



16 NOV 1959

253222

PATENTE DE INVENCION

que por veinte años, para España y sus Posesiones, se solicita a favor de DOÑA MARIA BRIEM, nacida Hirmer, de nacionalidad alemana, residente en AU-HALLERTAU (Alemania), por: "PROCEDI-
MIENTO PARA LA OBTENCION DE EXTRACTOS DE LÚPULO".

Memoria descriptiva

Es conocido sustituir en la fabricación de cerveza una parte o la cantidad total de lúpulo por extractos de lúpulo para hacer así mucho más fácil la fabricación de cerveza.

5 Según es sabido, la flor de lúpulo es un material extre-
madamente voluminoso, cuya preparación ocasiona dificultades.
Ya desde hace tiempo se trató de conseguir una concentración
de las sustancias activas del lúpulo, ante todo de los amar-
gantes como también de los taninos, por extracción. Primero
se ha procedido para dicho efecto a un lixiviado o separado
10 por ebullición en agua, habiendo pasado luego a aplicar di-
solventes organicos como eter, mezclas de eter y alcohol o
hidrocarburos clorificados; más tambien con el empleo de estos
disolventes orgánicos es la extracción del lúpulo una empresa



complicada y lenta.

15 Se necesita un gran volúmen de disolventes para extraer
una cantidad de lúpulo relativamente pequeña y precisan -
mucho tiempo para la extracción o temperaturas muy elevadas
que a su vez son indeseables y que llevan tambien a una oxi-
dación de los amargantes y que producen además fácilmente -
20 productos con un sabor secundario indeseable que se hace notar
entonces también en el producto acabado, la cerveza.

 Además se ha tratado ya de eludir estas dificultades,
proponiendo en parte efectuar la extracción en ausencia de
oxígeno libre, o respectivamente, en una atmósfera de dióxido
25 de carbono o incluso refrigerar primero el lúpulo, para mo-
llerlo luego y proceder a la extracción en este estado desme-
nuzado; pero tambien en este procedimiento se precisan todavia
tiempos de extracción relativamente largos y cantidades de
disolventes relativamente grandes.

30 Ahora se ha encontrado que se puede efectuar la extracción
del lúpulo con objeto de la obtención de un extracto con en
lo posible todos los amargantes, pero con una cantidad sola-
mente limitada o pequeña de otros productos de extracción
indeseables en un tiempo extremadamente corto, cuando se -
35 expone pues la flor de lúpulo en el propio disolvente a un
desmenuzamiento y dispersión altamente eficaz en un aparato
de alta frecuencia de grandes velocidades, tratándolo con
impulsos elevados que llevan hasta la zona del ultrasonido.
Para este proceso están adecuados especialmente aparatos de
40 dispersión de alta frecuencia, los llamados ultra-mezcladores,
En este caso se consigue efectuar la extracción en pocos mi-
nutos y obtener resultados de extracción que equivalen en abso-
luto a aquellos de una extracción normal y que contienen prácti-
camente todas los amargantes, mientras que la cantidad de los
45 taninos puede ser mantenida correspondientemente reducida en

253222



el extracto.

50 Como es conocido en un principio, se pueden descomponer los extractos incluso en una fracción de amargante y una - fracción de tanino y luego - como es igualmente conocido en un principio - mezclar cada vez las fracciones separadas - entre sí en la proporción deseada, para los correspondientes fines de fabricación de cerveza. Los extractos obtenidos de esta forma superan esencialmente además de en esto a los - otros extractos conocidos hasta el presente, incluso en su efecto en la fabricación de cerveza. Debido a que puede calcularse un contenido de amargantes de 18 hasta 20% en el lúpulo, referido a la sustancia seca, debería contarse al sustituir el lúpulo natural por extracto de lúpulo en la fabricación de cerveza con una proporción de lúpulo y extracto de lúpulo de 5 : 1; más ha resultado que en los extractos obtenibles según la presente invención puede aumentarse mucho más esta proporción, de modo que se precisa emplear sobre cada 10 partes de lúpulo, utilizado antes, ahora solamente una - parte de extracto. Naturalmente puede utilizarse también estos extractos, como es corriente a menudo, solo en sustitución de una parte del lúpulo empleado en su forma natural.

65 Otra ventaja del extracto obtenido según invención, estriba en el hecho de que los nuevos extractos presentan una solidez extraordinariamente elevada, superando con ello también aquellos obtenidos en extracción normal con eter, tal como existen en el mercado. No deja de interesar en absoluto el hecho de que en esta extracción de duración corta tampoco - pasan sustancias aromáticas del lúpulo en cantidad esencial al extracto. Esto es de gran importancia en cuanto que puede aplicarse el presente procedimiento también para calidades de lúpulo que no posean ningún aroma satisfactorio, por lo que dicho aroma no es transmitido al extracto.

Como disolvente para el presente procedimiento pueden utilizarse todos los disolventes orgánicos que disuelven los amargantes, o sea eter, mezclas de eter y alcohol, eter de petroleo, así como preferentemente hidrocarburos clorificados, como dicloruro de metileno, cloruro isopropilico, tricloruro de etileno así como tambien percloruro de etileno.

La extracción según la presente invención, ofrece además la gran ventaja técnica de que la extracción se realiza a temperaturas muy bajas y se desarrolla con extremo cuidado, puesto que el producto de extracción es expuesto frio en el agente de extracción al aparato de dispersión de alta frecuencia, en cuyo proceso tiene lugar entonces un calentamiento muy rápido hasta 35° aprox. y máximo hasta 50° aprox., sin que se tenga que procurar un suministro de calor especial. Debido a que el efecto del calor es sólo muy corto, no se originan tampoco reacciones secundarias estorbantes. También se procede a la separación del disolvente del extracto a temperatura lo más baja posible preferentemente en vacío. Los resultados de extracción especiales superan así siempre por un 20% aprox. la cantidad de amargantes calculada. Las extracciones contienen los propios amargantes humulona y lupulona, así como los bálsamos y las clorofonias duras que se forman de ellas. Para la utilización en la fábrica de cerveza son de importancia, además de los propios dos ácidos pícricos, ante todo los bálsamos. Los extractos según la presente invención son ahora en la fabricación de cerveza especialmente productivos en el condimento y pasan en mucho mayor parte al mosto que lo que ocurre con los lúpulos naturales. Por eso se explica la proporción excesiva entre lúpulo y extracto según la presente invención, de 10 : 1, como se había indicado ya anteriormente.

Además se ha demostrado que se puede perfeccionar todavia

253222



110 más el nuevo procedimiento para llegar a obtener productos
de mayor calidad o alcanzar respectivamente todavía mayor
rendimiento. Cuando se procede en el procedimiento arriba
citado de tal manera que se expone primero el lúpulo seco
a las vibraciones de alta frecuencia, empieza ya el desmenu-
115 zamiento y entonces se puede disminuir en una adición pos-
terior del disolvente todavía esencialmente la cantidad total
de disolvente necesitada en comparación con una cantidad de
disolvente que se necesita, al irrigar el lúpulo enseguida
con disolventes o vertiendo los mismos encima, dejándolo luego
120 sometido a la acción de las vibraciones de alta frecuencia.
De esta manera es posible el que se pueda ir reduciendo hasta
la mitad el consumo de disolvente que ya no es elevado.

Como es generalmente conocido, la composición de cada
una de las muchas clases de lúpulo es algo diferente de una
a otra, de forma que varían también los extractos obtenidos
125 de los lúpulos, especialmente cuando además de lúpulos de
alta calidad son tratadas también calidades inferiores de
lúpulos de otras procedencias. Precisamente el método de -
extracción según la presente invención hace ahora posible -
130 compensar ampliamente estas diferencias. Generalmente es co-
nocido separar el ácido pícrico α , ácido pícrico β y ácido
pícrico γ el uno del otro mediante procedimientos de extracción
selectivos. Se puede efectuar ahora una descomposición selec-
tiva de cada uno de los amargantes en los extractos y se -
135 obtiene entonces, por ejemplo, tres distintas fracciones que,
para formar un extracto acabado, pueden ser mezclados en tal
proporción que el extracto obtenido presenta siempre la misma
proporción de ácido pícrico α , ácido pícrico β , ácido pícri-
co γ , no influyendo por tanto en absoluto la diferencia
140 debido a las distintas procedencias de los lúpulos.

Este efecto no se podía alcanzar en los procedimientos

253222



145 de fabricación anteriores, incluso los procedimientos de extracción anteriores en los lúpulos, porque los productos de preparación, o respectivamente, los extractos contienen siempre todavía demasiados productos derivados, de forma que no se podía obtener productos Standard satisfactorios, aún en caso de fraccionamiento y nueva mezcla.

150 Debido a la extracción del lúpulo extraordinariamente rápida según el nuevo procedimiento, se quedan en el orujo del lúpulo todavía ciertas resinas que son indeseables para el proceso de fabricación de cerveza o de ninguna mayor importancia, representando por tanto, contrario a procedimientos de extracción del orujo de lúpulo anteriores, otro, es decir, un producto más valioso. Como es sabido, ejercen -
155 extractos de lúpulo que estriban en una extracción muy grande de todos los productos solubles en agua también un efecto calmante y sedativo, no siendo plenamente conocido cuales de las sustancias o grupos de sustancias son responsables de dicho efecto. Debido a que los nuevos procedimientos según
160 invención extraen de los lúpulos principalmente aquellas sustancias activas para la fabricación de cerveza, quedan, como ya se ha dicho, todavía sustancias extraíbles en el orujo de lúpulo.

165 Ahora ha resultado que estos orujos de lúpulo contienen también todavía sustancias que ejercen un efecto sedativo y calmante. Estas sustancias pueden obtenerse por nueva extracción del lúpulo con agentes de extracción acuosos, en que - pueden utilizarse también mezclas de agentes de extracción orgánicos y acuosos.

170 Según otra forma de realización puede reforzarse el - efecto del nuevo procedimiento, cuando no se trata la resultante solución del extracto diluido inmediatamente, sino que se la utiliza nuevamente como disolvente para una segunda y



175

más cargas de lúpulo seco. Por el aumento que se produce de esta manera en la solución se consigue una concentración esencial de la misma, ahorrándose grandes cantidades de disolvente. Sorprendentemente no es influida esencialmente por ello la velocidad de extracción en la segunda, tercera y otras extracciones. Por regla general puede utilizarse el disolvente, o respectivamente la solución de extracción diluida hasta cinco o seis veces. También es generalmente conveniente por razones económicas emplearla tres hasta cuatro veces.

180

185

La fuerte solución de extracción así obtenida sigue tratándose, expulsando el agente de extracción igualmente a temperatura baja y presión reducida, obteniéndose como producto final un extracto de aproximadamente la consistencia de miel, que se lleva a envasar a continuación.

190

En caso de que la solución flúida separada de la primera extracción, una vez separado el orujo de lúpulo, sea todavía demasiado caliente para otra extracción, se la puede refrigerar naturalmente de cualquier manera. Con esta tantas veces repetida utilización de la solución de extracción se puede organizar el modo operatorio preferentemente de tal manera que se realiza la extracción y, a continuación, la filtración en marcha continua. Debido a que la extracción se desarrolla generalmente mucho más rápido que la filtración, es conveniente acoplar detrás de un extractor varios dispositivos de filtración.

195

200

En todos los casos contienen los orujos después de la extracción todavía líquido de extracción, o bien, debido al lavado a continuación con nuevo disolvente, también todavía el agente de extracción. Ahora bien, es conveniente, incluso importante respecto al empleo de los orujos, expulsar también de la masa de orujo el agente de extracción a baja temperatura

205



210 y a presión reducida y unir los vapores del disolvente, producidos en este proceso en estado deflegmado, con los vapores deflegmados, que resultan de la concentración de la solución de extracción. Así es posible reducir las pérdidas de disolventes a un mínimo, de forma que prácticamente ellas no cobran importancia, pudiendo contarse con una recuperación casi completa del disolvente.

215 Es preferible realizar todas las operaciones en lo posible en marcha continúa, incluyendo en este sistema también la separación de solución de extracción y orujo. La solución de extracción saturada que es retirada del proceso de extracción es recogida en un recipiente y conducida desde allí primero a un vaporizador preliminar, donde es concentrada. Luego es llevado el extracto concentrado, que contiene aún disolventes, a un vaporizador en vacío del que se obtiene un extracto de resina completamente libre de disolventes que -
220 luego puede ser envasado en latas y despachado. Debido a que se desarrolla la extracción sin calor y al abrigo de aire llegando el extracto desde el vaporizador en vacío directamente, sin admisión de aire, a las latas de embalaje, sale
225 el mismo esteril y prácticamente en lo máximo conservado, lo que es deseable y además importante para objetos de fabricación de cerveza.

230 En ello es conveniente realizar la separación de solución de extracción y orujo lo más rápido posible, tal vez, dejando un resto de solución de extracción en el orujo, ya que el disolvente es recuperado en el tratamiento posterior de los orujos. Se utilizan pues para la separación de la solución de extracción del orujo preferentemente filtros o -
235 prensas que trabajan rápidamente. La liberación del orujo de los restos del disolvente se efectúa convenientemente por vaporización de los restos del disolvente en un grupo vapo-

253222



1959

rizador secundario.

240 Los orujos liberados de la solución de extracción representan un producto en forma de granza y pueden ser preparados para mantillo o aprovechados como combustible para la combustión.

REIVINDICACIONES

245 Se reivindica como de la propia y nueva invención, la propiedad y explotación exclusivas de:

1ª). Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo, caracterizado porque el lúpulo es sometido en el disolvente orgánico a un desmenuzamiento por medio de aparatos dispersivos de alta frecuencia y tratado luego a temperatura baja, o respectivamente en vacío o al abrigo de aire.

250 2ª). Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo según reivindicación 1ª, caracterizado porque se utilizan como disolventes hidrocarburos clorificados, especialmente, tricloruro de etileno y percloruro de etileno.

255 3ª). Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo, según reivindicaciones 1ª y 2ª, caracterizado porque se inicia el procedimiento aplicando el ultrasonido a temperatura ambiente, efectuándose la extracción sin calentamiento adicional.

260 4ª). Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo, según reivindicación 1ª hasta 3ª, caracterizado porque se somete el lúpulo seco primero al efecto de vibraciones de alta frecuencia, procediéndose luego a la extracción al continuar preferentemente las vibraciones de alta frecuencia, con un disolvente orgánico.

265 5ª). Procedimiento según reivindicaciones 1ª hasta 4ª, caracterizado porque se descomponen los extractos resultantes selectivamente en fracciones de ácido pícrico α , ácido pícrico β y ácido pícrico γ , mezclando luego otra vez cada una de las fracciones en cantidades parciales correspondientes



270 para obtener una mezcla con contenido constante de ácido pí-
crico α , ácido pícrico β , y ácido pícrico γ .

275 6ª). Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo
según reivindicación 1ª hasta 5ª, caracterizado porque se
trata el orujo de lúpulo, que resulta de la extracción, con
agua o disolvente acuoso con objeto de la obtención de pro-
ductos sedativos y calmantes.

280 7ª.) Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo
según reivindicación 1 - 6ª, caracterizado porque la solu-
ción de extracción resultante es utilizado varias veces, pre-
ferentemente tres hasta seis veces, para la extracción de
nuevos lúpulos antes de proceder a su tratamiento ulterior.

285 8ª.) Procedimiento para la obtención de extractos de lúpulo
según reivindicación 1ª hasta 7ª, caracterizado porque, con
objeto de mejorar la recuperación del disolvente, los orujos
de lúpulo, separados mecánicamente de la solución de extrac-
ción, son liberados a las temperaturas más bajas posibles,
tal vez en vacío, del disolvente restante, siendo tratados
los vapores de solución resultantes junto con los vapores de
disolventes obtenidos de la solución de extracción.

9ª.) "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE EXTRACTOS DE LUPULO".

Consta la presente memoria descriptiva de diez hojas nu-
meradas y mecanografiadas en una sola cara.

MADRID 6 NOV. 1959

Facilito de la Torre
J. P.