



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 1966638 B

(45) 授权公告日 2011.04.20

(21) 申请号 200610104934.5

(22) 申请日 2006.11.11

(73) 专利权人 玉门拓璞科技开发有限责任公司

地址 735211 甘肃省玉门镇经济开发区玉关路

(72) 发明人 刘启民 马连清 白玲 吴建宏
范玉芳

(74) 专利代理机构 甘肃省知识产权事务中心

62100

代理人 田玉兰

(51) Int. Cl.

C07C 49/743(2006.01)

C12C 3/00(2006.01)

C12C 3/12(2006.01)

(56) 对比文件

CN 1096509 A, 1994.12.21, 全文.

US 5013571 A, 1991.05.07, 全文.

CN 1743301 A, 2006.03.08, 全文.

权利要求书 1 页 说明书 2 页

(54) 发明名称

异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法

(57) 摘要

本发明公开了一种异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法,包括下列步骤:(1)用碱液分离 α 酸、 β 酸和酒花油;(2) α 酸经过异构化反应得到异构化 α 酸;(3)将异构化 α 酸、 β 酸和酒花油混合,经过真空脱水,得到异构化二氧化碳酒花浸膏成品。本发明提供的上述异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法,酒花浸膏中的 α 酸转化为异构化 α 酸的转化率大于60%,且由本发明直接得到的成品除含有异构化 α 酸以外,还同时含有 β 酸和酒花油,在啤酒生产过程中不需要再补充 β 酸和酒花油,方便了啤酒生产厂家的使用。

1. 一种异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，其特征在于该方法包括下列步骤：

(1) 用碱液分离 α 酸、 β 酸和酒花油

用浓度为 0.5%~5% 的碱液溶解酒花浸膏中的 α 酸，溶液中的碱量是酒花浸膏中 α 酸摩尔数的 1~2 倍，加热至 40~80℃，搅拌，使 α 酸充分溶解，再冷却至室温，静置分层，上层为膏状物，主要含 β 酸和酒花油，分离后用 1%~15% 的稀硫酸中和至 PH = 2~4，用水充分洗涤后备用；下层是水溶液，主要含有 α 酸，倾析出 α 酸溶液；

(2) α 酸经过异构化反应得到异构化 α 酸

将上述步骤 (1) 中得到的 α 酸溶液，按现有技术中描述的异构化反应方法直接进行异构化反应，采用镁盐为催化剂；

异构化反应结束后，分离固相与液相，液相经酸化至 PH = 1~2 时，析出膏状物，收集膏状物并用水充分洗涤，该膏状物主要含有 β 酸；固相溶于 1.5~4 倍重量的 95% 酒精后，用酸液酸化至 PH = 1~3 后，析出膏状物，收集膏状物并充分水洗，该膏状物主要为异构化 α 酸；

(3) 将异构化 α 酸、 β 酸和酒花油混合成异构化二氧化碳酒花浸膏

将步骤 (2) 中得到的膏状异构化 α 酸和 β 酸与步骤 (1) 中得到的膏状 β 酸和酒花油混合均匀，再经过 -0.07Mpa 以下真空加热脱水，至水分低于 5%，即得到异构化二氧化碳酒花浸膏成品。

2. 根据权利要求 1 所述的异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，其特征在于所述酒花浸膏为液态 CO₂ 浸膏、亚临界或超临界 CO₂ 浸膏。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，其特征在于步骤

(1) 中所述碱液为氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸钾或碳酸钠溶液。

4. 根据权利要求 1 所述的异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，其特征在于步骤 (1) 中所述碱液中的碱量是酒花浸膏中 α 酸摩尔数的 1.5 倍。

异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法

[0001] 技术领域 本发明属精细化工领域，涉及异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，具体地说是由液态、亚临界或超临界二氧化碳啤酒花浸膏生产异构化二氧化碳酒花浸膏的方法。

[0002] 背景技术 啤酒花是啤酒生产必需原料之一，素有“啤酒灵魂”之称。我国是世界上啤酒花的主要生产国，啤酒花产量约占全世界的 13%，仅次于美国和德国，居世界第三位。

[0003] 随着啤酒工业的技术进步，二氧化碳酒花浸膏逐渐替代颗粒啤酒花，更多地被啤酒生产厂家所使用。酒花浸膏在啤酒生产过程中是添加于麦汁煮沸锅中使用的，经过这一过程，酒花浸膏中的 α 酸转化为异构化 α 酸，赋予啤酒清爽的苦味。但在这一过程中，α 酸转化为异构化 α 酸的转化率只有 30～40%，酒花浸膏中 α 酸的利用率比较低。为提高酒花浸膏中 α 酸的利用率，国外的酒花制品公司推出了异构化 α 酸产品，这种方案解决了 α 酸利用率低的问题，但其产品中缺少酒花浸膏中的 β 酸成分和酒花油成分，啤酒生产过程中还需要补充 β 酸和酒花油。为了方便啤酒生产企业使用酒花制品，需要既含有异构化 α 酸，又含有 β 酸和酒花油的酒花浸膏产品，即所谓的异构化二氧化碳酒花浸膏。目前生产异构化二氧化碳酒花浸膏的技术方案尚未见公开报道。

[0004] 发明内容 本发明的目的在于提供一种既能够有效提高 α 酸利用率，同时产品中还含有 β 酸和酒花油的异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法。

[0005] 为实现上述目的，本发明提供的技术方案为：

[0006] 一种异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，其特征在于该方法包括下列步骤：

[0007] (1) 用碱液分离 α 酸、β 酸和酒花油

[0008] 用浓度为 0.5%～5% 的碱液溶解酒花浸膏中的 α 酸，溶液中的碱量是酒花浸膏中 α 酸摩尔数的 1～2 倍，加热至 40～80℃，搅拌，使 α 酸充分溶解，再冷却至室温，静置分层，上层为膏状物，主要含 β 酸和酒花油，分离后用 1%～15% 的稀硫酸中和至 PH = 2～4，用水充分洗涤后备用；下层是水溶液，主要含有 α 酸，倾析出 α 酸溶液；

[0009] (2) α 酸经过异构化反应得到异构化 α 酸

[0010] 将上述步骤(1)中得到的 α 酸溶液，按现有技术中描述的异构化反应方法直接进行异构化反应，采用镁盐为催化剂；

[0011] 异构化反应结束后，分离固相与液相，液相经酸化至 PH = 1～2 时，析出膏状物，收集膏状物并用水充分洗涤，该膏状物主要含有 β 酸；固相溶于 1.5～4 倍重量的 95% 酒精后，用酸液酸化至 PH = 1～3 后，析出膏状物，收集膏状物并充分水洗，该膏状物主要为异构化 α 酸；

[0012] (3) 将异构化 α 酸、β 酸和酒花油混合成异构化二氧化碳酒花浸膏

[0013] 将步骤(2)中得到的膏状异构化 α 酸和 β 酸与步骤(1)中得到的膏状 β 酸和酒花油混合均匀，再经过 -0.07Mpa 以下真空加热脱水，至水分低于 5%，即得到异构化二氧化碳酒花浸膏成品。

[0014] 上述异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法中，所述酒花浸膏为液态 CO₂ 浸膏、亚临界或超临界 CO₂ 浸膏。

[0015] 上述异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法中，步骤(1)中所述碱液为氢氧化钾、氢氧化钠、碳酸钾或碳酸钠溶液。

[0016] 本发明提供的上述异构化二氧化碳酒花浸膏的生产方法，设计合理，简单易操作，酒花浸膏中的 α 酸转化为异构化 α 酸的转化率至少可以达到 60%，且由本发明直接得到的成品除含有异构化 α 酸以外，还同时含有 β 酸和酒花油，在啤酒生产过程中不需要再补充 β 酸和酒花油，方便了啤酒生产厂家的使用。

[0017] 具体实施方式 下面通过具体实施例进一步详细阐述本发明的技术方案及其实施步骤：

[0018] (1) 称量超临界 CO₂ 酒花浸膏 200 千克（其中含 α 酸 45%、β 酸 30% 和酒花油 2.5%），加入到 800 升浓度为 1.9% 的氢氧化钠溶液中，此时溶液中的碱量是酒花浸膏中 α 酸摩尔数的 1.5 倍，加热至 60℃，搅拌 50 分钟，使 α 酸充分溶解，冷却至室温，静置分层，放出下层的 α 酸溶液，待下一步使用，将上层主要含 β 酸和酒花油的膏状物用 10% 的稀硫酸溶液中和至 pH = 3，再用水充分洗涤后备用；

[0019] (2) 将上述步骤(1)中得到的 α 酸溶液，按现有技术中记载的方法直接进行异构化反应（参考以下文献方法进行，如：USP 3552925、USP 4918240、USP4644084、USP 5013571、USP 5523489、USP 5600012、USP 6198004、中国发明专利申请号：94100149.0、中国发明专利申请号：98 120079.6、中国发明专利申请号：200410073602.6 及期刊文章 (J.Agric.Foodchem.1991, 39, 1732-1734)。

[0020] 即：往 α 酸溶液中加入溶有 8 千克碳酸钾、2 千克氢氧化钠的水溶液 20 升，再加入溶有 15 千克六水合氯化镁的水溶液 20 升，搅拌加热至沸腾，保温 90 分钟，冷却至室温，分离液相和固相，液相用 40% 的硫酸酸化至 pH = 1，析出膏状物，收集膏状物用水充分洗涤，此膏状物中主要含有 β 酸；固相用 1.8 倍重量的 95% 酒精加热溶解，溶解温度为 60℃，加入浓度为 40% 的硫酸酸化至 pH = 1，析出膏状物，用水充分洗涤，得到异构化 α 酸；

[0021] (3) 将步骤(2)中得到的异构化 α 酸、β 酸以及步骤(1)中的 β 酸和酒花油混合，在 70℃ 下搅拌均匀，再经过 -0.08Mpa 脱水 40 分钟，即得到水分 < 5% 的异构化二氧化碳酒花浸膏成品，成品量 185 千克。

[0022] 本实施例中得到的异构化二氧化碳酒花浸膏成品，经高效液相色谱分析，其中含有异构化 α 酸 41%（即：α 酸转化为异构化 α 酸的转化率为 91.11%）、含有 β 酸 30%；经水汽蒸馏法测定，其中含有酒花油 2.1%。