

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 02803659. X

[51] Int. Cl.

B01J 20/10 (2006.01)

B01J 20/30 (2006.01)

C12H 1/04 (2006.01)

C01B 33/152 (2006.01)

[45] 授权公告日 2006 年 11 月 15 日

[11] 授权公告号 CN 1284620C

[22] 申请日 2002.1.14 [21] 申请号 02803659. X

[30] 优先权

[32] 2001. 1. 12 [33] US [31] 09/760,353

[86] 国际申请 PCT/US2002/001005 2002.1.14

[87] 国际公布 WO2002/055190 英 2002.7.18

[85] 进入国家阶段日期 2003.7.11

[71] 专利权人 PQ 控股公司

地址 美国特拉华州

[72] 发明人 胡亚涛 陈 强

审查员 王 辉

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

代理人 过晓东

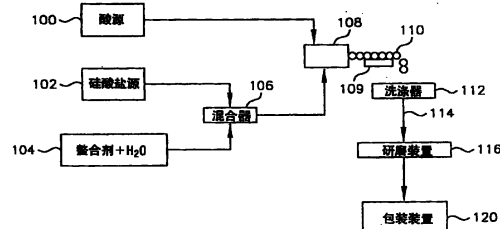
权利要求书 5 页 说明书 10 页 附图 2 页

[54] 发明名称

制备并使用低酒精饮料可溶性铁含量的吸附剂的方法及由其制备的组合物

[57] 摘要

由酒精饮料如啤酒中除去某些不希望组分的吸附剂，其具有低酒精饮料溶解性铁(BSI)含量。这些不希望组分包括产生冷藏混浊的杂质。该吸附剂包括二组分，二氧化硅组分及多磷酸盐螯合剂组分如三聚磷酸钠(STPP)。使用该吸附剂的方法包括首先使酒精饮料与吸附剂接触以吸附至少部分不希望组分，然后由酒精饮料中分离吸附剂。该吸附剂可通过两种方法之一或结合来形成。第一种方法包括在凝胶化阶段之前加入多磷酸盐螯合剂至反应物如硅酸钠或硅酸钾溶液中。第二种方法包括在形成水凝胶之后加入多磷酸盐螯合剂至洗涤水中。使用第一种方法基本上减少了吸附剂的BSI，但是吸附剂的全部铁含量表现为增加。第二种方法既减低了BSI，也减低了硅胶的总铁含量。



1. 一种制备具有低酒精饮料可溶性铁含量的硅胶吸附剂的方法，该方法包括以下步骤：

使多磷酸盐螯合剂与至少所述硅胶的反应物及含有所述硅胶母体的洗涤溶液之一接触；以及
由所述母体形成硅胶吸附剂。

2. 如权利要求 1 的方法，其中：

所述反应物包括硅酸钠或硅酸钾；以及

所述接触步骤由使所述多磷酸盐螯合剂与所述硅酸钠或硅酸钾接触并形成所述多磷酸盐螯合剂及所述硅酸钠或硅酸钾的溶液以形成混合物组成。

3. 如权利要求 2 的方法，其还包括加入酸至所述混合物中以形成水溶胶。

4. 如权利要求 2 的方法，其中所述多磷酸盐螯合剂为三聚磷酸钠。

5. 如权利要求 1 的方法，其中：

所述接触步骤由使所述多磷酸盐螯合剂与含有所述母体的所述洗涤溶液接触组成；以及

所述母体包括通过混合酸与硅酸钠或硅酸钾而形成的水凝胶。

6. 如权利要求 5 的方法，其中所述多磷酸盐螯合剂为三聚磷酸钠。

7. 如权利要求 1 的方法，其中所述接触步骤包括使所述多磷酸盐螯合剂与所述反应物接触，并与含有所述母体的所述洗涤溶液接触。

8. 一种制备具有低酒精饮料可溶性铁含量的硅胶吸附剂的方法，该方法包括以下步骤：

使多磷酸盐螯合剂与硅酸钠或硅酸钾混合以形成混合物；

加入酸至所述混合物中以形成具有多磷酸盐组分的二氧化硅水溶胶，并容许所述水溶胶沉降为水凝胶。

用酸化水洗涤所述水凝胶；以及

研磨所述水凝胶以形成硅胶吸附体。

9. 如权利要求 8 的方法，其中所述酸为无机酸。

10. 如权利要求 8 的方法，其中所述多磷酸盐螯合剂为三聚磷酸钠。

11. 如权利要求 10 的方法，其中：

所述硅酸钠或硅酸钾具有铁含量；

所述三聚磷酸钠以达成三聚磷酸钠：铁的摩尔比为 0.5:1—50:1 的量加入到所述硅酸钠或硅酸钾中；

所述酸以高于化学计量所需酸的量 5 摩尔%—30 摩尔%的量加入到所述混合物中以完全中和所述钠或钾；以及

所述酸化水的 pH 值为 2.5—4.0。

12. 如权利要求 10 的方法，其中：

所述硅酸钠或硅酸钾具有铁含量；

所述三聚磷酸钠以达成三聚磷酸钠：铁的摩尔比为 5:1—10:1 的量加入到所述硅酸钠或硅酸钾中；

所述酸以高于化学计量所需酸的量 15 摩尔%—25 摩尔%的量加入到所述混合物中以完全中和所述钠或钾；以及

所述酸化水的 pH 值为 3.2—3.4。

13. 一种制备具有低酒精饮料可溶性铁含量的硅胶吸附剂的方法，该方法包括以下步骤：

使硅酸钠或硅酸钾与酸混合以形成水溶胶，并容许所述水溶胶沉降为水凝胶；

用水与多磷酸盐螯合剂的酸化混合物洗涤所述水凝胶；以及
研磨所述经洗涤的水凝胶以形成硅胶吸附剂。

14. 如权利要求 13 的方法，其中所述酸为无机酸。

15. 如权利要求 13 的方法，其中所述多磷酸盐螯合剂为三聚磷酸钠。

16. 如权利要求 15 的方法，其中：

所述硅酸钠或硅酸钾具有铁含量；

以硅酸钠为基准，所述三聚磷酸钠以达成浓度为 0.01—1 重量%的三聚磷酸钠的量加入到所述酸化混合物中；

所述酸以高于化学计量所需酸的量 5 摩尔%—30 摩尔%的量加入到所述混合物中以完全中和所述钠或钾；以及

所述酸化水的 pH 值为 2.5—4.0。

17. 如权利要求 15 的方法，其中：

所述硅酸钠或硅酸钾具有铁含量；

以硅酸钠为基准，所述三聚磷酸钠以达成浓度为 0.05—0.5 重量 % 的三聚磷酸钠的量加入到所述酸性混合物中；

所述酸以高于化学计量所需酸的量 15 摩尔%—25 摩尔%的量加入到所述混合物中以完全中和所述钠或钾；以及

所述酸化水的 pH 值为 3.3—3.5。

18. 一种用于由酒精饮料中除去组分以减低冷藏混浊的组合物，所述组合物包括含有二氧化硅组分及多磷酸盐螯合剂组分的吸附剂。

19. 如权利要求 18 的组合物，其中：

所述二氧化硅组分为硅胶；以及

所述多磷酸盐螯合剂组分为三聚磷酸钠。

20. 一种由酒精饮料中除去组分以减低冷藏混浊的方法，所述方法包括以下步骤：

使酒精饮料与包括二氧化硅组分及多磷酸盐螯合剂组分的吸附剂接触，吸附至少部分所述组分至所述吸附剂上，由此得到低组分的酒精饮料；以及

由所述低组分酒精饮料中分离所述吸附剂。

21. 如权利要求 20 的方法，其中：

所述二氧化硅组分为硅胶；以及

所述多磷酸盐螯合剂组分为三聚磷酸钠。

22. 如权利要求 21 的方法, 其中所述吸附剂以达成浓度为 100 ppm—1000 ppm 的量加入到所述酒精饮料中。

23. 如权利要求 21 的方法, 其中所述吸附剂以达成浓度为 400 ppm—800 ppm 的量加入到所述酒精饮料中。

24. 如权利要求 21 的方法, 其中所述分离步骤包括由所述低组分酒精饮料中过滤所述吸附剂。

25. 通过权利要求 1 的方法形成的硅胶吸附剂。

26. 通过权利要求 8 的方法形成的硅胶吸附剂。

27. 通过权利要求 13 的方法形成的硅胶吸附剂。

28. 如权利要求 18 的组合物, 其中所述吸附剂由二氧化硅组分及多磷酸盐螯合剂组分组成。

制备并使用低酒精饮料可溶性铁含量的吸附剂的方法 及其制备的组合物

技术领域

本发明涉及在酒精饮料如啤酒中具有低酒精饮料可溶性铁含量的吸附剂。

背景技术

硅胶已经用于由某些酒精饮料中除去某些不希望的组分，典型地通过吸附。例如，硅胶已用于酿造方法中，以通过吸附通常形成混浊的低分子量蛋白质（例如低于 40,000 道尔顿）来稳定啤酒。商品硅胶由硅酸盐溶液及无机酸制造，并含有少量的金属如铁，所述金属部分可溶于酒精饮料中并污染他们。酒精饮料中可溶性的硅胶的铁含量部分通常称为“酒精饮料可溶性铁”（通常简称为“BSI”）。虽然吸附剂的 BSI 可容易地识别，但 BSI 随其他因素中的不同酒精饮料、pH、及温度而变化。如此溶解的金属可使酒精饮料的胶体组分不稳定，包括可使质量较低。例如，高溶解程度的铁不利地影响啤酒味道及保存期限。

已经作了一些努力以稳定啤酒，更具体而言是处理啤酒以防止冷藏混浊及金属污染。例如，Bradley 的美国专利第 4,134,857 号公开了通过用单宁酸或没食子酸或它们的混合物的水溶液，并借助于控制颜色的柠檬酸来洗涤助滤剂如硅藻土来减少 BSI。

酒精饮料中高含量铁的存在可对酒精饮料的味道及长期稳定性（“保存期限”）有害。因此，使节省成本的吸附剂具有低 BSI 是有利的。

发明内容

考虑到发明目的，本发明提供了具有低酒精饮料可溶性铁（BSI）含量的吸附剂，用于由酒精饮料中除去某些组分以减低冷藏混浊。该吸附剂是通过在制造吸附剂期间引入多磷酸盐螯合剂而制造的。特别是，该方法包括使多磷酸盐螯合剂如三聚磷酸钠与硅胶的反应物或含有硅胶母体的洗涤溶液接触，或与二者接触。反应物可以为硅酸钠或硅酸钾溶液，用于与无机酸一起制备二氧化硅水凝胶。母体可为通过硅酸钠或硅酸钾溶液与无机酸混合而形成的二氧化硅水凝胶。由该母体形成吸附剂。因此，本发明的组合物为包括二氧化硅组分及多磷酸盐螯合剂组分的吸附剂。

本发明也提供使用该吸附剂以减少酒精饮料中的某些杂质。本发明的方法及组合物用于除去趋向于在啤酒中形成冷藏混浊的杂质。所述方法包括使酒精饮料与本发明的吸附剂接触以吸附至少部分组分，然后由酒精饮料中分离吸附剂，例如通过过滤。

应理解前述的一般说明及以下的详细说明都是示例性说明本发明，而不是限制本发明。

附图说明

结合附图，由以下的具体实施方式可对本发明有最好的理解，其中：

图 1 为制备本发明吸附剂的方法的第一实施方案的示意图；以及图 2 为制备本发明吸附剂的方法的第二实施方案的示意图。

具体实施方式

本发明涉及用于除去酒精饮料中的杂质并防止形成冷藏混浊，同时使铁由吸附剂向酒精饮料的浸析最小化。在此所用的术语“酒精饮料”试图涵盖所有包含某些蛋白质的酒精饮料，如果蛋白质存在于酒

精饮料中, 则其趋向由于冷藏而形成混浊, 但蛋白质可由本发明吸附。此类酒精饮料包括许多基于蔬菜或基于麦芽的酒精饮料, 如啤酒、强麦酒、及葡萄酒、以及果汁。本发明特别适用于啤酒, 包括窖藏啤酒、Pilsner 啤酒、慕尼黑啤酒及强麦酒、porter、以及烈性黑麦酒。

在此所用的术语“由酒精饮料中除去组分”中的“除去”意指除去至少一些百分含量的选择性组分, 如引起冷藏混浊的蛋白质, 但不必期待百分之百地除去任何这些组分。然而, 在有些情况下, 可除去某一组分至任何已知定量分析程序都无法检测的程度。

如下所述, 当制备本发明的硅胶吸附剂时, 本发明使用多磷酸盐螯合剂。多磷酸盐螯合剂是包括阴离子 P_nO_{3n+1} 的化合物, 并且能够螯合阳离子, 此例中最著名的是铁阳离子或亚铁阳离子。多磷酸盐螯合剂可在其配方中包括碱金属或碱土金属。已经发现三聚磷酸钠 $Na_5P_3O_{10}$ 适合于本发明的目的。

下面结合图 1 及 2 讨论制备本发明吸附剂的方法。通常, 这些方法包括首先使多磷酸盐螯合剂与硅胶反应物或含硅胶母体的洗涤溶液 (或二者混合物) 接触, 然后由母体形成硅胶吸附剂。硅胶反应物可包括能够与形成硅胶母体的其他起始材料反应的起始材料。反应物包括硅酸钠或硅酸钾溶液, 当在一定条件下与酸结合或强制通过喷嘴时, 其形成水凝胶。母体为基本上与最终的硅胶具有相同化学组成的材料, 但可有些物理变化, 如孔隙率测定性能 (porosimetry property) 的变化、含湿量的变化、或在其孔内的其他化合物的物理保持性。形成是通过常规方法实现的, 且包括如下讨论的水热处理 (虽然未在以下讨论的实施例中实施)、洗涤、研磨、及干燥。

在图 1 所示的实施方案中, 多磷酸盐螯合剂如三聚磷酸钠 (STPP) 与硅酸钠或硅酸钾混合形成混合物。螯合剂源 104 可提供溶于水中的 STPP 溶液。此溶液在混合器 106 中结合由硅酸盐源 102 提供的硅酸钠或硅酸钾, 形成 STPP-掺杂的硅酸盐混合物。将该 STPP-掺杂的

硅酸盐混合物混合足够的时间以得到充足的混合，例如 2—6 小时，尽管这可视其他因素而改变。待加入的多磷酸盐螯合剂的量取决于硅酸盐的铁含量，其可由常规定量分析技术测定。可加入到硅酸钠或硅酸钾溶液的三聚磷酸钠的量为使三聚磷酸钠：铁的摩尔比为约 0.5：1—50：1 之间，优选约 5：1—10：1。

接下来，通过用酸如无机酸中和 STPP—掺杂的硅酸盐混合物形成硅胶。在以下实施例中使用硫酸。除了向硅酸盐溶液中添加 STPP 外，含 STPP 组分的硅胶吸附剂的制造可以任何用于制备常规硅胶吸附剂的已知方式影响。例如，酸源 100 可用于提供酸，该酸可与 STPP—掺杂的硅酸盐混合物结合形成水溶胶。特别地，通过迅速混合酸及硅酸钠或硅酸钾的水溶液来形成二氧化硅水溶胶。已发现在此发明中调节反应物的浓度及流速或比例使得水溶胶含有约 5—30 重量%的 SiO_2 、优选约 10—20 重量%的 SiO_2 是有利的。还发现优选完全中和存在于硅酸盐溶液中的所有碱金属，并优选高于化学计量要求量 5 摩尔%—30 摩尔%（优选 15—25 摩尔%）的过量酸来完全中和钠或钾。因此，优选在二氧化硅水溶胶中无或基本无未反应的 Na_2O 或 K_2O 。

如图 1 所示，具有多磷酸盐组分的水溶胶受压通过喷嘴 108。由此喷嘴，水溶胶降到运送带 109 上并容许以已知方式放置形成水凝胶。为进一步加工，该水凝胶容许在传送带上老化足够长的时间以变坚硬。在一个实施方案之中，水溶胶含有约 18% 的 SiO_2 ，其 pH 值低于约 1，并在几分钟内成凝胶。此类水溶胶在传送带 109 上形成小珠。

水凝胶然后在洗涤器 112 中用酸化水洗涤，由该水凝胶中除去盐。可如现有技术一样实施多次洗涤，直到流出液中盐浓度为可接受水平或以下，优选为零或接近零。可以分批法、同步流动、或反向流动来实施洗涤。已发现酸化水是希望的，例如使用硫酸。洗涤水的 pH 值可为 2.5—4.0，优选 3.2—3.4。

经洗涤的水凝胶然后经由管路 114 流入研磨装置 116, 在此研磨。尽管粒度将取决于最终用途的需要及酒精饮料纯化过程的其他条件, 但研磨可持续到平均粒度为约 10—约 40 微米。通常, 颗粒应为粉状, 并且不应研磨得太小使得过滤变困难。吸附剂然后在包装装置 120 中包装。根据图 1 所示实施方案所形成的吸附剂具有减低的 BSI。

在图 2 所示的实施方案中, 多磷酸盐螯合剂与作为硅酸盐溶液对照的酸化洗液混合, 其他加工条件通常是相同的。具体而言, 反应物如来自硅酸盐源 200 的硅酸钠或硅酸钾与来自酸源的酸混合。使此混合物通过喷嘴 203 以形成水溶胶, 其全部以已知方式放置形成水凝胶, 典型地在传动带或容器 205 上。然后如上所述将该水凝胶老化, 并导向洗涤器 208。除了调节反应物的流速使水溶胶中存在 15—20 % 的 SiO_2 外, 所有的相关浓度都与图 1 所示实施方案中相同。

洗涤器 208 不含酸化洗涤水, 而含有水与来自装置 206 的多磷酸盐螯合剂的酸化混合物。多磷酸盐化合物可为 STPP。三聚磷酸钠可以以一定量加入该酸化混合物中, 以达成足够减低 BSI 的量至可接受水平的浓度。除了其他因素外, 多磷酸盐螯合剂的特定浓度将取决于洗涤水 208 中 (包括硅胶上及酸化水中) 铁的量。在本发明的实施方案中, 以硅酸钠为基准, 三聚磷酸钠的浓度为 0.01—1 重量%, 优选 0.05—0.5 重量%。在另一实施方案中且用于以下实施例, 可通过测定初始水凝胶中铁的摩尔数而得到待加入的 STPP 的量。在此情况下, 调节 STPP 的摩尔数 (即洗涤步骤期间所用 STPP 的总量) 比铁的摩尔数为 5: 1—20: 1。从而, 所用洗涤水越多, STPP 的浓度越低。

酸化混合物可通过首先将 STPP 溶解于水中, 任意处的 STPP 浓度介于 10—800 ppm, 优选介于约 100—400 ppm (虽然此浓度可如上所述基于硅酸盐或水凝胶中的铁而改变), 然后用硫酸调节溶液的 pH 值至 2.5—4.0 之间, 优选 3.3—3.5。通过用螯合剂混合物洗涤水凝胶 204 形成硅胶。

如前所述，经洗涤的水凝胶然后进入研磨装置 210 并最终进入包装装置 214。图 2 所示实施方案表明达成了关于减少吸附剂的所有铁含量及酒精饮料可溶性铁含量。也可制得结合图 1 及图 2 所示实施方案特征的吸附剂。换言之，STPP-掺杂的硅酸盐溶液可用于形成可用 STPP 掺杂的水洗涤的水凝胶。

已确信孔隙度测定性能范围宽的硅胶可用于本发明。更具体而言，确信对于本发明目的而言，并不严格限于特定范围的孔体积、孔径、表面积、或粒度。然而，已发现孔体积为约 1.5—2.5 cc/g、平均孔径为约 75—125 埃、表面积为 750—850 m²/g、以及含湿量为约 60—70% H₂O 的硅胶是适合的。本发明也可用于用 STPP 掺杂的水洗涤后经水热处理（如下所述）减小表面积的干凝胶。此干凝胶的孔体积可为约 1.0—1.4 cc/g，平均孔径为约 75—125 埃，以及表面积为约 250—450 m²/g。

获得此类硅胶在本领域是已知的。例如，在碱性 pH 值下将硅胶暴露于高温下，导致凝胶结构的重排、表面积减低且最终产物的平均孔径增加。此方法在本领域称为“水热处理”。为此，酸沉降硅胶需要调节为碱性或中性 pH 值。干燥条件也将影响孔隙度测定性能；迅速干燥趋向于得到较高的孔体积。水溶胶的二氧化硅含量也影响孔隙度测定。所有这些影响都是本领域技术人员已知的并在许多出版物和专利中都有描述。

在由酒精饮料中除去组分的方法中使用吸附剂以减低冷藏混浊，同时具有相对的低 BSI。在上下文中所用的术语“低 BSI”是相对于使用除了不暴露于多磷酸盐螯合剂外相同的方法制得的吸附剂的 BSI 而言的。特别是如以下实施例所示，本发明的吸附剂可具有比可比吸附剂的 BSI 低 50% 的 BSI，优选低于 25%，更优选低于 10%。以常规方法，优选促进吸附的方法，通过简单地使本发明的吸附剂与酒精饮料接触来实现除去杂质的方法。吸附步骤可以是任何方便的分

批或连续方法。在任何情况下，搅拌或其他混合都将增强吸附剂的吸附效率。

吸附可在酒精饮料为液体的任何适宜温度下实施。典型地，酒精饮料温度为约 29—40°F。酒精饮料与吸附剂如上所述接触一段时间，该时间足够在处理过的酒精饮料中达成所希望百分组成的减低。具体的接触时间的改变有时取决于所选方法即分批法或连续法、待处理的酒精饮料的类型及条件、酒精饮料中各组分的浓度、所用的特定吸附剂。如果当接触时间已经设置，吸附剂的粒度可以已知方式改变以符合各种加工条件。另外，与酒精饮料接触的吸附剂的相对量也将影响所除去组分的量。加到啤酒中的吸附剂的量以每百万分之几来测量（例如每 1,000,000 克啤酒的吸附剂的克数）。吸附剂用量可由 100 ppm 至约 1000 ppm，并优选约 400 ppm 至约 800 ppm。

在啤酒的精制过程中，有时用其他添加剂吸附组分并实施其他功能。本发明的吸附剂是在工业中已知的其他添加剂存在下达成本发明的功能。例如，在过滤前通常向啤酒中加入泡沫稳定剂、抗氧剂、珍珠岩、以及硅藻土。例如，硅藻土被用作助滤剂，但通常不希望向啤酒中贡献铁。

不管本发明所用的特定吸附剂，吸附剂（或几种吸附剂）以任何已知方式于吸附后由除去组分的酒精饮料中分离出来。例如，过滤装置可用于由除去组分的酒精饮料中分离吸附剂。分离可通过一个或多个过滤步骤实现。

本发明的吸附剂为包括二氧化硅组分及多磷酸盐螯合剂组分的吸附剂。确信附图 1 所示实施方案中，多磷酸盐螯合剂与硅胶间化学键结，而附图 2 所示实施方案中，其仅物理保持在硅胶的孔中。因此，在前例中，硅胶及多磷酸盐螯合剂可有时彼此转变，由此，在最终产品中，它们被称为硅胶“组分”及多磷酸盐螯合剂“组分”。然而，在后一实施方案中，确信两种组成之间没有任何化学反应。

实施例

以下所列实施例更明确地说明本发明的所有性质。这些实施例是示例性的，并非用于限制本发明。

实施例 1

在制备本发明产品的方法的一个实施例中，STPP 溶解于水中，并且容许与硅酸钠在室温下混合 5 小时。以硅酸钠为基准，此 STPP 掺杂的硅酸盐混合物含有 0.1 重量%的 STPP。酸溶液的浓度为 14.4 %的硫酸，温度为约 72°F。该硅酸盐溶液的标准 SiO_2 : Na_2O 重量比为 3.25，固含量为 22%，温度为约 72°F。调节硅酸盐与酸的浓度及比例，使得水溶胶含有 10%的 SiO_2 ，并且使得具有比中和硅酸盐溶液中存在的钠所需多 20%的酸。水溶胶可在 122°F 在容器中凝胶。凝胶时间为几小时。然后在 122°F 老化该凝胶并用酸化水洗涤，用硫酸赋予酸性。用于除去硫酸钠的酸化水的 pH 值为 3.3。此样品称作样品 1。

为了对比，使用与样品 1 相同的方法制得对照样品 1，只是不加入 STPP。

凝胶中铁水平表示全部铁 (Fe)。全部铁及酒精饮料可溶性铁 (BSI) 用原子吸收 (AA) 测量。样品 1 的全部铁含量为 83 ppm，BSI 含量为 2.4 ppm，而对照样品 1 的全部铁含量为 27 ppm，BSI 含量为 7 ppm。

实施例 2

在本发明方法的另一实施例中，除了增加 STPP 的浓度外，硅胶的制备方法与实施例 1 相同。以硅酸钠为基准，实施例 2 中的 STPP 为 0.15 重量%。也制得对照样品 2 用于比较，使用样品 1 中相同的方法，除了在对照实验中不使用 STPP。

实施例 3

在用于制造本发明的吸附剂的第二实施方案的实施例中，通过用硫酸中和硅酸钠制得硅胶。酸溶液的浓度为 41.8% 的 H_2SO_4 ，温度约为 80°F。硅酸盐溶液的标准 SiO_2 : Na_2O 重量比为 3.2，固含量为 31.4%，温度为 80°F。调节硅酸盐与酸的浓度及比例，使得水溶胶含有 18% 的 SiO_2 ，并且使得具有中和硅酸盐溶液中存在的钠所需多 20% 的酸。STPP 掺杂的酸的水溶液的制备首先于水中溶解 STPP，以水为基准的 STPP 浓度为 50 ppm，然后通过添加硫酸调节溶液的 pH 值为 3.4。调节凝胶与洗涤水的比例，使得以硅酸钠为基准，所用 STPP 的总量等于 0.1 重量%。此样品称作样品 3。

通过用 pH 值为 3.4 的酸水洗涤同样的凝胶制得对照样品 3。在此对照实验中不使用 STPP。样品 3 的全部铁含量为 5 ppm，BSI 含量为 0.2 ppm，而对照样品 3 的全部铁含量为 19 ppm，BSI 含量为 6.3 ppm。

实施例 4

在用于制造吸附剂的方法的第二实施方案的另一实施例中，使用同样未洗涤的二氧化硅水凝胶。STPP 掺杂的酸水洗涤溶液的制备首先通过调节溶液的 pH 值至 3.5，然后在酸水中溶解 STPP，使 STPP 的浓度以水为基准为 200 ppm。调节凝胶及洗涤水的比例，使得以硅酸钠为基准，所用 STPP 的总量等于 0.5 重量%。在这些条件下所制的硅胶称作样品 4。

对照样品 4 也在使用同样的酸水 pH 值为 3.5 同样条件下制得，只是不加入 STPP。

样品 4 的全部铁含量为 6.5 ppm，BSI 含量用原子吸附 (AA) 不可测得。对照样品 4 的全部铁含量为 20 ppm，BSI 含量为 5 ppm。

所有的实施例表明当使用本发明的吸附剂时，BSI 含量减低。使用图 2 所示实施方案的实施例来也表明全部铁含量的减低。

在此所用的吸附剂的 BSI 是根据 American Society of Brewing Chemist Methods, Filter Aids-4 and Beer-18B 的程序 No.Q.2.01004, revision April 26, 1994 测定的, 在此并入作为参考。通常, 此程序包括在除碳酸啤酒中悬挂吸附剂样品一定时间, 然后过滤分离。用标准增加方法收集啤酒滤液并用原子吸收光谱分析。然后未处理啤酒的铁含量减去经处理啤酒的铁含量, 该差乘以一个因数, 乘积作为以 ppm 表示的啤酒可溶性铁而报告。

虽然在此参考某些特定实施方案和实施例来说明和描述, 但本发明不能被限定于实施方式所示。此外, 在不偏离本发明的精神下, 在与权利要求等价的范围内可以作各种改变。

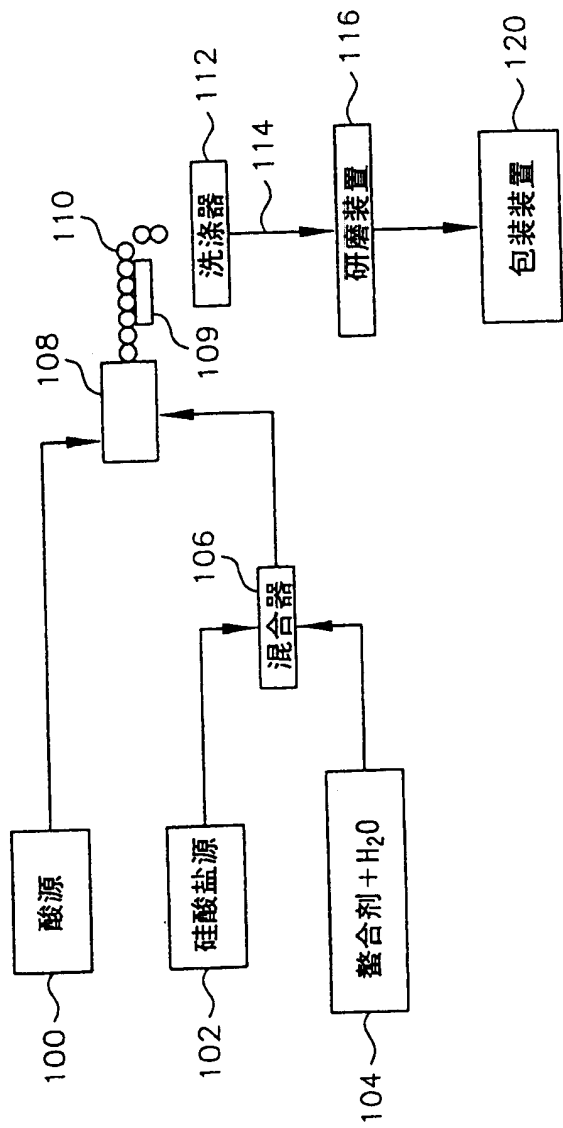


图1

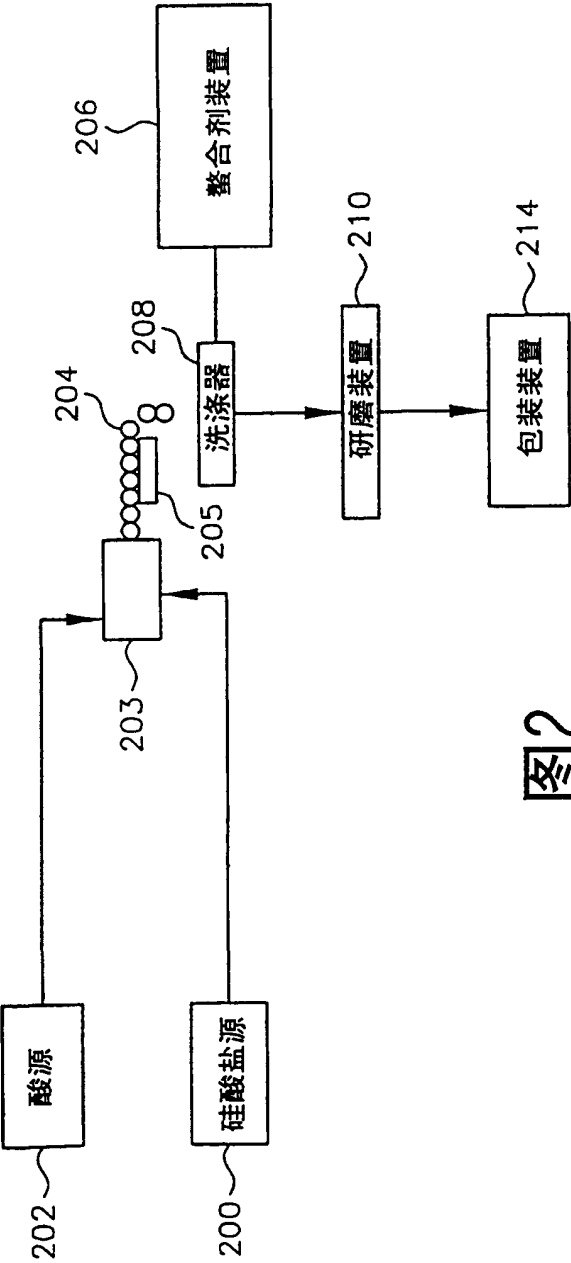


图2