



(11) FRELÆGSESSKRIFT 141586

DANMARK

(51) Int. Cl.³ C 12 C 9/02



(21) Ansøgning nr. 1902/75 (22) Indleveret den 1. maj 1975

(23) Løbetid 1. maj 1975

(44) Ansøgningen fremlagt og
frelæggeskriftet offentliggjort den 28. apr. 1980

DIREKTORATET FOR
PATENT- OG VAREMÆRKEVÆSENET

(30) Prioritet begrundet for den
11. jun. 1974, 25944/74, GB
8. okt. 1974, 43642/74, GB

(71) BREWING PATENTS LIMITED, 42, Portman Square, London W.1., GB.

(72) Opfinder: Derek Roy James Laws, The Brewing Industry Research Foundation, Nutfield, Redhill, Surrey, GB; John Anthony Pickett, The Brewing Industry Research Foundation, Nutfield, Redhill, Surrey, GB.

(74) Fuldmægtig under søgens behandling:
Internationalt Patent-Bureau.

(54) Fremgangsmåde til fremstilling af et humleoliepræparat.

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til fremstilling af et humleoliepræparat ved vanddampdestillation af humleolie fra humle under reduceret tryk.

Humle kan anvendes i brygningsprocessen med det formål at bibringe øl en bitter smag og humlekarakter. Den bitre smag skyldes humleharpiksbestanddelene, mens de mere flygtige humleoliebestanddele hovedsageligt er ansvarlige for humlekarakter. Ved "humlekarakter" forstås den aroma og smag, der bibringes øl af den egentlige humleolie. Humleolie, der let kan vanddampdestilleres, udgør 0,5 til 2,0% af tørvægten af humlekogler og består af en carbonhydridfraktion (hovedsageligt mono- og sesqui-terpener) og en oxygenet fraktion (estere, alkoholer, osv.). Når humle sættes til kedlen ved kogningens begyndelse, vil næsten alle humleoliebestanddelene gå tabt med vanddampen. For at bibringe øl humlekarakter er det almindelig bryggepraksis at sætte humlekogler eller pulveriseret humle til øl i

konditioneringstanke eller -fade. Alternativt kan øl bibringes humlekarakter ved at begrænse fordampning af humleolier under urtkogning. Den operation at sætte humle til konditioneringstanke eller -fade kendes som "tørhumling" af øl, og denne metode er ikke egnet til moderne produktionsmetoder, fordi:

- a) der kræves lange kontakttider (op til 3 uger) for at bibringe øllet den fulde humlearoma,
- b) det er vanskeligt at styre graden af tørhumling i kommerciel målestok, og
- c) der er vanskeligheder forbundet med at tømme og rense tankene og fadene efter tørhumling.

En mere hensigtsmæssig fremgangsmåde til at frembringe humlekarakter er at sætte et af de i handlen værende humleoliepræparater til øl. Sådanne produkter vindes i almindelighed ved vanddampdestillation af humle ved atmosfæretryk og fjernelse af olien fra det vandige destillat. Disse humleolieprodukter bibringer imidlertid sædvanligvis ikke øllet samme humlekarakter som tør humle. Anvendelsen af humleoliepræparater er ofte forbundet med en ubehagelig olieagtig og svovlagtig karakter, der udvikles i øllet. Humleoliepræparater benyttes derfor kun i begrænset målestok i kommerciel bryggepraksis.

I britisk patentskrift nr. 305.066 foreslås det ved en fremgangsmåde til ekstraktion af olier og harpikser fra humle at fjerne humleolierne fra humlen ved at lede en strøm af vanddamp over humlen under reduceret tryk. Destillatet angives at blive opsamlet som en væske, der skiller ud i olie- og vandlag. Der er ikke angivet nogen grænser for destillationstemperaturerne, og stilles ikke krav om, at atmosfærisk luft skal være udelukket fra apparaturet under destillationen. Det er klart, at den ved fremgangsmåden ifølge nævnte britiske patentskrift fremstillede olie med hensyn til kvalitet ganske svarer til den ved destillation ved atmosfæretryk vundne olie.

I tysk patentskrift nr. 637.524 er omhandlet en fremgangsmåde til at bibringe urt aroma med humleolie. Der er ikke beskrevet specielle fremgangsmåder til fremstilling af humleolien, men det angives, at vanddampdestillation, under reduceret tryk, af humleolie fra humle tilvejebringer et passende humleolieprodukt. Endvidere beskrives en teknik, ved hvilken humleolie sættes til urt forud for forgæring.

I dansk patentskrift nr. 102.452 er beskrevet en kompliceret fremgangsmåde, ved hvilken humleolie og humleharpiksstoffer ekstraheres fra humle med et organisk opløsningsmiddel, opløsningsmidlet fjernes til opnåelse af et rå humlekoncentrat, der vanddampdestilleres for at fjerne alle humleolier, der underkastes fraktioneret destillation, idet fraktioner indeholdende terpen- og sesquiterpen-forbindelser opsamles og senere blandes med separat isomeriserede fraktioner i nævnte harpiksstoffer til opnåelse af et blandet humlekoncentrat. Denne kendte fremgangsmåde

angår ikke tørhumling, og den fraktionerede destillation, hvor terpenforbindelser opsamles selektivt, er i direkte modstrid med de nedenfor i forbindelse med den foreliggende fremgangsmåde omtalte erfaringer.

Carbonhydridfraktionen i humleolie er mindre opløselig i øl end den oxygenerede fraktion. Øl, der er behandlet med tør humle, vil indeholde et andet forhold mellem oxygenerede konstituentter og carbonhydridkonstituentter, end tilfældet er med øl, der er behandlet med vanddampdestilleret humleolie, da nogle af de mindre opløselige carbonhydridbestanddele vil forblive i humlekoglerne. Det er nylig påvist, at nogle af de flygtige bestanddele, der er til stede i humle, undergår kemisk omdannelse under vanddampdestillation. Der dannes således nogle carbonhydridbestanddele under vanddampdestillationen af visse terpenestere. Disse estere kan også omlejre under destillationen under dannelse af andre oxygenerede forbindelser. Disse variationer bidrager til forskellen i aroma hos øl behandlet med henholdsvis vanddampdestillerede humleoliepræparater og med tør humle, på grund af de lave smagsterskler for mange af de involverede forbindelser.

Det er nylig påvist, at humleoliepræparater vundet ved vanddampdestillation kan indeholde et stort antal svovlholdige forbindelser. Disse forbindelser bidrager til nogle bismage i øl (f.eks. karakter af høgt græsag), der har været behandlet med disse humleoliepræparater.

Den foreliggende fremgangsmåde til fremstilling af et humleoliepræparat ved vanddampdestillation af humleolie fra humle under reduceret tryk er ifølge opfindelsen ejendommeligt ved, at humleolie i blanding med vand vanddampdestilleres fra humle under vakuum ved en temperatur på højst 50°C , fortrinsvis højst 30°C , og at destillatet afkøles til en sådan temperatur, fortrinsvis en temperatur lavere end -20°C , at destillatet opsamles som en dispersion af humleolie i is, og at der, om ønsket, ud fra den således vundne dispersion af humleolie i is vindes en anden ønsket præparatform for humleolie, fortrinsvis en emulsion af humleolien i vand ved optøning af isen.

Et ved denne fremgangsmåde vundet humleoliepræparat indeholder mindre mængder af både svovlholdige forbindelser og carbonhydridbestanddele, end tilfældet er med humleoliepræparater vundet ved vanddampdestillation af humle ved atmosfæretryk, og humleoliepræparatet har vist sig at være af en hidtil ukendt kvalitet, der er langt bedre egnet end tidligere humleoliepræparater til en til tørhumling af øl svarende proces, der gennemføres efter forgæringsprocessen. Nævnte kvalitetsforbedring skyldes formodentlig primært, at den foreliggende fremgangsmåde særligt effektivt hindrer tab af værdifulde flygtige komponenter. Allerede efter en kort kontaktid med øllet frembringer et ved den foreliggende fremgangsmåde vundet humleoliepræparat en humlearoma, der er næsten identisk med humlearomaen hos øl, der er tørhumlet med humlekogler. Omfattende smagsundersøgelser har vist, at øl, der var

tørhumlet med mange forskellige arter af humle, var meget lig øl behandlet med humleoliepræparater vundet ud fra samme humlearter ved fremgangsmåden ifølge den foreliggende opfindelse.

Endvidere har den foreliggende fremgangsmåde den fordel, at den gør det særligt let at vinde en kolloidal dispersion eller emulsion af olie, der er egnet for direkte tilsætning til øl efter forgæring, idet det alene er nødvendigt at opvarme det primært opsamlede destillat for at smelte isen, om nødvendigt med relativt mild omrøring for at hindre opbrydning af emulsionen.

Når humle vanddampdestilleres over lange perioder, hvilket er normal kommerciel praksis for opnåelse af et humleoliepræparat, undergår humleharpiksbestanddelene komplicerede kemiske omdannelser, der resulterer i, at humlens evne til at bibringe bitterhed ødelægges. En yderligere fordel ved at vinde humleoliepræparatet ved den foreliggende fremgangsmåde er, at humlens evne til at bibringe bitterhed ikke ødelægges. Humlen kan derfor anvendes til at gøre øl bittert, efter at olierne er fjernet.

Til udøvelse af den foreliggende fremgangsmåde kan benyttes to udførelsesformer. Ifølge en første udførelsesform bliver humleolie destilleret i blanding med vand, fra humle i kontakt med vand. Ved en anden og foretrukket udførelsesform bliver humleolie destilleret i blanding med vand fra humle i en atmosfære af vanddamp, fortrinsvis ved at lede en strøm af vanddamp over humlen, ved en temperatur lavere end 50°C. Humlen er fortrinsvis i finskåren, formalet eller knust tilstand. Processen gennemføres fortrinsvis således, at humlen, bortset fra fjernelsen af humleolie, bibeholdes i det væsentlige i den oprindelige tilstand.

Hvis destillationen gennemføres ved en temperatur højere end 50°C, opnås ingen væsentlig eliminering af carbonhydridfraktionerne og navnlig de svovlholdige fraktioner fra den ønskede humleoliefraktion, og nogle terpenestere vil undergå visse kemiske omdannelser. Det foretrækkes som nævnt, at destillationen gennemføres ved en temperatur på højst 30°C. Temperaturer i området 10°C til 30°C er i almindelighed egnede med et for praksis optimalt tal ved ca. 25°C (bad). Temperaturen af vanddampen er nogle få grader lavere.

Destillatet opsamles som nævnt som en dispersion af humleolie i is. Med henblik på at opnå størst mulige udbytter skal den temperatur, hvortil destillatet afkøles, være så lav som hensigtsmæssigt muligt, og temperaturer lavere end -20°C foretrækkes som nævnt. Særligt effektivt er det ifølge opfindelsen at opsamle destillatet ved ca. -78°C, hvilken temperatur kan opnås ved afkøling af destillatopsamlingsbeholderne i acetone/fast CO₂-bade.

For at kunne gennemføre destillationen ved de beskrevne temperaturer vil destillationssystemet typisk blive evakueret til et tryk i området 0,01 til 5 mm Hg. Det anvendte tryk vil afhænge både af den temperatur, ved hvilken humleolie/vandblandingen bortdestilleres fra humle/vandblandingen, og den temperatur, hvor-

til modtagerbeholderen afkøles.

For at lette ekstraktion af humleolie fra humlen foretrakkes det at finskære eller formale humlen for at forøge kontakten med vandet eller vanddampen. Humleolien destilleres således sædvanligvis fra en grød af findelt humle blandet med vand eller ved at lede vanddamp gennem en søjle af findelt humle.

Den primært vundne dispersion af humleolie i is kan optøes og anvendes direkte som additiv til øl. Det er hensigtsmæssigt at behandle den optøede blanding i en homogenisator (Manton-Gaulin-homogenisator, A.P.V. Company, Crawley, Surrey), førend den sættes til øl. Emulsionen af humleolie og vand kan bibringes yderligere stabilitet ved tilsætning af en lille mængde natrium- eller kaliumsalte af iso- α -syrer til blandingen, førend den anbringes i homogenisatoren. Eventuelt kan humleolien fraskilles fra vandet, for eksempel ved opløsningsmiddel ekstraktion, såsom med ether, eller ved centrifugering, til opnåelse af en koncentreret eller ren form af olien. Den koncentrerede eller rene humleolie kan derefter anvendes som additiv som sådan eller opløst i et egnet organisk opløsningsmiddel, f.eks. ethanol. Humleolien vil typisk blive sat til øl til opnåelse af en koncentration på fra 0,05 til 5, fortrinsvis 0,4 til 2 ppm af humleolie i øllet. Det har vist sig, at ved omstilling af fremgangsmåden ifølge opfindelsen fra laboratorie-målestok til forsøgsanlægs-målestok reduceres mængden af opsamlet vand, når der ekstraheres samme mængde olie. Som ovenfor omtalt, kan den humlerest, der foreligger efter destillation af humleolien, anvendes til at gøre øl bittert. Ved den første udførelsesform for fremgangsmåden vil humleresten foreligge i form af en vandig grød af findelt humle. Denne grød, eller den resterende humle efter filtrering eller anden fjernelse af vandet, kan anvendes til at gøre øl bittert, f.eks. ved at sætte den til urt i kedlen. Ved den anden udførelsesform foreligger humleresten som et relativt tørt fast stof, der sjældent indeholder mere end 15% fugtighed. Ved at afskære vanddampkilden fra humlen ved destillationens afslutning er indholdet af resterende fugtighed normalt ca. 6%. Denne humle kan let anvendes i brygningsprocesser. Det har vist sig, at evnen til at bibringe bitterhed hos humle ekstraheret ved denne foretrukne udførelsesform for den foreliggende fremgangsmåde er i det væsentlige den samme som for humle, der ikke er blevet ekstraheret. Da den relativt tørre ekstraherede humle foreligger i en let håndterbar form, kan den anvendes til at gøre øl bittert ved direkte tilsætning til kedlen eller ved først at ekstrahere produktet med et organisk opløsningsmiddel til opnåelse af en ekstrakt, der kan sættes til kedlen, eller ved at komprimere den formalede humle til opnåelse af kager eller piller, der derefter kan sættes til kedlen.

Den relativt tørre tilstand af ekstraheret humle, der stammer fra den fore-

trukne udførelsesform, gør denne udførelsesform økonomisk fordelagtig sammenlignet med den første "våde" destillationsmetode. Dette gælder navnlig med den nuværende relativt høje pris på humle.

Analyse har vist, at der er en reduktion på op til 25% i mængden af carbonhydriddbestanddele, der er til stede i olien vundet ved den foreliggende fremgangsmåde gennemført ved 10-30°C, sammenlignet med den mængde, der er til stede i på sædvanlig måde vanddampdestilleret olie. Gas-væske-chromatografiundersøgelser har vist, at der er en generel reduktion i indholdene af alle de væsentlige bestanddele af carbonhydridfraktionen, og ingen enkelt forbindelse fjernes ved fremgangsmåden.

Undersøgelse af humleolie ved gas-væske-chromatografi, under anvendelse af en fotometrisk flammedetektor, har vist, at kommercielle prøver sædvanligvis indeholder mindst seks svovlholdige forbindelser. Olie fremstillet ved den foreliggende fremgangsmåde blev undersøgt på denne måde og viste sig at indeholde op til 90% mindre svovlholdige forbindelser, end hvad der er til stede i humleolie, der er vanddampdestilleret ved atmosfæretryk.

Ved fremgangsmåden ifølge opfindelsen foretrækkes det, at højst 50% af den i humlen tilstedeværende totale humleoliemængde destilleres. Sædvanligvis destilleres fra 15 til 40% af den totale humleolie, der er til stede i humlen. Denne frivillige begrænsning af det totale udbytte kan anvendes til at begrænse destillationen af uønskede forbindelser til et minimum.

Det har vist sig, at fremgangsmåden ifølge opfindelsen er velegnet til at ekstrahere humleolie af høj kvalitet fra mange forskellige humletyper omfattende typerne: Petham Goldings, Wye Target, Cobbs Goldings, Bramling Cross, Fuggles, Northern Brewer og Styrian Goldings. Den særlige type humle menes således ikke at være af kritisk betydning for den foreliggende opfindelse, men forskellige varieteter vil naturligvis give forskellige udbytter af humleolie. Den nøjagtige natur af humleolien vundet fra en særlig varietet af humle er karakteristisk for denne varietet.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen beskrives nærmere under henvisning til tegningerne, på hvilke

fig. 1 er et diagram over et apparat, der er egnet til gennemførelse af den første udførelsesform for fremgangsmåden ifølge opfindelsen, og

fig. 2 er et diagram over et apparat, der er egnet til gennemførelse af den anden og foretrukne udførelsesform for fremgangsmåden ifølge opfindelsen.

I fig. 1 bliver en blanding af formalet humle og vand 1 i en egnet beholder anbragt i et vandbad 2, der holdes ved ca. 25°C. Beholderen indeholdende humle/vand-blandingen er forbundet til et vakuumsystem omfattende haner 4, af-

kølede destillatopfangere 3, en afkølet opfanger 5 og vakuumpumpe (ikke vist) forbundet til en ledning 6. Med henblik på at vanddampdestillere humleolien evakueres systemet sædvanligvis til et tryk på ca. 0,02 mm Hg med hanerne 4 åbne. Opfangerne 3 afkøles for at opsamle destillatet, sædvanligvis i acetone/fast CO₂-bade til opnåelse af en temperatur på ca. -78°C. Opfangeren 5 afkøles i flydende nitrogen for at hindre beskadigelse af pumpen fra materialer, der ellers kunne blive transporteret over i pumpen. Destillatet kan hensigtsmæssigt fjernes fra vakuumledningen ved at lukke hanerne 4 og åbne opfangerne 3 til atmosfæren. Når opfangerne 3 genindsættes i ledningen, bliver hanen nærmest pumpen åbnet først, og opfangerne genevakueres, førend de genforbindes til destillationsbeholderen via den anden hane.

I fig. 2 anbringes formalet humle 9 i en beholder 11, der hviler på glasperler 8. Vanddamp ved ca. 20°C fremstilles i en koger nedsænket i et bad ved 25°C (ikke vist) og indføres ved et indløb 7. En prop af glasuld 10 anbringes i den fra beholderen 11 bortgående ledning for at hindre sprøjt eller små humlestykker i at passere ind i selve vakuumledningen. Vakuumledningen vist som haner 4, opfangere 3, opfanger 5 og pumpeforbindelse 6, fungerer som beskrevet i forbindelse med fig. 1. Ved endt destillation kan den formalede humle tørres yderligere ved at lukke en hane (ikke vist) i ledningen mellem kogerens og beholderen 11.

Fremgangsmåden ifølge opfindelsen beskrives nærmere gennem følgende eksempler.

Eksempel 1

Golding-humle (400 g) fra 1973-høst blev formalet og blandet med destilleret vand (7,0 liter) under anvendelse af en Atomix-blender. Den resulterende grød blev anbragt i en rundbundet beholder, der blev forbundet som i fig. 1. Humleolie blev vanddampdestilleret ved 25°C (bad) og 0,02 mm Hg og opsamlet i de afkølede opfangere.

Destillation blev fortsat, indtil 3,5 liter af den optøede blanding var opsamlet. Den således vundne vandige ekstrakt af humleolie blev ekstraheret tre gange med gendestilleret ether (500 ml, A.R.-kvalitet), og de samlede ekstrakter blev tørret over vandfrit magnesiumsulfat. Blandingen blev filtreret, og filtratet blev anbragt i en beholder, der var afkølet i et is-vand-bad. Ether blev derefter fjernet fra den afkølede ekstrakt med en vandpumpe. Etherindholdet i produktet blev fulgt ved anvendelse af gas-væske-chromatografi. Produktet (0,7 g) blev opløst i ethanol af levnedsmiddelkvalitet (28 ml) og sat til ølfade (ca. 320 l) ved konditionering. Øllet blev konditioneret i 7 dage og derefter hældt på flasker. Efter pasteurisering viste øllet sig at have en tydelig humleagtig karakter.

Eksempel 2

Den vandige emulsion (3,5 liter) vandtes ud fra en ekstraktion af formalet humle, som beskrevet i eksempel 1. En portion af denne ekstrakt (106 ml) blev indsprøjtet i øl (12 liter), der løb gennem en hovedledning til flaskepåfyldningsmaskinen. Øllet blev hældt på flasker og pasteuriseret og viste sig at have en behagelig humleagtig karakter.

Øl smagsbehandlet ved fremgangsmåderne beskrevet i eksemplerne 1 og 2 blev undersøgt ved en smagsprofilmetode (se J.F. Clapperton, J. Inst. Brewing, 1973, 79, 495). Ved anvendelse af denne metode blev smagen af disse ølsorter sammenlignet med tilsvarende ølsorter, der var behandlet med henholdsvis tør humle og kommerciel vanddampdestilleret humleolie. Resultaterne af profilprøverne viste, at den humleagtige karakter hos ølsorterne behandlet med de hidtil ukendte humleoliepræparater svarede til det øl, der var behandlet med tør humle. Derimod havde det øl, der var behandlet med vanddampdestilleret humleolie, en mindre humleagtig smag og en tydeligt svovlagtig og kålagtig karakter.

Eksempel 3

En prøve af grøden (59,0 g), der var tilbage efter ekstraktion af olie fra humlen, som beskrevet i eksempel 1 (6,1 g humle tilstede i grøden) blev sat til ikke-humlebehandlet urt (2,0 liter). Blandingen blev kogt under tilbagesvaling i 1,5 timer og derefter afkølet til stuetemperatur. Den analytiske bitterhed hos urten blev vurderet under anvendelse af standardmetoden (se The E.B.C. Scale of Bitterness, J. Inst. Brewing, 1967, 73, 525) og viste sig at have en værdi på 80,5 E.B.C.-enheder.

I et tilsvarende forsøg blev Golding-humle (6,1 g) sat til ikke-humlebehandlet urt (2,0 liter), og blandingen blev tilbagesvalet i 1,5 timer. Den analytiske bitterhed hos den afkølede urt blev vurderet og viste sig at være 76,7 E.B.C.-enheder.

Under ekstraktionen af olien ved den hidtil ukendte fremgangsmåde beskrevet i eksempel 1, undergår de potentielle bitterstoffer, der er til stede i humlen, ingen omfattende kemisk nedbrydning. Efter denne behandling kan derfor denne formalede humle anvendes til at gøre øl bittert.

Eksempel 4

Golding-humle (200 g) fra 1973-høst blev formalet i en Wiley-mølle og pakket i en glassøjle (Q.V.F. 50 x 8 cm) mellem propper af glasuld. Det anvendte apparat svarede til det i fig. 2 viste og blev evakueret til 0,02 mm Hg. Vanddamp ved ca. 20°C blev ledt gennem humlen, og en blanding af vand og flygtige bestanddele fra humlen begyndte at opsamles i opfangerne, der var afkølet til -78°C. Des-

tillation blev fortsat, indtil 2,5 liter af blandingen var blevet opsamlet. Destillatet blev optøet og behandlet som beskrevet i eksempel 1, og der vandtes 0,4 g olie.

Den vundne humleolie var af tilsvarende høj kvalitet som den, der vandtes i eksempel 1. Den faste humlerest, der var tilbage i søjlen, havde i det væsentlige den samme evne til at tilvejebringe bitterhed som ubehandlet humle.

Eksempel 5

Eksempel 1 blev gentaget under anvendelse af Wye Target-humle (200 g) fra 1973-høst. Resultaterne svarede til de i eksempel 4 opnåede, og der vandtes 0,3 g olie.

Eksempel 6

Wye Target-humle (500 g) fra 1974-høst blev formalet i en Wiley-mølle (1 mm sigte) og pakket i en glassøjle (Q.V.F. 30 x 16 cm). Det anvendte apparat var som illustreret i fig. 2 og blev evakueret til 0,02 mm Hg. Vanddamp ved ca. 20°C blev ledt gennem humlen, og blandingen af vand og flygtige bestanddele fra humlen begyndte at opsamles i opfangeren, der var afkølet til -78°C. Destillation blev fortsat, indtil 700 ml af blandingen var opsamlet. Blandingen blev optøet, og de i de to opfangere tilstedeværende emulsioner blev samlet. Emulsionen indeholdt 0,8 g humleolie. Fem prøver af Wye Target-humle blev ekstraheret under anvendelse af denne metode, og emulsionerne blev samlet. En portion (590 ml, indeholdende 1146 ppm humleolie) blev sat til 13,5 hl centrifugeret øl i en konditioneringsbeholder til opnåelse af en koncentration på 0,5 ppm. Øllet blev omrørt, henstillet én time og derefter filtreret gennem et pladefilter ind i fade. Smagen af dette øl blev sammenlignet med en kontrol, der ikke var behandlet med humleolier, under anvendelse af:

1. En smagprofilmetode (se J.F. Clapperton, J. Inst. Brew., 1973, 79, 495).
2. Et smagspanel ved et kommercielt bryggeri.

Disse smagsundersøgelser vist, at det øl, der var behandlet med humleolien, havde en tydelig humleagtig karakter. Smagsprofilen for dette øl svarede til de profiler, der blev opnået med øl, der var tørhumlet med Wye Target-humle.

Eksempel 7

Eksempel 6 blev gentaget under anvendelse af prøver på 500 g af følgende humletyper:

- a. Northern Brewer
- b. Goldings
- c. Styrian.

I hvert enkelt tilfælde blev der opnået en tilfredsstillende olie, der bragte øl en behagelig humlekarakter.

Eksempel 8

To ølsorter blev brygget i forsøgsanlægsmålestok (59 liter) under anvendelse af en standard-bryggemetode. (Se J.R. Hudson og S.E. Birtwistle, J. Inst. Brew. 1966, 72, 43). Det ene øl blev gjort bittert ved tilsætning af formalet Wye Target-humle (65 g) til kedlen ved starten af urtkogning. Det andet øl blev gjort bittert med en tilsvarende mængde Wye Target-humle, der forud var behandlet som beskrevet i eksempel 6. Den analytiske bitterhed af både urtsorter og ølsorter blev vurderet under anvendelse af standardmetoden (se E.B.C. Scale of Bitterness, J. Inst. Brew. 1967, 73, 525) og viste sig at være ensartede (se tabel I).

Tabel I

	<u>Urt-bitterhed</u> (E.B.-enheder)	<u>Øl-bitterhed</u> (E.B.-enheder)
Kontrol	43	26
Behandlet	44	27

Disse ølsorter blev betragtet som havende ækvivalent bitterhed, når de blev vurderet for smag under anvendelse af en triangulær smagsprøve (se K. Bengtsson, Wallerstein Lab-Comm., 1953, 16, 231).

P A T E N T K R A V

1. Fremgangsmåde til fremstilling af et humleoliepræparat ved vanddampdestillation af humleolie fra humle under reduceret tryk, k e n d e t e g n e t ved, at humleolie i blanding med vand vanddampdestilleres fra humle under vakuum ved en temperatur på højst 50°C, fortrinsvis højst 30°C, og at destillatet afkøles til en sådan temperatur, fortrinsvis en temperatur lavere end -20°C, at destillatet opsamles som en dispersion af humleolie i is, og at der, om ønsket, ud fra den således vundne dispersion af humleolie i is vindes en anden ønsket præparatform for humleolien, fortrinsvis en emulsion af humleolien i vand ved optøning af isen.

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at destillatet opsamles ved ca. -78°C.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 eller 2, k e n d e t e g n e t ved, at højst 50% af den i humlen tilstedeværende totale humleolie-mængde destilleres.

Fremdragne publikationer:

Dansk patent nr. 102452
 Britisk patent nr. 305066
 Tysk patent nr. 637524.

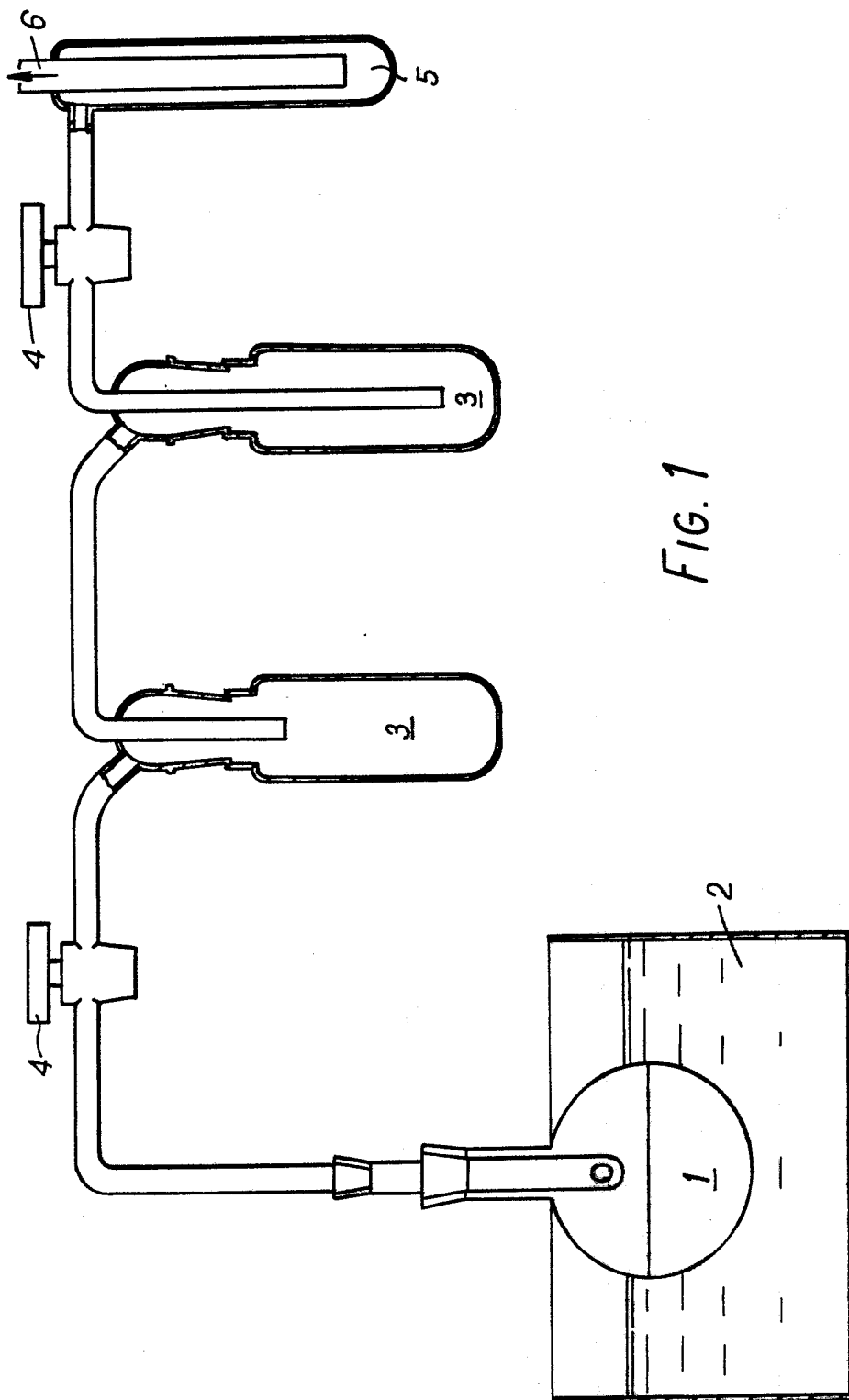


FIG. 1

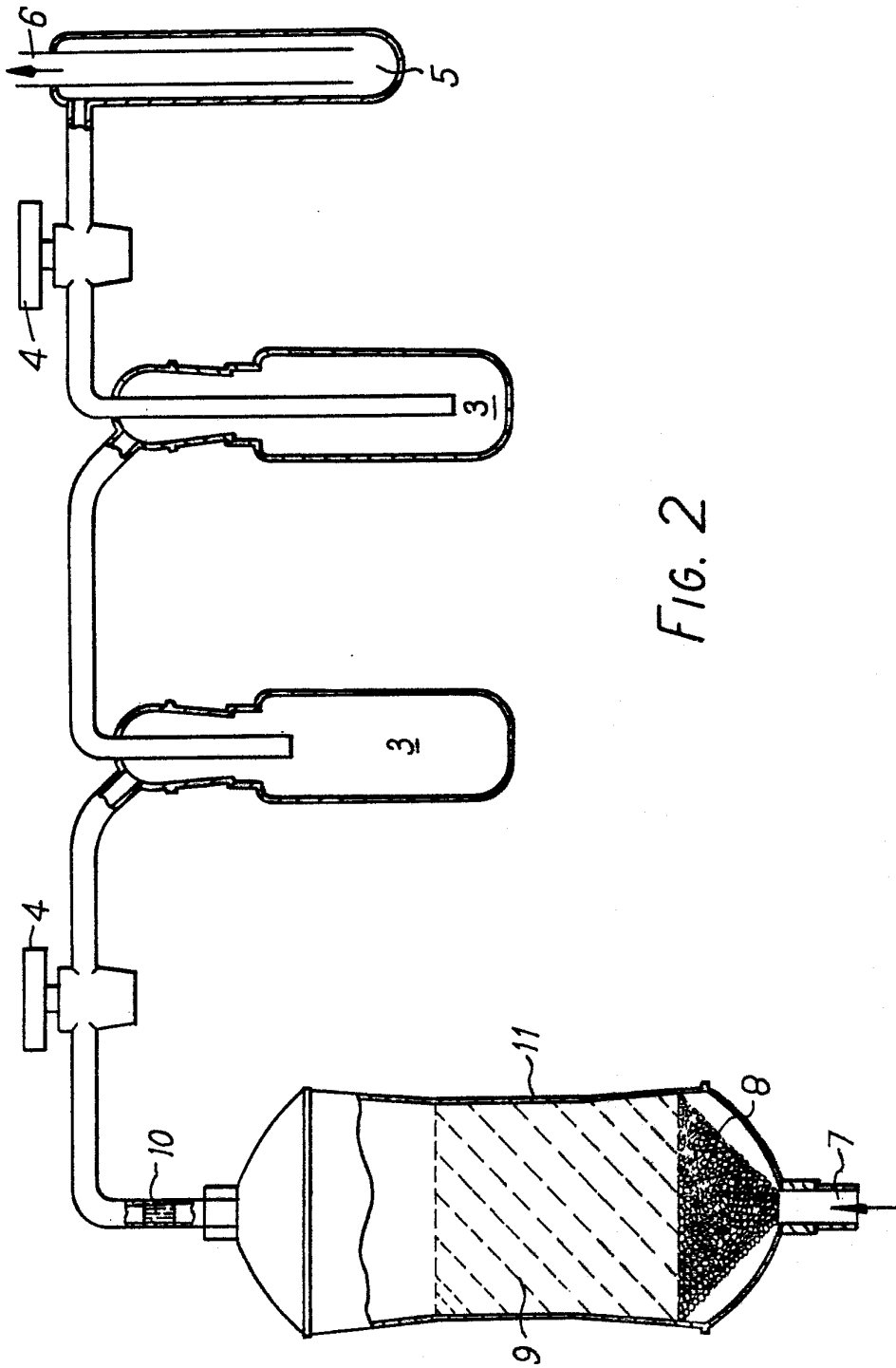


FIG. 2