

**NORGE**



**STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN**

**Utlegnings-skrift nr. 128117**

Int. Cl. C 12 c 3/00 Kl. 6a-13

Patentsøknad nr. 419/70 Inngitt 6.2.1970

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 8.8.1970

Søknaden utlagt og utlegnings-skrift utgitt 1.10.1973

Prioritet begjært fra: 7.2.1969 Forbundsrepublik-  
ken Tyskland, nr. P 19 06 177

---

Hopfenveredlung Dr. A. Müller & Co.,

Rodacher Strasse 63, Coburg, Forbundsrepublikken Tyskland.

Oppfinnere: Adam Müller, Dr. Hans-Schack-Str. 28, 8630 Coburg,  
Günther Pressler, Eichendorffweg 3, 8630 Coburg og  
Zdenek Sauer, Staudacher Strasse 23, 8421 Siegen-  
burg, alle: Forbundsrepublikken Tyskland.

Fullmektig: Siv.ing. Audun Kristensen.

Fremgangsmåte for fremstilling av humleprodukter  
med forbedrede lagrings- og flyteegenskaper.

Den foreliggende oppfinnelse angår en fremgangsmåte for frem-  
stilling av humleprodukter med forbedrede lagrings- og flyte-  
egenskaper.

Ved kjente fremgangsmåter skjer fremstilling av humleprodukter  
enten ved løsningsmiddel-ekstraksjon eller på mekanisk måte ved  
spesielle pulveriseringsmetoder. Det humleprodukt som oppnås ved  
løsningsmiddel-ekstraksjon inneholder i det vesentlige en bitter-  
stoffekstrakt, som blandes med garvestoffekstrakt oppnådd ved  
vannekstraksjon. Slike humleekstrakter inneholder ikke lenger

## 128117

faststoffer, som f.eks. celluloseaktige bestanddeler. I sin form er disse ekstrakter amorfe og har ved værelsestemperatur nesten ingen flyteegenskap og overhodet ingen risleegenskap.

Det er kjent at flyteegenskapen for disse ekstraktene kan forbedres ved oppvarming til mer enn 50°C, men en kontinuerlig oppvarming av ekstrakten for å høyne flyteegenskapen er skadelig for lagringsholdbarheten av de verdifulle stoffene for ølbryggingen, dessuten omstendelig og dyr.

Andre kjente humleprodukter som oppnås på rent mekanisk måte, spesielt ved pulveriseringsmetoder, er for det meste av pulverformet beskaffenhet. Flyte- og risleegenskapene for disse humlepulvere er, sammenlignet med andre pulverformede produkter, svært liten.

Med humlepulver menes her og senere i beskrivelsen både det lupulinanrikede humlepulver og det ikke anrikede humlepulver.

Fra det tyske patentskrift 26.434 er det kjent at lupulinet (humlemelet) kan blandes med garvestoffekstrakten, som er inndampet til pulver. Denne pulverformede garvestoffekstrakt har en middels kornstørrelse på mindre enn 10 mikron og forbindes ikke på noen måte med lupulinet, som har en partikkelstørrelse på ca. 150 mikron, til skorper eller lignende. Det oppnådde blandingsprodukt lar seg til enhver tid ved sikting skille i lupulin og pulverformet garvestoffekstrakt og ved transport og lagring oppstår sterk separering i bitterstoffrike og bitterstoff-fattige soner.

Det tyske patentskrift 29.335 omhandler konservering og utnyttelse av humle, ved at humlepulver blandes med en klebrig substans (konsentrert maltekstrakt) og at det produkt som oppnås ved denne prosess findeles. Findelingen er meget vanskelig og gir humlepartikler hvis midlere kornstørrelse ikke er mindre enn ca. 12.000 mikron (sammenligningseksempel 4).

Den foreliggende oppfinnelse angår imidlertid skorpedannelse av humleekstrakt på humlepulverkorn uten etterfølgende findeling.

Foruten at fremgangsmåtettrinnene og det anvendte skorpedannende middel (humleekstrakt = humleinneholdende stoff) er forskjellig fra det som anvendes i det tyske patentskrift 29.335, har gjenstanden i følge den foreliggende oppfinnelse vesentlig andre effekter, som f.eks. forbedring av lagrings- og flyteevne ved forhindring av separasjon i bitterstoffrike og bitterstofffattige soner. Forhindring av en slik separasjon er ikke nevnt i det tyske patentskrift 29.335.

Den dårlige flyte- og risleevne for humleproduktene var forstyrrende ved fylling eller tømning av beholdere, som f.eks. esker eller foliepakninger.

Forbruket av humleekstrakter og humlepulvere i bryggeriene har i de siste årene nådd et slikt volum at pakning, transport og lagring av disse produkter i større beholdere enn foliepakninger er ønskelig.

Pakning, transport og lagring av humleprodukter, f.eks. i såkalte humlesiloer, har hittil vært forhindret av at flyte- og risleevnen var utilstrekkelig og at separering i siloen under transport og lagring ikke kunne unngås. Forsøk viste at det ved lagring av humleprodukter på vanlig måte foregikk en separering i bitterstoffrike og bitterstofffattige soner. Jo større transport- og lagerfatene var, desto mer delte humleekstrakten seg i bitterstoff-fraksjon og garvestoff-fraksjon, og humlepulveret i de frittliggende lupulinkorn og de medførte blad- og stengeldeler fra de pulveriserte blomsterstander.

Det var overraskende at denne forhindring av separasjon i bitterstoffrike og bitterstofffattige soner ikke fremkalte en reduksjon i flyte- og risleevne, men i stedet førte til en økning av flyte- og risleegenskapene for humlepulveret, når dette overtrekkes med en skorpe med en humleekstrakt som ellers har dårlig flyteevne og ikke risleevne.

Den foreliggende oppfinnelse angår følgelig en fremgangsmåte for fremstilling av humleprodukter med forbedrede lagrings- og

## 128117

flyteegenskaper, og det særegne ved fremgangsmåten er at humlepulver med en midlere kornstørrelse av 10-10.000 mikron påføres et overtrekk med tykkelse av 10-10.000 mikron av humleekstrakt som er oppvarmet inntil 65°C, ved utgnidning og/eller blanding, idet humleekstrakt-overtrekket omdannes til skorpe ved avkjøling, eventuelt under trykk.

For å sikre påføringen av den oppvarmede ekstrakt på de enkelte humledeler er det nødvendig å holde den oppdelte humle (humlepulver) i bevegelse. Bevegelsen av den findelte humle skjer ved gnidning, f.eks. mellom bevegelige plater, eller ved omrøring. Bevegelsen av humlepulveret kan være langsom eller hurtig. Den kan skje med blande- eller oppdelingsmaskiner med høye turtall og/eller med langsomt løpende blandeapparater med faststående blandearmer og bevegelig trommel eller i faststående beholdere med bevegelige blandearmer (snekkeblender etc.). Bevegelsen av humlepulveret kan også skje pneumatisk, idet humlepulveret samtidig blir befordret og holdt i bevegelse. Andelen av befordringsmiddel (luft eller inert gass) utgjør som regel mer enn 90 volumprosent regnet på faststoffinnholdet i humlepulveret. Endelig kan bevegelsen av humlepulveret også skje ved innblåsing av gassformige stoffer (f.eks. luft eller inert gass) i en beholder fylt med mer eller mindre humlepulver.

Humleekstrakt (bitterstoffekstrakt og/eller garvestoffekstrakt), som er oppvarmet til ca. 65°C, blandes ved utstrømning i en tynn stråle eller ved pådrypping med den oppdelte humle (humlepulver) som er i bevegelse. Fortrinnsvis blir den oppvarmede humleekstrakt forstøvet under trykk over de bevegede humlepartikler, slik at humlepulveret, som befinner seg i fluidisert lag får et overtrekk av humleekstrakt.

Ved denne fremgangsmåte viste det seg at de ru flater av humlepulverpartiklene ble glattere og at det oppnås en svært god risle- og flyteevne. Mens den vanlige humleekstrakt er siruplignende ved romtemperatur og ikke utgjør faste formlegemer, dannes det ved den foreliggende fremgangsmåte skorper på de overtrukne pulverpartikler etter avkjøling til romtemperatur av den ved påsprøyting eller

128117

pådrypping påførte ekstrakt, slik at de enkelte pulverpartikler oppviser en god flyte- og risleevne. Ved humleekstrakt-overtrekket får alle humlepulverpartikler en nesten like stor spesifikk vekt, slik at en oppdeling av det oppnådde granulat i bitterstoffrike og bitterstoff-fattige soner ikke mer forekommer.

Humleproduktet som er fremstilt ifølge oppfinnelsen kan anvendes ved fylling, transport og også lagring i såkalte humlesiloer.

Det er også mulig å lagre slike behandlede humlepulvere under høyere egentrykk, f.eks. i siloer, uten at en sammenklebing av pulveret henhv. tilstopping av siloen opptrer og uten dannelsen av "broer" som ville gjøre en tømning av siloen umulig.

Den oppnådde flyte- og risleevne for produktene kan økes ytterligere hvis skorpedannelsen av ekstrakt-overtrekket, etter påføringen av ekstrakten på pulveret, utføres ved avkjøling, f.eks. ved  $-1^{\circ}$  til  $-30^{\circ}\text{C}$ . Spesielt ved rask, sjokkartet avkjøling av sluttproduktet oppstår en fast forbindelse mellom ekstrakt-overtrekket og pulverpartiklene, som tillater en viderebehandling av det oppnådde granulat til enhver ønsket partikkelstørrelse. Den ønskede granulatform og størrelse oppnås hensiktsmessig ved behandling med siktemaskiner (silsikter, luftstrålesikt osv.).

Skorpedannelsen av ekstrakten kan også oppnås ved å utsette ekstrakten, som er blandet med humlepulveret, for trykk. Det ble funnet at hastigheten for skorpedannelsen var avhengig av størrelsen på det anvendte presstrykk.

Ved et presstrykk på f.eks.  $50 \text{ kg/cm}^2$  skjer skorpedannelsen for en blanding av humlepulver og humleekstrakt meget raskere enn ved et presstrykk på f.eks.  $10 \text{ kg/cm}^2$ . Ved høyere presstrykk kan det også fremstilles pellets-aktige granulater. Disse pellets har riktignok en dårlig flyteevne, men den oppnådde risleevne er fullstendig tilstrekkelig til automatisk fylling og tømning av beholderne. Dessuten er en oppdeling i bitterstoffrike og bitterstoff-fattigere soner utelukket på grunn av den tette binding av humlepulver- og humleekstraktpartikler i de store

## 128117

pelletkorn. Ved fremstillingen av pellets fra humlepulver og humleekstrakt er det ikke nødvendig å fortsette den forutgående blandeoperasjon så lenge at de enkelte pulverpartikler er innsluttet i humleekstraktskiktet. Det er her tilstrekkelig at pulver og ekstrakt blir jevnt fordelt ved blanding og at skorpedannelsen skjer under trykk.

Produktet som fremstilles ved den foreliggende fremgangsmåte viser en bedre bitterstoff-utnyttelse av humlebitterstoffene ved vörterkoking (eksempel 6), sammenlignet med det tilsvarende humlepulver og humleekstrakt (sammenligningseksempler 1 og 2). Fordelen ved den bedre bitterstoff-utnyttelse sammenlignet med humleekstrakten følger av det faktum, at de foreliggende ekstrakt-partikler har en vesentlig større overflate, enn det som er tilfelle ved den humleekstrakt som hittil har vært anvendt til vörterkoking.

Bitterstoff-utnyttelsen av det produkt som oppnås i følge det tyske patentskrift 29.335 er mindre enn for de hittil kjente humleekstrakter og humlepulvere (sammenligningseksempel 3). Videre ble det ved denne fremgangsmåte ikke forsøkt å forhindre separasjon i bitterstoffrike og bitterstoff-fattige soner (sammenligningseksempel 4).

Humlearomaen ved det humlegranulat som fremstilles, i alle fall for aromaen fra det lupulinkorn som omgis av ekstrakten, blir hermetisk lukket fra omgivelsene og kan, uforandret, utnyttes for kokingen selv etter flere års lagring. Vörter som er humlet på denne måte og derav fremstilt öl har alltid en aroma som tilsvarende tilsetning av frisk humle.

### Eksempel 1:

1 vektdel bitterstoffekstrakt med et humuloninnhold på 30% blandes ved ca. 65°C ved sprøyting med 3 vektdeler humlepulver med et humuloninnhold på 6%, i ca. 10 minutter. Den midlere kornstørrelse i det anvendte humlepulver er 500 mikron. Etter det første blandingstrinn som er avsluttet ved sprøytingen av ekstraktet,

128117

følger det andre, en ca. 30 min. lang intensiv gnidning og blanding med en snekkeblander, hvorved skorpedannelsen av det påførte humleekstrakt inntrer.

**Fysikalske egenskaper:**

**Flyteevne:** Ved en silovinkel på  $45^{\circ}$  og en traktåpning på 12 mm: fullstendig tømning.

**Lagringsfasthet:** Etter 10 minutter vibrering av 1 kg granulat på en rysterenue kan det ikke fastslås noen separering hverken makroskopisk eller analytisk.

Eksempel 2:

1 vektdel garvestoffekstrakt uten humuloninnhold oppvarmes med 1 vektdel vann av  $50^{\circ}\text{C}$  og blandes ved påsprøyting på 2 vektdeler humlepulver med et humuloninnhold på 15% og en midlere kornstørrelse på 250 mikron i 10 minutter. Etter avslutning av garvestoff-tilsettingen følger en intensiv gnidning og blanding med en snekkeblander i ca. 15 minutter. Granulatet, som har et ekstra<sup>kt</sup>øvertrekk med en skikttykkelse på ca. 0,3 mm, oppviser følgende fysikalske egenskaper:

**Flyteevne:** Ved en silovinkel på  $45^{\circ}$  og en traktåpning på 10 mm: fullstendig tømning.

**Lagringsfasthet:** Etter 10 minutter vibrering av 1 kg granulat på en rysterenue kan det ikke fastslås noen separering hverken makroskopisk eller analytisk.

Eksempel 3:

1 vektdel humleekstrakt bestående av 50% garvestoffekstrakt og 50% bitterstoffekstrakt med et humuloninnhold på 18% blir oppvarmet til ca.  $65^{\circ}\text{C}$ . Dette humleprodukt blir blandet intensivt med 1 vektdel oppdelt humle med et humuloninnhold på 12% og midlere kornstørrelse på 10.000 mikron ved røring og blanding i en blandetrommel med faststående armer, i en time. Det oppnådde granulat blir pneumatisk befordret inn i et kjølerom med en

## 128117

temperatur på  $-15^{\circ}\text{C}$  og der findelt i en pulveriseringsmaskin, med høyt turtall, til ca. 1 mm og etter å ha blitt tatt ut av kjølerommet fylt over i en beholder. Produktet viser følgende fysikalske egenskaper:

**Flyteevne:** Ved en silovinkel på  $45^{\circ}$  og en traktåpning på 10 mm: Tømmingen fulgte raskt og fullstendig.

**Lagringsfasthet:** Etter 10 minutter vibrering av 1 kg granulater på en rysterenne kan det ikke fastslås noen separering hverken makroskopisk eller analytisk.

### Eksempel 4:

1 vektdel bitterstoffekstrakt med et humuloninnhold på 25% blandes ved sprøyting med 4 vektdeler humlepulver med midlere kornstørrelse på 10 mikron og et humuloninnhold på 6% ved gnidning og intensiv blanding i en time. Etter avslutning av gnide- og blandeprosessen er produktet tilstrekkelig skorpedannet og viser følgende fysikalske egenskaper:

**Flyteevne:** Ved en silovinkel på  $45^{\circ}$  og en traktåpning på 5 mm: Fullstendig og rask tömning.

**Lagringsfasthet:** Etter 10 minutter vibrering av 1 kg granulater på en rysterenne kan det ikke fastslås noen separering av bitterstoffene analytisk.

### Eksempel 5:

1 vektdel bitterstoffekstrakt med et humuloninnhold på 30% blir oppvarmet til ca.  $55^{\circ}\text{C}$  og påført på 1 vektdel humlepulver med midlere kornstørrelse på 1.500 mikron og et humuloninnhold på 5%. Begge produkter blir blandet lett sammen i ca. 10 minutter. Det behandlede produkt blir formet til pellets med en presse på et trykk av ca.  $50\text{ kg/cm}^2$  og ble overført til skorpeprodukt.

128117

Flyteevne: Ved en silovinkel på 45° og en traktåpning på 20 mm: Fullstendig og rask tømning.

Lagringsfasthet: Etter 10 minutter vibrering av 1 kg pellets på en rysterenue kan det ikke fastslås noen separering av bitterstoffene analytisk.

Sammenligningsforsök:

50 mg  $\alpha$ -syre i form av produktet fremstilt i föolge eksempel 1 tilsettes til 1 liter av en 12% ölvörterlösning. Tilsetningen skjer ved begynnelse av koking og lösningen kokes i 90 minutter.

Isohumuloninnhold: 30.9 mg/1 IE

Sammenligningseksempel 1.

50 mg  $\alpha$ -syre i form av standard humleekstrakt tilsettes til 1 liter av en 12% lösning ölvörter.  $\alpha$ -syre-lösningen kokes i 90 minutter.

Isohumuloninnhold: 28,2 mg/1 IE

Sammenligningseksempel 2.

50 mg  $\alpha$ -syre i form av lupulinanrikede humlepulvere tilsettes til 1 liter 12% lösning ölvörter.  $\alpha$ -syrelösningen kokes i 90 minutter.

Isohumuloninnhold: 28,6 mg/1 IE

Sammenligningseksempel 3.

50 mg  $\alpha$ -syre i form av humle, som er overtrukket med malt-ekstrakt og findelt (midlere kornstörrelse 12.000 mikron), tilsettes til 1 liter av en 12% lösning av ölvörter. Tilsetningen begynte ved koking og kokingen fortsatte i 90 minutter.

Isohumuloninnhold: 19,6 mg/1 IE

128117

Sammenligningseksempel 4.

Fremgangsmåten i henhold til det tyske patentskrift 29.335 gjennomføres idet humlepulver blandes med konsentrert maltekstrakt (vanninnhold 16%) og findeles til slutt. Det skal bemerkes at en konsentrert maltekstrakt med vanninnhold lavere enn 15% ikke lenger har klebende egenskaper. Findeling av humlepulveret som var blandet med konsentrert, klebende maltekstrakt var meget vanskelig og ga humlepartikler med midlere kornstørrelse av omtrent 12.000 mikron.

1 kilo av det fremstilte produkt rystes i en beholder med diameter 230 mm og høyde 250 mm på en hydraulisk renne, i 10 minutter. Etter avsluttet vibrasjonsbehandling ble det tatt ut en prøve fra den øvre og nedre del av beholderen. Separasjonen kunne fastslås makroskopisk.

Analyse av prøvene ga:

fra beholderbunnen ..... 7,4%  $\alpha$  -syre (vannfri)

fra toppen av beholderen ..... 3,6%  $\alpha$  -syre (vannfri)

Forsøket viste at isohumulonutbyttet ved anvendelse av det ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen fremstilte humleprodukt til ølvørterkoking var ca. 8% høyere enn ved anvendelse av lupulin-anrikt humlepulver ( ifølge sammenligningseksempel 2) og ca. 58% høyere enn ved anvendelse av humle overtrukket med malt-ekstrakt og findelt (sammenligningseksempel 3).

PATENTKRAV.

1. Fremgangsmåte for fremstilling av humleprodukter med forbedrede lagrings- og flyteegenskaper, k a r a k t e r i s e r t v e d at humlepulver med en midlere kornstørrelse av 10-10.000 mikron påføres et overtrekk med tykkelse av 10-10.000 mikron av humle-ekstrakt som er oppvarmet inntil 65°C, ved utgnidning og/eller blanding, idet humleekstrakt-overtrekket omdannes til skorpe ved avkjøling, eventuelt under trykk.

128117

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1,  
k a r a k t e r i s e r t v e d at skorpedannelsen av humle-  
ekstraktvertrekket på humlepulveret utføres ved avkjøling til  
-1° til -30°C.

Anførte publikasjoner: -