



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 12.09.75 (P. 183284)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.03.77

Opis patentowy opublikowano: 28.02.1979

MKP C12c 9/02

Int. Cl.²
C12C 9/02

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego

Twórcy wynalazku: Łucja Dubiel, Tadeusz Gołębiewski, Maria Blacha,
Danuta Drzewiecka, Janina Pisarska

Uprawniony z patentu: Instytut Przemysłu Fermentacyjnego, Warszawa
(Polska)

Sposób otrzymywania zizomeryzowanego ekstraktu chmielowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania zizomeryzowanego ekstraktu chmielowego z chmielu naturalnego, mającego zastosowanie w przemyśle piwowarskim do nadania piwu charakterystycznej goryczki.

W konwencjonalnym systemie produkcji piwa przy zastosowaniu chmielu w postaci naturalnej lub w postaci ekstraktu chmielowego, izomeryzacja humulonów (α -kwasów) zachodzi w czasie gotowania brzojki z chmielem.

W procesie tym, pod wpływem temperatury i odpowiedniego pH środowiska oprócz izomeryzacji humulonów, zachodzi także utlenianie lupulonów, które również, choć w znacznie mniejszym stopniu niż humulony, nadają piwu gorzki smak.

Sposób ten jest stosunkowo mało wydajny, ponieważ znaczna część humulonów — potencjalnych czynników gorzkich — jest nie wykorzystana podczas tego procesu. Stwierdzono, iż przeciętnie traci się 75% substancji chmielowych, wywołujących efekt goryczki piwa, a przy stosowaniu ekstraktów chmielowych — 60%.

Ponieważ chmiel jest najdroższym z surowców używanych przy produkcji piwa, a straty technologiczne redukują wykorzystanie substancji gorzkwych do maksimum 40%, opracowano szereg metod, zapewniających bardziej racjonalne wykorzystanie składników gorzkwych chmielu.

Najlepsze wykorzystanie tych substancji osiąga się przez stosowanie ekstraktów zizomeryzowanych.

2

Na podstawie licznej literatury patentowej można stwierdzić, że otrzymywanie ekstraktów zizomeryzowanych polega najpierw na ekstrakcji chmielu różnymi, bardzo często szkodliwymi dla zdrowia, rozpuszczalnikami organicznymi, jak heksan, benzen, dwuchlorometan, aceton czy metanol, następnie na izomeryzacji α -kwasów w ściśle określonym pH środowiska, a w końcu na oddzieleniu izo α -kwasów od innych substancji wyekstrahowanych z chmielu i odparowaniu szkodliwych rozpuszczalników.

I tak na przykład według sposobu opisanego w opisie patentowym Wielkiej Brytanii nr 1 088 631, chmiel ekstrahuje się eterem naftowym, wyciąg oczyszcza się wodnym roztworem metanolu z etanolem, usuwa zanieczyszczenia przez rozpuszczenie oczyszczonego wyciągu w rozpuszczalniku węglowodorowym (np. chlorkiem metylu), a następnie prowadzi się izomeryzację w środowisku alkalicznym w ciągu 1 godziny.

Według innego opisu brytyjskiego nr 1 246 425 do ekstrakcji substancji gorzkwych stosuje się heksan (rozpuszczający głównie żywice miękkie); humulony wytrąca przez ogrzewanie w obecności roztworu bromowodoru sodu, a następnie wytrącone izohumulony przeprowadza się w rozpuszczalne w wodzie sole potasowe, po czym izohumulony oddziela się.

W opisie brytyjskim nr 1 259 140 podana jest metoda oddzielania α -kwasów od β -kwasów przez

rozpuszczenie α -kwasów w wodzie w środowisku alkalicznym, a następnie wydzielenie izohumulonów — po przeprowadzonej izomeryzacji — w postaci soli potasowych.

Według opisu patentowego NRD nr 86 157, ekstrakt chmielowy, otrzymany w znany sposób, rozpuszcza się w metanolu lub innym alkoholu, alkaliczuje dodatkiem węgla sodowego, a następnie gotuje przez kilka godzin w celu wywołania izomeryzacji, po czym roztwór zagęszcza się w niskiej temperaturze.

W opisie patentowym ZSRR nr 273 132 podany jest sposób wytwarzania ekstraktu zizomeryzowanego, polegający na oddzieleniu z chmielu lupuliny, rozpuszczeniu jej w alkoholu etylowym, dodaniu antyutleniacza, a następnie dyspergowaniu zizomeryzowanego ekstraktu chmielowego.

Natomiast według opisu patentowego nr 58 304 — z wyciągu chmielowego, wyekstrahowanego rozpuszczalnikami organicznymi (na przykład benzenem lub eterem naftowym), oddziela się α -kwas od β -kwasów przy użyciu wodnego roztworu węgla metalu alkalicznego. Rozpuszczone w fazie wodnej α -kwas w postaci humulonów potasowych lub sodowych izomeryzuje się przez ogrzewanie do temperatury wrzenia. Izohumulony wydziela się przy użyciu soli wapnia lub magnezu, a następnie po oddzieleniu fazy wodnej rozpuszcza ponownie w rozpuszczalniku organicznym np. w roztworze metanolu, a otrzymany wyciąg zagęszcza przez odparowanie, przy czym proces oczyszczania — przy użyciu soli wapnia lub magnezu — prowadzi się przed lub po izomeryzacji.

Wadą wspomnianych metod — poza stosowaniem szkodliwych dla zdrowia rozpuszczalników jest konieczność stosowania dodatkowych zabiegów i urządzeń w celu oddzielenia czystych izozwiązków od innych substancji, wyekstrahowanych z chmielu, co znacznie podwyższa koszty produkcji ekstraktu zizomeryzowanego. Także straty czystych humulonów, przy zastosowaniu tych skomplikowanych metod są znaczne, obniżając poważnie efekty ekonomiczne, wynikające z zastosowania tego rodzaju preparatów. Ponadto, stosowanie przy produkcji piwa izohumulonów w postaci czystych izo- α -kwasów nie nadaje pełnego smaku piwu i daje duże straty innych składników, zawartych w chmielu, jak np. lupulonów.

Celem wynalazku jest opracowanie prostej metody ekstrakcji substancji goryczkowych z chmielu, przy użyciu środków całkowicie dla zdrowia nieszkodliwych.

Cel ten został osiągnięty według wynalazku, który polega na tym, że chmiel naturalny ekstrahuje się nieszkodliwym dla zdrowia rozpuszczalnikiem, to jest alkoholem etylowym o stężeniu 93—96,5%. W celu wytrącenia wosków, wyciąg chłodzi się do temperatury 0°C, a następnie wytrącone woski oddziela się w znany sposób. Izomeryzację zaś zawartych w wyciągu humulonów prowadzi się w roztworze wodno-alkoholowym przy lepkości, ustalonej w granicach 1,04—1,44°E, z dodatkiem soli metali alkalicznych, korzystnie węgla potasu, w ilości około 0,75 g/100 ml wyciągu oraz w obecności soli magnezu jako katalizatora, korzystnie

siarczanu magnezu, w ilości około 0,25 g/100 ml wyciągu.

Ilość użytych soli jest tak niewielka, że po dodaniu gotowego ekstraktu zizomeryzowanego do piwa stwierdzono, że zawarta w nim ilość jonów potasu oraz magnezu jest prawie taka sama, jak w piwie, wyprodukowanym metodą tradycyjną, to jest z dodatkiem chmielu w postaci naturalnej.

Proces izomeryzacji prowadzi się w temperaturze 80—90°C w czasie 1—3 minut. Po oddzieleniu wytrąconych w tym procesie nierozpuszczalnych składników, roztwór zagęszcza się w temperaturze 36—50°C aż do uzyskania stężenia izohumulonów w granicach 25—40%. Tak otrzymany ekstrakt, stanowiący produkt końcowy procesu, standaryzuje się alkoholem etylowym do zawartości 15% izohumulonów i dodaje do piwa od 2 do 8 dni przed filtracją i obciążeniem do butelek.

Oddzielone natomiast w procesie składniki, nie będące izohumulonami, dodaje się do brzezki podczas jej gotowania, co pozwala na wykorzystanie innych składników, wyekstrahowanych z chmielu.

Przykład. Kilka porcji po 100 g chmielu naturalnego, rozdrobnionego na listki, ekstrahuje się w przeciwnie 96,5% alkoholem etylowym w ilości 300 ml na porcję chmielu. Otrzymany wyciąg chmielowy chłodzi się do temperatury 0°C i po oddzieleniu wytrąconego osadu, dodaje do wyciągu 0,75 g węgla potasu i 0,25 g siarczanu magnezu na 100 ml wyciągu, rozcieńcza się wodą do uzyskania lepkości roztworu 1,04°E, a następnie ogrzewa do temperatury 85°C w celu wywołania izomeryzacji zawartych w wyciągu α -kwasów.

Zizomeryzowany wyciąg wiruje się, a następnie po oddzieleniu części nierozpuszczalnych, zagęszcza pod zmniejszonym ciśnieniem w temperaturze 40°C do zawartości izohumulonów około 35%. Tak otrzymany ekstrakt standaryzuje się 96,5% alkoholem etylowym do zawartości 15% izohumulonów i dodaje do piwa na 6 dni przed końcową filtracją.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania zizomeryzowanego ekstraktu chmielowego z chmielu naturalnego na drodze uzyskiwania wyciągu przez ekstrakcję chmielu rozpuszczalnikami organicznymi i izomeryzację wyekstrahowanych humulonów w środowisku alkalicznym w obecności katalizatora, **znamienny tym**, że chmiel ekstrahuje się alkoholem etylowym o stężeniu 93—96,5% i po oddzieleniu wosków dodaje do otrzymanego wyciągu soli metali alkalicznych, korzystnie węgla potasu, w ilości około 0,75 g na 100 ml wyciągu oraz katalizatora w postaci soli magnezu, korzystnie siarczanu magnezu, w ilości około 0,25 g na 100 ml wyciągu i po rozcieńczeniu wodą ogrzewa się w temperaturze 80—90°C w czasie 1—3 minut w celu zizomeryzowania wyekstrahowanych humulonów, a następnie, po wytrąceniu i oddzieleniu fazy stałej, roztwór zagęszcza się do zawartości 25—40% izohumulonów, po czym standaryzuje alkoholem etylowym.

5

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że woski wytrąca się przez ochłodzenie wyciągu do temperatury 0°C.

6

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wyciąg rozcieńcza się wodą do uzyskania lepkości roztworu w granicach 1,04—1,14°E.