseguir el mejor resultado de clarificación.

Ventajosamente, en el caso del procedimiento rápido, en este contexto cada una de las pectinas que entran en cuestión se añade en cada caso en una cantidad preestablecida al líquido de bebida presente que ha de ser cargado y se centrifuga con éste, llevándose a cabo una respectiva medición del enturbiamiento del líquido de bebida en una subsiguiente etapa de procedimiento, mediando ajuste de un intervalo de temperaturas que es relevante para la respectiva etapa de producción. De esta manera, la pectina máximamente apropiada se puede determinar de una manera especialmente rápida y fiable.

Descripción de una forma de realización del invento

Otros trabajos adicionales de investigación han mostrado que la adición de pectina a una solución acuosa o respectivamente a una solución tamponadora durante la fermentación o respectivamente mejor antes del final de la fermentación (en el transcurso de las últimas 24 h) constituye una posible alternativa en el modo de proceder o respectivamente en la manipulación como agente clarificador.

Al final de la fermentación, en el caso de la etapa de trabajo "tratamiento con manguera" en muchas fábricas cerveceras se utiliza una centrifugadora con el fin de separar las levaduras antes de la maduración de la cerveza. Esta etapa de procedimiento se puede aprovechar simultáneamente con el fin de separar en una elevada proporción los copos de pectina que se han formado y de obtener una correspondiente clarificación previa de la cerveza. Mediante la clarificación previa, después de la maduración se puede conseguir un rendimiento de filtración significativamente aumentado. En unas correspondientes series de ensayos (unos mostos de ensayo que son cocidos en una cámara de cocción), se pudo mostrar después de la maduración un rendimiento de filtración mejorado en un 25-40 % (filtración a través de una membrana/tierra de diatomeas) en el caso de unas cervezas clarificadas con pectina (véanse las Figuras 2,3).

La Figura 2 muestra en este caso la influencia de la nueva adición alternativa de una solución de pectina B sobre el enturbiamiento (en EBC H90), o respectivamente la clarificación al final de la fermentación y la subsiguiente centrifugación (en un "Seperator") en diversas concentraciones a 12°C, a 3.000 g y con una duración de la centrifugación de un minuto.

La Figura 3 muestra el aumento del rendimiento de filtración en el caso de una filtración superficial mediante un filtro de membrana de 0,45 µm, a 0°C, 0,5 bares y con una cantidad de 100 ml, en virtud del nuevo modo de proceder en el caso de la introducción de una solución de pectina B al final de la fermentación y de la subsiguiente centrifugación (en el "Seperator"). Las evoluciones V40, V60, V80 y VK muestran en cada caso el peso G en gramos del material retenido a lo largo del tiempo t en segundos en el caso de una concentración de la solución de pectina de 40 ppm, 60 ppm, 80 ppm, o respectivamente en el caso de una filtración testigo sin la utilización de una solución de pectina.

En la Figura 4 se representa una instalación para la realización del procedimiento de clarificación conforme al invento.

La Figura 4 muestra, a modo de ejemplo, una parte de instalación 2 de una instalación para la producción de cerveza o de otras bebidas. Ésta tiene un depósito de fermentación 4, que está conectado a través de una conducción de conexión 6 con un separador 8 y con un depósito de maduración 10. Entre el depósito de fermentación 4 y el separador 8 está previsto en este caso adicionalmente un aparato de dosificación 12, mediante el cual se puede entregar a la conducción de conexión un agente clarificador que contiene pectina, el cual carga al líquido de bebida transportado en ésta. Además, entre el depósito de fermentación 4 y el aparato de dosificación 12 puede estar previsto otro aparato de dosificación 14, mediante el cual se puede cargar adicionalmente con galotánicos el líquido de bebida antes del proceso de carga con el agente clarificador que contiene pectina.

La actividad clarificadora de la pectina se basa en este caso en lo esencial en la interacción con iones de Ca<sup>2+</sup> en las bebidas. La pectina forma con los iones de Ca<sup>2+</sup> un retículo, que fija a las partículas de enturbiamiento, tales como unos compuestos complejos de proteínas y polifenoles, y a las células de levadura.

La eficacia de clarificación depende manifiestamente del grado de esterificación o respectivamente de amidación, y de la concentración de la pectina así como de la relación de los iones de Ca<sup>2+</sup> libres (el Mg<sup>2+</sup> desempeña un cometido secundario) con respecto a la cantidad de la pectina que se ha añadido.

Conforme a ello y mediante unos efectos adicionales tales como sobre el valor de pH, el intervalo de temperaturas, etc., la formación de copos de pectina y el efecto clarificador en diversas bebidas o respectivamente diversas cervezas puede ser influido de diversa manera mediante la presente matriz. Unas concentraciones demasiado altas de iones de Ca<sup>2+</sup> conducen a la gelificación de la pectina y no se presenta el efecto clarificador.

Con el fin de conseguir la mejor clarificación posible en el caso de la producción de bebidas, se ha de escoger apropiadamente el tipo de la pectina (es decir en el ámbito de determinados grados de esterificación o respectivamente de amidación), p.ej. (Pectino-floc/A,B,C, etc.) y se ha de adaptar la cantidad de la adición de pectina a la matriz de la bebida (matriz de cerveza).

Para esto, se desarrolló y utilizó un procedimiento analítico rápido, con el que es posible determinar la pectina óptima para la matriz de bebida establecida, en el transcurso de un muy breve período de tiempo. La ventaja del procedimiento analítico rápido en comparación con los ensayos de sedimentación reside en la directa proximidad a la práctica, la dedicación de un breve tiempo y la evitación de unas largas funciones de conversión por cálculo, con el fin de describir más exactamente el comportamiento de la matriz de bebida (véanse las Figs. 5, 6, 7). Para determinados ámbitos hay unas pectinas que son las más apropiadas (Pectino-floc/A,B,C), que se pueden utilizar simultáneamente para muchas bebidas o respectivamente cervezas.

La Fig. 5 muestra los resultados de unos ensayos de sedimentación S mediando utilización de diversas pectinas esterificadas/amidadas P1, P2, P3, y de una cerveza de referencia no filtrada BR en función del tiempo t en horas.

5 La Fig. 6 muestra los resultados del nuevo ensayo de idoneidad de pectinas para la determinación o respectivamente para el establecimiento de la pectina que sea más apropiada en el caso de una matriz de bebida/matriz de cerveza preestablecida. Las evoluciones ET1, ET2, ET3 y ETK muestran el enturbiamiento T en EBC (90°) a lo largo del período de tiempo de contacto con pectina tK para las pectinas AU 701 (VE:38), CU-L (DE:32/DA:18), AU-L (DE:30/DA:19) y un ensayo de idoneidad de referencia, que se efectúa sin la adición de una pectina.

15 La Fig. 7 muestra los resultados del nuevo ensayo de idoneidad de las pectinas para la determinación o respectivamente para el establecimiento de la pectina más apropiada en el caso de una matriz de bebida/cerveza preestablecida para un típico ejemplo de utilización del ensayo rápido en una matriz de bebida preestablecida. Los evoluciones ETA, ETB, ETC, ETE y ETR muestran el enturbiamiento T en EBC (90°C) a lo largo del período de tiempo de contacto con pectina tK, para las pectinas A (Z), B (A), C (A), D (A), y un ensayo de idoneidad de referencia, que se efectúa sin la adición de ninguna pectina.

20 Otros reconocimientos obtenidos dentro del marco de los trabajos de investigación en lo referente a la cinética de reacción de determinadas pectinas hacen posible optimizar más ampliamente la utilización de las pectinas como agente clarificador en bebidas, con un gasto pequeño. Sobre la base de los resultados o respectivamente reconocimientos presentes, con una adición de pectina dosificada deliberadamente, en el proceso de producción de cerveza o respectivamente en la producción de las bebidas, con un muy pequeño período de tiempo de contacto situado por debajo de una hora, de manera preferida también por debajo de un minuto e incluso por debajo de un período de tiempo de contacto de 30 segundos, 20 segundos o 10 segundos, es posible conseguir una clarificación suficiente y aumentar significativamente los rendimientos de filtración. A partir de este reconocimiento resulta un gran número de nuevas posibilidades de emplear determinadas pectinas como agentes clarificadores en la producción de bebidas y en particular en el proceso de producción de la cerveza, optimizar su empleo y hacerlo posible por primera vez en determinadas etapas de proceso.

30 En el ejemplo especial mostrado en la Fig. 4, en el proceso de producción de la cerveza se añade la pectina más apropiada para la matriz de cerveza (Pectino-floc/A,B,C, etc.) p.ej. al final de la fermentación (p.ej. en el depósito de fermentación) o respectivamente, en una utilización especial, ella se inyecta en la conducción de aportación en el trayecto de la cerveza desde el depósito de fermentación 4 hasta el Seperator 8, y se aprovecha el rápido efecto de clarificación para retirar los copos formados de pectina directamente a continuación en el Seperator 8. En este caso, tal como se ha representado por medio de una línea de trazos, junto a la conducción de conexión 6 se puede prever un depósito intermedio 16, en el que ya delante del Separator 8 se puede efectuar adicionalmente una separación parcial de los copos de pectina. El agente clarificador que contiene pectina, según sean las condiciones de circulación, se puede inyectar para esta finalidad delante del depósito intermedio 16 en la conducción de conexión 6 o, tal como se ha representado, se puede inyectar en el depósito intermedio 16 propiamente dicho.

45 En cualquier caso, la clarificación previa conduce, con un gasto muy bajo, a un mejoramiento significativo del rendimiento de filtración o respectivamente a una disminución de los costos de filtración. Los restos de pectina en la fracción posterior del Seperator acceden al depósito de maduración 10 y son retirados a más tardar durante la filtración.

En el producto final no era detectable un ácido galacturónico (IC), lo que apunta a que la pectina es retirada completamente a más tardar por medio de la filtración.

50 Otras investigaciones adicionales han mostrado que el descrito efecto clarificador de las pectinas se puede aumentar significativamente mediante su empleo combinado con unos galotáninos también en los casos de unas matrices de bebidas o cervezas que son difíciles de clarificar. En la utilización práctica, el empleo combinado de una pectina y unos galotáninos es conveniente siempre y cuando que mediante el solo empleo de una pectina no se consiga ningún suficiente efecto clarificador, o respectivamente cuando se deba aumentar aún más el rendimiento de filtración.

60 A través de este enfoque innovador es posible adicionalmente mejorar significativamente la estabilidad coloidal y oxidativa de las bebidas producidas. Por lo demás, mediante este planteamiento se puede reducir un eventualmente presente potencial de "gushing" (rebose repentino de espuma). Esto se consigue mediante el recurso de que los galotáninos empleados se fijan a unos compuestos proteínicos, que son activos enturbando o respectivamente activos en el efecto "gushing". Las partículas de enturbiamiento producidas, en el caso de una correspondiente matriz de bebida, son apropiadas bien o respectivamente mejor para ser incorporadas en el retículo formado por la pectina.

65 En consecuencia, por esta vía se puede mejorar significativamente la clarificación en el caso de una correspondiente matriz de bebida. Por lo demás, por esta vía de la clarificación optimizada se pueden retirar desde la matriz de

bebida los iones de metales (en particular iones de hierro y cobre), que están incorporados en unos correspondientes compuestos complejos y actúan de un modo favorable para la oxidación (prooxidativo) y activo en el efecto "gushing". En consecuencia, se alcanza una más alta estabilidad oxidativa de la bebida y disminuye el potencial de "gushing".

5 En el caso del presente invento destinado a la optimización de la clarificación de matrices de bebidas o respectivamente de cervezas mediante el empleo combinado de pectinas y galotánicos se aprovecha la circunstancia comprobada de que los galotánicos y compuestos proteínicos formados por los galotánicos incorporados a través del segundo aparato de dosificación 14 en el líquido de bebida, en comparación con la fracción de proteínas a solas, se presentan con un mayor tamaño de partículas en la matriz de bebida/cerveza y son incorporados especialmente bien en el retículo de pectina resultante mediante el empleo de pectina.

10 En las Figs. 8 y 9 se representa el efecto clarificador significativamente aumentado y el principio funcional del empleo combinado de pectinas y galotánicos con ayuda de una matriz de cerveza difícilmente clarificable, mediante el ensayo rápido de pectina que se ha descrito precedentemente.

15 La Fig. 8 muestra un ensayo de idoneidad de pectinas de dispersamiento H90 de las partículas pequeñas de 1 µm, o respectivamente la evolución VP del enturbiamiento T en EBC (H90) en función del tiempo t para diferentes pectinas en una matriz de bebida difícilmente clarificable, en comparación directa con las evoluciones VPGA y VPGB para dos empleos combinados de pectinas y galotánicos.

20 La Fig. 9 muestra un dispersamiento H25 de las partículas más gruesas de > 1 µm, o respectivamente la respectiva evolución VP del enturbiamiento T en EBC (H25) en función del tiempo t para diferentes pectinas 1 hasta 6 en una matriz de bebida difícilmente clarificable, en comparación directa con las evoluciones VPGA y VPGB para dos empleos combinados de pectinas y galotánicos.

25 En el caso del empleo combinado de pectinas/galotánicos se ha de prestar atención a que los galotánicos se empleen antes que las pectinas, de tal manera que las partículas más grandes, mejor incorporables, de los galotánicos y compuestos proteínicos se formen todavía antes de la formación del retículo de pectina. Es decir que los galotánicos o respectivamente las soluciones de galotánicos se deben de añadir en el caso de producción de la bebida o respectivamente en el proceso de producción de cerveza antes o poco antes que las pectinas o respectivamente la solución de pectinas.

30 Unas adicionales series de ensayos han puesto de manifiesto que es suficiente una adición de pectinas que esté retardada cronológicamente en  $\geq 1$  minuto después de la adición de galotánicos para aumentar significativamente el efecto clarificador.

35 El empleo simultáneo es posible solamente cuando la formación del retículo de las pectinas en la matriz de bebida es retardada por medio de unas medidas tecnológicas y por una correspondiente elección de las pectinas (con un grado óptimo de esterificación o respectivamente amidación).

40 En el caso del empleo combinado de pectinas/galotánicos, la cantidad necesaria de galotánicos depende, entre otras cosas del producto de galotánico empleado en cada caso y se puede determinar asimismo mediante un correspondiente ensayo rápido.

45 La adición de pectinas se sitúa en todas las aplicaciones descritas entre 1-200 ppm, mejor en 20-100 ppm, todavía mejor en 30 - 80 ppm (p.ej. 2,5 % (0,1 - 15 %) disuelta en agua o en una solución tamponadora, p.ej. en un tampón de acetato). Presuponiendo una optimización adicional del proceso, la utilización deliberada de determinadas pectinas como agentes clarificadores en la industria de las bebidas o respectivamente en la industria cervecera parece ser una alternativa barata a los productos que ya están consagrados en el mercado.

50

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento de clarificación para un líquido de bebida, en particular para la producción de una cerveza,
- 5 en el que el líquido de bebida, después de haber pasado por una etapa de fermentación, es sometido a una clarificación, que sirve para la retirada de los componentes que son activos enturbiando a partir del líquido de bebida, siendo cargado el líquido de bebida con por lo menos un agente clarificador que contiene pectina para el aumento del rendimiento de filtración, y
- 10 el líquido de bebida se aporta a un recipiente de maduración, en el que el líquido de bebida es almacenado a lo largo de un período de tiempo de maduración,
- caracterizado por que**, en el trayecto desde la etapa de fermentación hacia el recipiente de maduración, el agente clarificador es incorporado en el líquido de bebida, siendo cargado el líquido de bebida con galotáninos en una etapa
- 15 adicional del procedimiento,
- y la pectina contenida en el líquido de bebida, antes de la aportación al recipiente de maduración, se retira de nuevo, por lo menos en su mayor parte, a partir del líquido de bebida.
- 20 2. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** el proceso de carga del líquido de bebida con los galotáninos se efectúa antes del proceso de carga del líquido de bebida con el agente clarificador que contiene pectina.
3. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 2, **caracterizado por que** el proceso de carga del líquido de bebida con los galotáninos se efectúa por lo menos un minuto antes del proceso de carga con el agente clarificador que contiene pectina.
- 25 4. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** entre el proceso de carga del líquido de bebida con el agente clarificador que contiene pectina, y la aportación al recipiente de maduración, en otra etapa de procedimiento se efectúa una clarificación previa del líquido de bebida.
- 30 5. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 4, **caracterizado por que** la clarificación previa se efectúa mediante un separador.
- 35 6. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 4 ó 5, **caracterizado por que**, entre el proceso de carga del líquido de bebida y la clarificación previa, se prevé un período de tiempo de contacto del agente clarificador que contiene pectina con el líquido de bebida, de menos que 24 horas, ventajosamente de menos que 1 hora y en particular de menos que 10 min.
- 40 7. El procedimiento de clarificación de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 6, **caracterizado por que** en otra etapa adicional del procedimiento, que sigue al almacenamiento del líquido de bebida en el recipiente de maduración, se efectúa una filtración del líquido de bebida.
- 45 8. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizado por que** en el caso de la filtración, el respectivo líquido de bebida se retira desde un tercio superior del volumen relleno del recipiente de maduración y se aporta a un filtro de membrana/tierra de diatomeas.
9. El procedimiento de clarificación de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 8, **caracterizado por que** el agente clarificador que contiene pectina, contiene una cantidad de pectina que es de 1 a 200 ppm, de manera preferida de 20-100 ppm y en particular de 30 a 80 ppm, referida a la cantidad que se ha de cargar del líquido de bebida.
- 50 10. El procedimiento de clarificación de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 9, **caracterizado por que** el agente clarificador que contiene pectina es formado mediante una solución acuosa.
- 55 11. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 10, **caracterizado por que** la solución acuosa contiene por lo menos un agente tamponador.
- 60 12. El procedimiento de clarificación de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 11, **caracterizado por que** el agente clarificador que contiene pectina, contiene una pectina que se escoge entre el conjunto formado por Pectino-floc / A, B, C.
- 65 13. El procedimiento de clarificación de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 hasta 12, **caracterizado por que** en una etapa de procedimiento, que precede al proceso de carga del líquido de bebida con el agente clarificador que contiene pectina, se lleva a cabo un procedimiento rápido para la determinación de una pectina que es

máximamente apropiada para el líquido de bebida, que se ha de cargar en cada caso, escogida entre un conjunto formado por varias pectinas que entran en cuestión para la producción del agente clarificador que contiene pectina.

- 5 14. El procedimiento de clarificación de acuerdo con la reivindicación 13, **caracterizado por que** en el caso del procedimiento rápido, cada una de las pectinas que entran en cuestión se añade en cada caso en una cantidad preestablecida al líquido de bebida que se ha de cargar, y se centrifuga junto con éste, llevándose a cabo en una subsiguiente etapa de procedimiento una respectiva medición del enturbiamiento del líquido de bebida.

Fig. 1

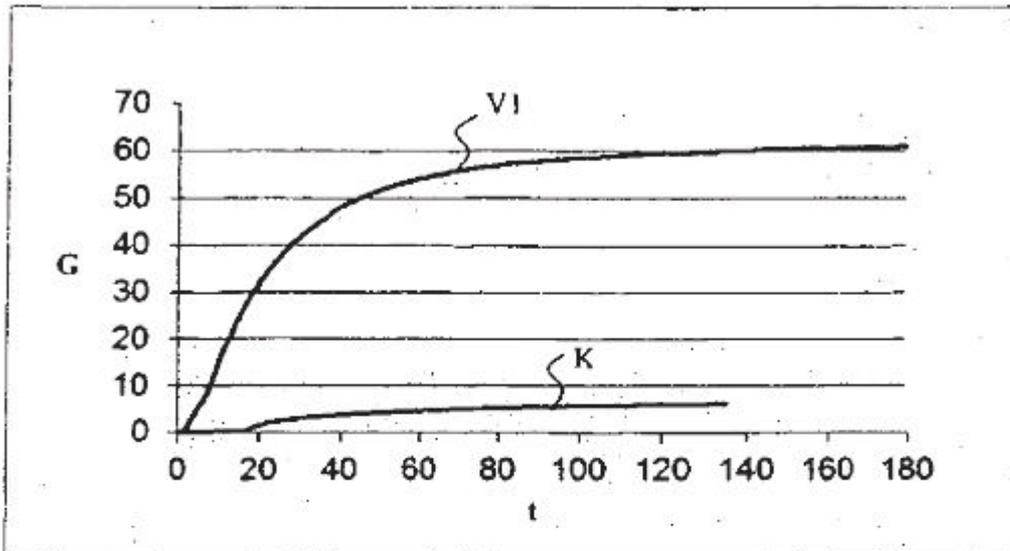


Fig. 2

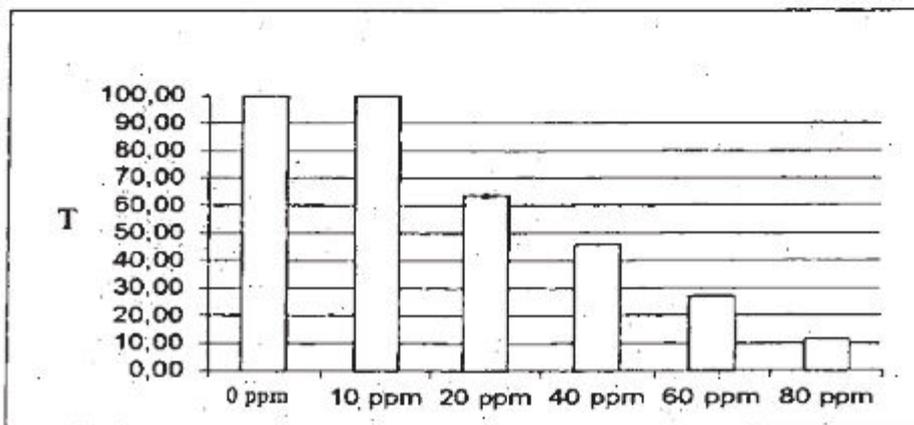


Fig. 3

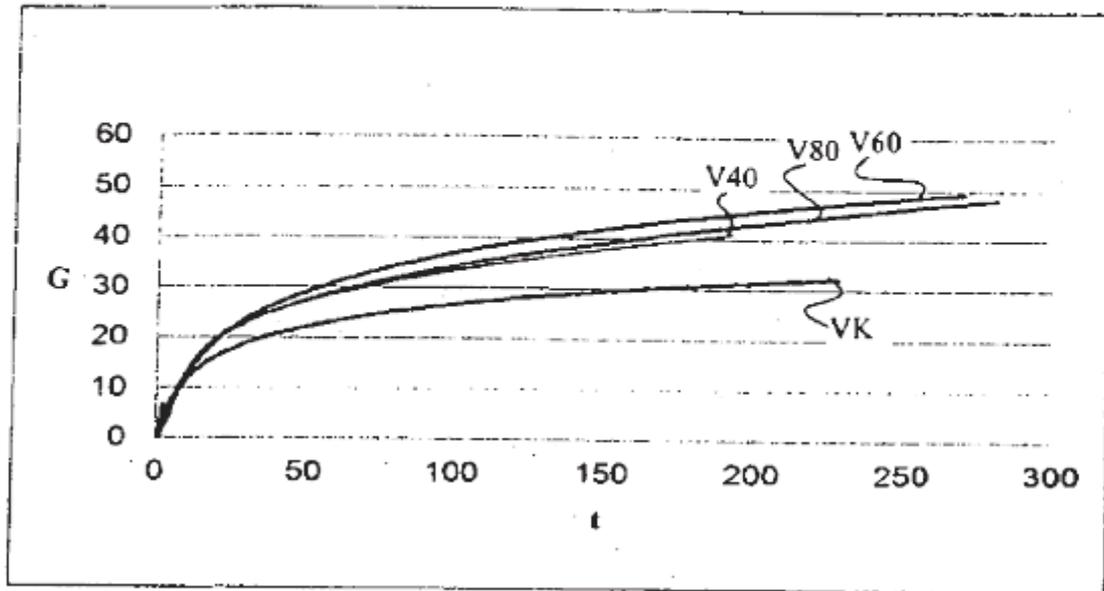


Fig. 4

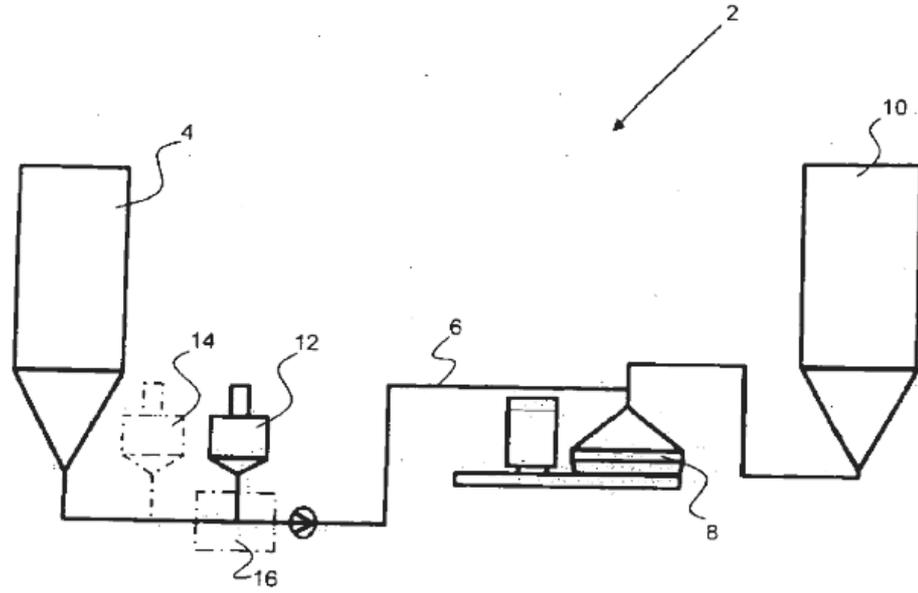


Fig. 5

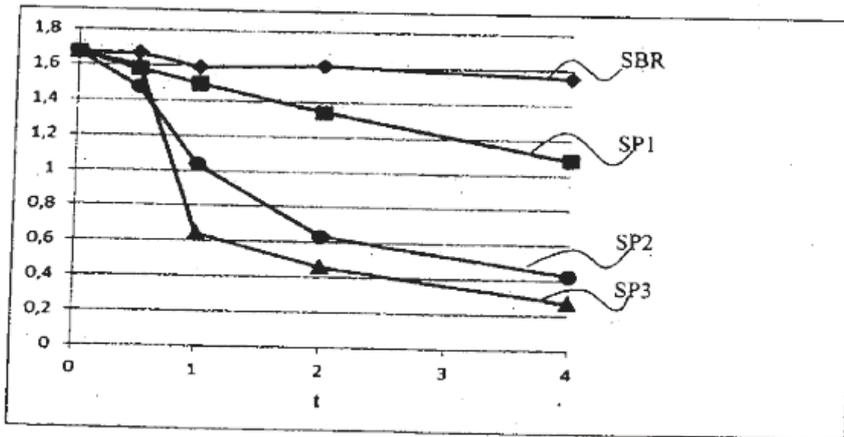


Fig. 6

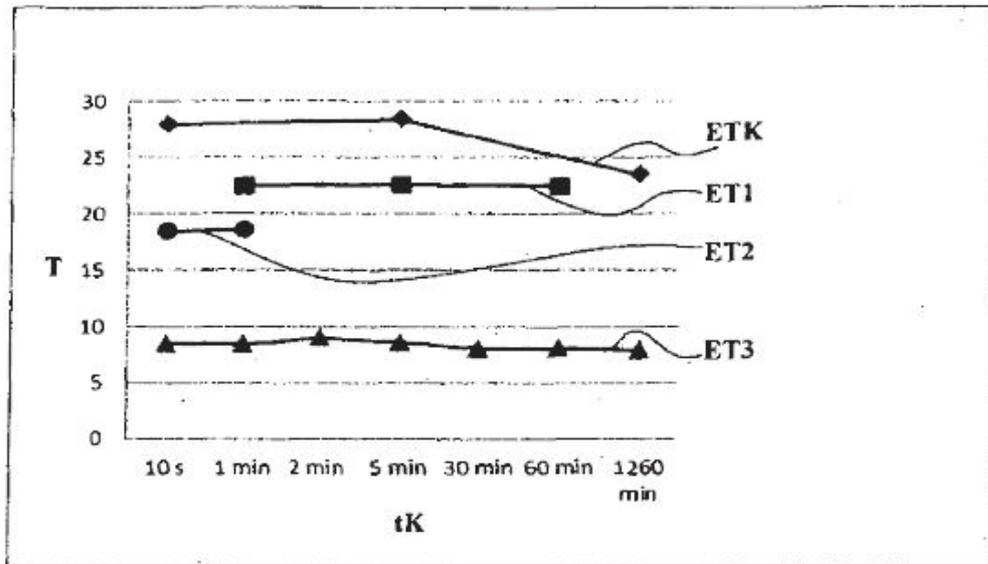


Fig. 7

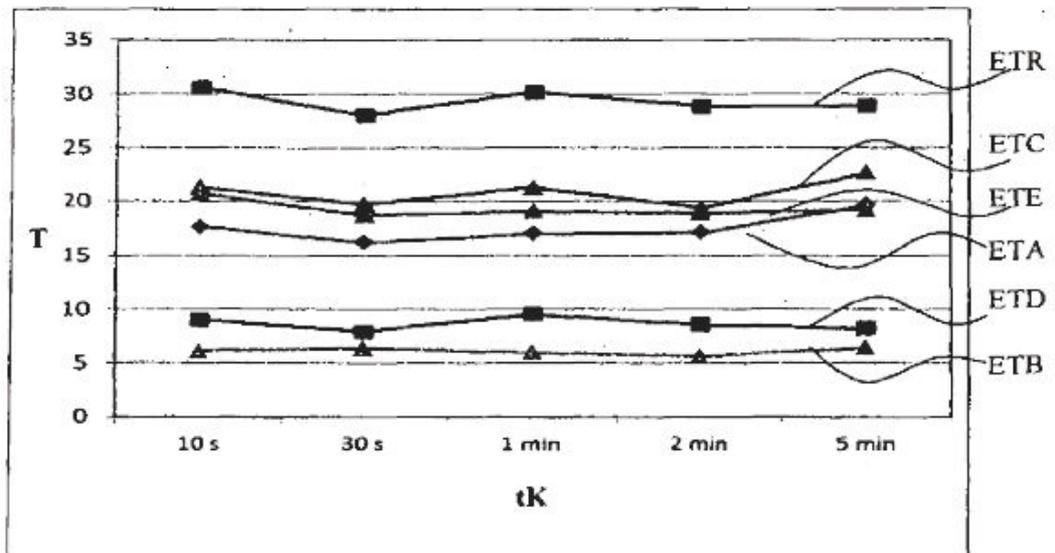


Fig. 8

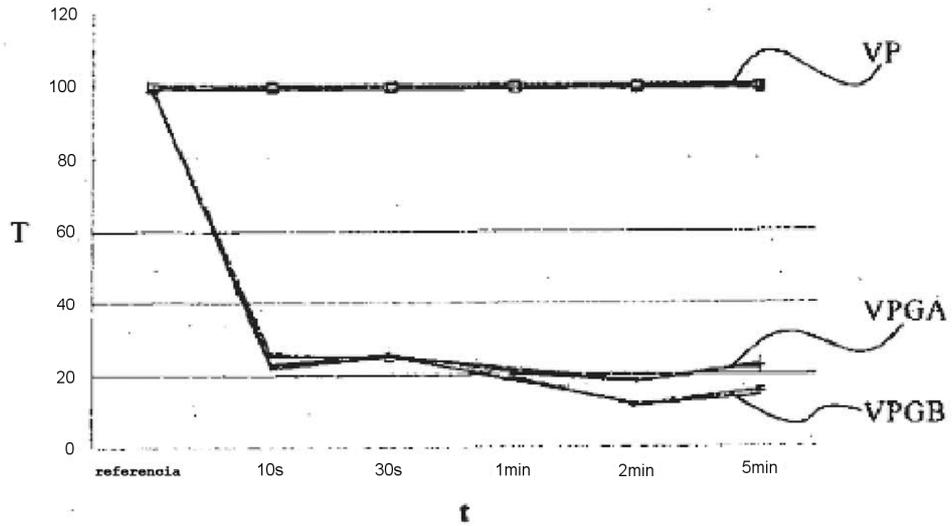


Fig. 9

