

375304

F 9

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>612</u>
SUBCLASE <u>c</u>

375304

## MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

### PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: WATNEY MANN (LONDON & HOME COUNTIES)  
LIMITED

RESIDENCIA: Watney House, Palace Street - LONDON

S.W. 1, Inglaterra

ENUNCIADO: "UN METODO PARA EL TRATAMIENTO DE UNA  
SUSTANCIA RESINOSA DEL LUPULO".

Prioridad: Patente británica n.º 1393 del 9-1-69

375304

F-9



1 Este invento se refiere al lúpulo y en especial a las  
sustancias del lúpulo que pueden ser obtenidas por tratamien  
to mecánico o extractivo, ricas en resina. En particular,  
aunque no exclusivamente, el invento se refiere a las sustan  
5 cias del lúpulo obtenidas por tratamiento mecánico, que son  
ricas en lupulina.

El lúpulo se utiliza para varios fines en la industria  
cervecera y contiene varios grupos distintos de importantes  
compuestos. Uno de estos grupos son los llamados  $\alpha$ -ácidos,  
10 otro los llamados  $\beta$ -ácidos (siendo ambos grupos de caracter  
más o menos resinoso), mientras que un tercer grupo está  
constituído por aceites esenciales. Estos componentes se com  
portan de forma diferente y se utilizan en diferentes fases  
de la manufactura de la cerveza; no obstante, a no ser que  
15 se separen del lúpulo y a no ser que por lo menos los acei  
tes esenciales se separen de los ácidos resínicos, se produ  
ce un considerable desperdicio. Así, los ácidos resínicos  
son utilizados para comunicar sabor amargo a la cerveza pero  
este sabor amargo solamente se desarrolla a temperatura ele  
20 vada, por cuya razón el lúpulo se agrega convenientemente  
al mosto antes o durante la fase de ebullición del mosto.  
De esta forma, naturalmente, se pierden la mayoría de los  
aceites esenciales. Por otra parte, los aceites esenciales  
que comunican un sabor y un aroma característicos son incor  
25 porados habitualmente después de haber hervido el mosto y  
pueden ser agregados con ventaja después de haber tenido lu  
gar la fermentación de forma que el contenido alcohólico fa  
vorece la extracción de los aceites. Si se utiliza en esta  
fase lúpulo o un concentrado de lúpulo rico en lupulina, na  
30 turalmente se desperdician normalmente los ácidos resínicos.



375304

1           Incluso los propios ácidos resínicos se comportan di-  
ferentemente entre sí. Los  $\alpha$ -ácidos son convertidos tradicio-  
nalmente en los iso- $\alpha$ -ácidos deseados hirviendo con el mos-  
to y son los iso- $\alpha$ -ácidos los que comunican el sabor amargo  
5           o parte de este amargor. Por otra parte, los  $\beta$ -ácidos no son  
utilizados en absoluto en el proceso de fermentación a no  
ser que hayan sido o sean deliberadamente oxidados.

          Además, hay que mencionar que el lúpulo e incluso los  
10           polvos de lúpulo ricos en lupulina y algunos extractos de lú-  
pulo contienen varias sustancias ácidas indeseables, especial-  
mente los taninos, que son responsables de gran parte de la  
turbidez que puede producirse eventualmente en la cerveza,  
a no ser que se adopten las precauciones necesarias para  
eliminarlos o excluirlos.

15           Por consiguiente, es muy interesante proporcionar  
una forma de resolver eficientemente la lupulina del lúpulo  
en porciones distintas que contengan respectivamente los  
 $\alpha$ -ácidos, los  $\beta$ -ácidos y los aceites esenciales.

          En términos amplios, el invento consiste en un método  
20           de tratamiento de una sustancia resinosa del lúpulo, que  
consiste en extraer opcionalmente la sustancia con un medio  
acuoso, preferiblemente una solución de fosfato sódico hidró-  
geno o fosfato potásico hidrógeno u otra solución reguladora  
a temperatura y pH controlados, para extraer selectivamente  
25           los taninos y las sustancias ácidas distintas de los  $\alpha$ -áci-  
dos y  $\beta$ -ácidos como extracto previo, extraer el residuo con  
una solución acuosa alcalina, preferiblemente fosfato disó-  
dico hidrógeno o fosfato dipotásico hidrógeno a una tempera-  
tura elevada y controlada, generalmente superior a 40°C, y  
30           a un pH controlado, para extraer selectivamente los  $\alpha$ -ácidos



375304

1 y formar un primer extracto y extraer el residuo con otra  
solución acuosa alcalina, para extraer los  $\beta$ -ácidos como  
segundo extracto. Los aceites esenciales pueden ser separa-  
dos como tercer extracto y después la lupulina agotada re-  
5 residual u otras sustancias resinosas del núcleo pueden ser  
despreciadas.

La expresión "sustancia resinosa del lúpulo" se re-  
fiere a una sustancia del lúpulo en la que el contenido en  
 $\alpha$ -ácidos es del 12 % en peso como mínimo o el contenido en  
10 resina del lúpulo total es del 24 % en peso como mínimo.  
Frecuentemente esto exige la concentración del contenido en  
resina, por ejemplo por tratamiento mecánico, pero se observa  
rá que algunas especies de lúpulos ricos en resina tienen un  
contenido en ácidos resínicos suficientemente elevado para  
15 permitir utilizar el lúpulo completo en forma desmenuzada.

Se ha encontrado que los diversos grupos de compues-  
tos ácidos pueden ser extraídos selectivamente sin recurrir  
a disolventes orgánicos si se estudia adecuadamente la tempe-  
ratura y el pH durante las fases de extracción. Un aspecto  
20 importante del invento es la capacidad de separar los tani-  
nos, los ácidos grasos y otras sustancias ácidas indeseables  
como extracto previo antes de separar los  $\alpha$ -ácidos y es espe-  
cialmente conveniente que estas dos separaciones puedan rea-  
lizarse con la misma solución reguladora o con el mismo ál-  
25 cali.

Normalmente la sustancia resinosa del lúpulo utiliza-  
da tendrá un contenido en  $\alpha$ -ácidos de 20-30 % en peso. Cuan-  
do el contenido en  $\alpha$ -ácidos es superior al 30 %, el proce-  
dimiento del invento puede ser modificado omitiendo la fase  
30 de extracción previa ya que es probable que las cantidades

375304



1 de ácidos indeseables presentes sean muy pequeñas. Por otra  
parte, si el contenido en  $\alpha$ -ácidos es inferior al 20 % (aun-  
que superior al 12 %) puede ser ventajoso dar un lavado ini-  
5 cial a la sustancia del lúpulo con una solución reguladora a  
pH 4-9, por ejemplo solución reguladora de fosfato sódico hi-  
drógeno o fosfato potásico hidrógeno. El extracto previo re-  
sultante que contiene los taninos indeseables puede ser des-  
preciado. Generalmente este lavado se realiza en frío, aun-  
que si el pH se mantiene por debajo de 6 aproximadamente,  
10 pueden emplearse temperaturas superiores a unos 40°C tenien-  
do en cuenta la solubilidad de los  $\alpha$ -ácidos. Manteniendo el  
pH por debajo de 7 aproximadamente, puede realizarse un lava-  
do más prolongado, con una separación más eficaz del tanino.  
El primer extracto se obtiene preferiblemente utilizando so-  
15 luciones acuosas de sales de ácidos comestibles, tales como  
fosfato disódico hidrógeno o fosfato dipotásico hidrógeno, a  
un pH comprendido entre 7 y 9 pero a una temperatura superior  
a 50°C, preferiblemente entre 60° y 90°C. En este caso, la  
concentración de la solución será generalmente menor, dando  
20 una solución al 1,4 % en peso de fosfato dipotásico hidróge-  
no un pH de 8,5 a unos 80°C.

Si se utiliza un álcali más fuerte, su concentración  
(y cantidad) debe ser controlada estrechamente para conseguir  
la selectividad de extracción deseada.

25 Cuando las sustancias ácidas indeseables y los  
 $\alpha$ -ácidos han sido extraídos, el residuo se trata con una so-  
lución acuosa alcalina adecuada para extraer los  $\beta$ -ácidos  
residuales como segundo extracto. Para este fin, se prefiere  
emplear solución acuosa de carbonato sódico o potásico a una  
30 temperatura superior a 40-50°C, preferiblemente entre 60° y

375304

- 9



1 90°C. Se prefiere una solución de 0,5 % en peso aproximada-  
mente, pero esta concentración no es crítica en modo alguno  
y, por ejemplo, puede estar comprendida entre 0,2 % y 2 %  
en peso. Según el álcali utilizado, la temperatura debe es-  
5 tar comprendida entre 25°C y 100°C, correspondiendo las so-  
luciones alcalinas más concentradas a las temperaturas más  
bajas.

Después de haber extraído los ácidos, los agentes  
esenciales se separarán normalmente por extracción con disol-  
10 vente, pero el residuo de la extracción anterior puede ser  
utilizado directamente en el proceso de fermentación ya sea  
por adición al mosto caliente al final del proceso de ebu-  
llición o hacia dicho final o por adición a la cerveza en  
cualquier fase. Una característica del invento es que los  
15 aceites esenciales se dejan en el residuo de la extracción  
de los ácidos resínicos y pueden ser utilizados en esta for-  
ma; naturalmente, si se utilizan las técnicas de extracción  
con disolvente de la técnica anterior, los aceites esencia-  
les son separados primero y el residuo después de haber ex-  
20 traído los ácidos carece de valor. Si se utiliza un disolven-  
te para extraer los aceites, el etanol es especialmente con-  
veniente y puede ser utilizado a la temperatura ambiente, es  
decir, sin necesidad de calentar. Ajustando la concentración  
del etanol puede conseguirse una extracción selectiva. Tam-  
25 bién pueden utilizarse otros disolventes comestibles compa-  
tibles con la cerveza.

Las fases de extracción individuales o todas ellas  
pueden realizarse por cualquiera de las técnicas conocidas  
de contacto entre un sólido y un líquido. En particular, cuan-  
30 do en cualquiera de las fases la extracción se realiza de tal



1 forma que el concentrado de lupulina se pone en contacto con  
el agente de extracción líquido al final de la fase de ex-  
tracción para dar lo que puede llamarse una "corriente fi-  
5 separadas de la fracción respectiva y se introducen en el  
concentrado de lupulina o disolvente utilizado para prepa-  
rar la próxima cantidad o remesa del extracto respectivo.  
Esta técnica, que puede ser utilizada en los procesos de ex-  
tracción continua así como en el caso de extracción discon-  
10 tinua, sirve para aumentar la selectividad de la extracción.  
Puede ser utilizada con ventaja especial en el caso del pri-  
mer extracto que contiene los  $\alpha$ -ácidos.

La mejor utilización final de las fracciones de resi-  
na se obtiene aumentando la pureza de las fracciones, espe-  
15 cialmente reduciendo al mínimo la cantidad de  $\beta$ -ácidos en  
la fracción de  $\alpha$ -ácidos. Se consigue una mayor pureza extra-  
yendo la lupulina u otra sustancia del lúpulo pulverizada,  
que ha sido dispuesta en forma de lecho, permaneciendo el  
lecho inmóvil durante la extracción de los diversos extrac-  
20 tos. Dos ejemplos de la forma en que esto puede realizarse  
son: i) hacer pasar el álcali a través de una columna del  
polvo rico en lupulina o en otras sustancias resinosas del  
lúpulo y ii) compactando el polvo en una centrifuga de cesta  
de forma que la profundidad del lecho sea superior a 2 pul-  
25 gadas (5 cm) y pulverizando el álcali caliente sobre la su-  
perficie interna del lecho compactado. La velocidad de ro-  
tación de la centrifuga y la velocidad de aplicación del ál-  
cali deben ser conjugadas de forma que el lecho no se inun-  
de mucho ni se seque. En ambos casos, generalmente es ne-  
30 cesario agregar un auxiliar de filtración para asegurar una



375304-9

1 permeabilidad adecuada del lecho, siendo los materiales pre-  
feridos la celulosa o la arena, pero puede utilizarse cual-  
quier material similar como kieselguhr, polvo micáceo o pol-  
vo de diatomeas. También es conveniente, cuando se extrae  
5 la fracción de  $\alpha$ -ácidos, mantener una atmósfera inerte por  
ejemplo de dióxido de carbono pero preferiblemente de nitró-  
geno, en contacto con las soluciones fraccionante y fraccio-  
nada y expulsar el aire de las soluciones alcalinas antes  
de su empleo, preferiblemente por ebullición. Existen mu-  
chos extractores continuos que pueden funcionar con un le-  
cho inmóvil y de forma que el equipo pueda ser englobado en  
10 un recinto cerrado de forma que se pueda mantener una atmós-  
fera inerte en contacto con los álcalis extrayentes y el le-  
cho compactado.

15 El extracto previo, conteniendo los ácidos grasos y  
otras sustancias ácidas indeseables, es despreciado normal-  
mente. El primer extracto, aparte de las últimas corrientes  
que pueden ser introducidas en una remesa de  $\alpha$ -ácidos suce-  
siva, puede ser llevado a ebullición, por ejemplo a la pre-  
20 sión atmosférica, durante unas 2 horas a pH 9 (o durante  
más tiempo a un pH más bajo) o a una presión más alta duran-  
te un periodo de tiempo más corto, para isomerizar los  $\alpha$ -áci-  
dos. A pH 10, la fracción de  $\alpha$ -ácidos puede ser dejada duran-  
te toda la noche a la temperatura de extracción. De prefe-  
25 rencia, la solución resultante de iso- $\alpha$ -ácidos se agrega di-  
rectamente al mosto de la cerveza o a la cerveza en fermen-  
tación. A este respecto, es importante el hecho de que sola-  
mente se obtiene una isomerización y una utilización satis-  
factorias de los  $\alpha$ -ácidos si son llevados a ebullición es-  
30 tando separados de los  $\beta$ -ácidos y de la materia vegetal ge-

375304-9 EN 1970



1 neralmente. Por otra parte, el segundo extracto se pondrá  
normalmente en contacto con una fuente de oxígeno molecular,  
preferiblemente oxígeno gaseoso, a temperatura elevada, ade-  
cuadamente de 70° a 90°C, para formar productos de oxidación  
5 amargos, principalmente huluponas. Estos pueden ser agrega-  
dos durante la ebullición del mosto, para comunicar un sa-  
bor amargo, favoreciendo también la fermentación posterior  
del mosto, aunque para una mayor incorporación de la sustan-  
cia amarga también pueden ser agregados a la cerveza fermenta-  
10 tada. Se ha encontrado ventajoso agregar sustancias catalí-  
ticas para iniciar la reacción de oxidación, lo que puede  
conseguirse agregando parte del producto de oxidación a las  
cantidades sucesivas de  $\beta$ -ácidos que han de ser oxidadas.

15 En general es conveniente utilizar los extractos acuo-  
sos tal como son obtenidos al final de la transformación.  
No obstante, algunas veces puede ser ventajoso concentrar  
las soluciones y esto puede realizarse i) evaporando o se-  
cando por congelación las fracciones o ii) cristalizando o  
precipitando de otra forma los  $\alpha$ -ácidos y  $\beta$ -ácidos de sus  
20 respectivas soluciones y transformando las sustancias redi-  
sueeltas en soluciones más concentradas. Este proceso también  
sirve para purificar aún más los  $\alpha$ -ácidos y los  $\beta$ -ácidos y  
puede proporcionar una forma conveniente de almacenar las  
resinas ya sea para su transformación posterior o para uso  
25 directo en el proceso de fermentación. Con objeto de obtener  
buenos rendimientos de  $\alpha$ -ácidos, es conveniente utilizar una  
solución de una sal de un ácido comestible, por ejemplo so-  
lución acuosa de citrato sódico o citrato potásico, para la  
primera fase de extracción y agregar lentamente un ácido co-  
30 mestible, como el ácido cítrico, durante la cristalización



375304

- 9

1 hasta que se alcanza un pH de 5 aproximadamente. Después  
de separar por filtración los  $\alpha$ -ácidos (que pueden encon-  
trarse, por lo menos en parte, en forma de sus sales de so-  
5 dio o de potasio), la adición de hidróxido potásico o só-  
dico a la solución consumida la hace adecuada para una nue-  
va extracción de más polvo rico en lupulina. Una técnica con-  
veniente para reducir lentamente el pH durante la cristali-  
zación consiste en haber burbujear dióxido de carbono a  
10 través de la solución, (a este respecto, el dióxido de carbo-  
no se considera un ácido comestible) y este es el método pre-  
ferido para reducir el pH de la fracción de  $\beta$ -ácidos. En am-  
bos casos es ventajoso tratar de mantener la temperatura  
próxima a 0°C durante la cristalización.

15 El residuo de las etapas de extracción se utilizará  
como tal o será tratado para aislar o concentrar los aceites  
esenciales. Cuando estos se han extraído con etanol o con  
otro disolvente orgánico, este puede ser separado por evapo-  
ración a baja presión en atmósfera inerte. El concentrado  
20 resultante puede ser agregado directamente a la cerveza pa-  
ra comunicarle el sabor del lúpulo o puede ser diferencia-  
do todavía más, por ejemplo por destilación fraccionada, an-  
tes de ser agregado total o parcialmente a la cerveza.

25 Debe conseguirse cierto fraccionamiento deseable del  
aceite esencial extrayendo la lupulina residual con etanol  
acuoso. La concentración de etanol está comprendida general-  
mente entre 60 y 100 % pero preferiblemente entre 80 y 90 %.  
En la fermentación de la cerveza, la lupulina residual que  
contiene los aceites esenciales o cualquier extracto que  
contiene estos aceites, exentos de disolventes incompatibles  
30 con la cerveza, puede ser agregada al mosto al final del pe-



1 riodo de ebullición, o cerca de dicho final, en sustitución  
de los lúpulos aromáticos que con frecuencia se agregan du-  
rante la última fase de la ebullición del mosto.

5 Los siguientes ejemplos ilustran la realización de  
este invento.

EJEMPLO 1

Se mezclan 15 g de polvo rico en lupulina, preparado  
a partir de lúpulo de la variedad Bramling Cross y con un  
contenido en  $\alpha$ -ácidos del 20,2 % (por espectrofotometría),  
10 con 150 g de arena lavada con ácido, de grano grueso y se re-  
llena en una columna con una camisa de agua, de 10 cm de lon-  
gitud y 2 cm de diámetro. Se hacen pasar a través del lecho  
200 ml de solución acuosa fría al 2,4 % de fosfato dipotá-  
sico hidrógeno, seguidos de 20 ml de agua destilada. El ex-  
15 tracto previo obtenido con estas soluciones se desprecia.  
Se hace circular a través de la camisa de la columna agua  
a una temperatura de 65°C y a través del lecho relleno se  
hace pasar una solución acuosa al 2,4 % de fosfato dipotá-  
sico hidrógeno a una temperatura de 70°C. Se obtiene un  
20 total de 700 ml de eluente conteniendo 0,40 % de  $\alpha$ -ácidos  
(por espectrofotometría), lo que constituye un rendimiento  
del 94 %. Esta solución constituye el primer extracto de  
 $\alpha$ -ácidos. De nuevo se pasa una pequeña cantidad de agua des-  
tilada (aproximadamente 20 ml) a través de la columna, se-  
25 guido de solución acuosa al 0,5 % de carbonato potásico ca-  
lentada a una temperatura de 70°C. Se obtiene un total de  
200 ml de eluente conteniendo 0,57 % de  $\beta$ -ácidos (por espec-  
trofotometría) y esto constituye el segundo extracto o  $\beta$ -áci-  
dos.

30 Se agrega al extracto de  $\alpha$ -ácidos una cantidad de solu



375304

- 9 ENE 1970

1 ción acuosa al 10 % de hidróxido potásico suficiente para  
elevar el pH a 9,0 y la masa se lleva a ebullición en atmós-  
fera de nitrógeno pero permitiendo cierta separación para  
eliminar las materias volátiles indeseables. Transcurridas  
5 2 horas, los  $\alpha$ -ácidos residuales se encuentran presentes a  
una concentración inferior al 0,02 % (por espectrofotometría  
y cromatografía en capa delgada). Agregando todo el volumen  
tratado a 60 litros de cerveza se eleva el amargor en 28 uni-  
dades europeas (U.E.A.).

10 La temperatura del segundo extracto de  $\beta$ -ácidos, reco-  
gido de la columna, se eleva a 80°C y el extracto se agita  
continuamente en atmósfera de oxígeno durante 8 horas. Se  
mantiene una presión ligeramente superior a la atmosférica  
para asegurar una solubilización adecuada del oxígeno.

15 Transcurrido el periodo de 8 horas, solamente quedan  
sin oxidar pequeñas cantidades de  $\beta$ -ácidos. Agregando el vo-  
lumen obtenido a la cerveza antes citada, ya tratada con la  
primera fracción, se eleva el amargor en otras 2 U.E.A.

20 Se extrae de la columna la lupulina residual y se  
agrega a los 60 litros de cerveza ya amargada en la forma des-  
crita y al cabo de 12 horas la lupulización de la cerveza  
es completa.

25 Para proporcionar el mismo grado de amargor (30 U.E.A.)  
en 60 litros de cerveza mediante las técnicas convenciona-  
les de ebullición del mosto se hubieran requerido 29,7 g de  
lupulina al 20,2 % de  $\alpha$ -ácidos. Para la lupulización en se-  
co se hubieran requerido 1,5 g adicionales, haciendo un to-  
tal de 31,2 g. Por lo tanto, la utilización de la lupulina  
se duplica como mínimo mediante el procedimiento de este  
30 invento.

375304 - 9



1 Si se hubiera agregado más hidróxido potásico a la  
fracción de  $\alpha$ -ácidos para llevar el pH a 10, podría haber-  
se mantenido a unos 65°C durante 24 horas en lugar de lle-  
var a ebullición, con lo que menos del 0,3 % de los  $\alpha$ -áci-  
5 dos hubieran quedado sin isomerizar. Naturalmente, las con-  
sideraciones económicas pueden exigir el uso de soluciones  
de iso- $\alpha$ -ácidos en las que el grado de isomerización no se  
haya llevado tan lejos.

10 En lugar de agregar la lupulina residual tal como se  
retira de la columna, se podría haber extraído con 100 ml  
de etanol, seguido de evaporación del etanol del extracto  
para dejar un fluido viscoso conteniendo 0,15 g de aceite.  
La adición de este aceite a la cerveza, a una proporción de  
15 0,5 ppm, es suficiente para que los componentes de los acei-  
tes esenciales sean detectados fácilmente en el aroma de la  
cerveza.

#### EJEMPLO 2

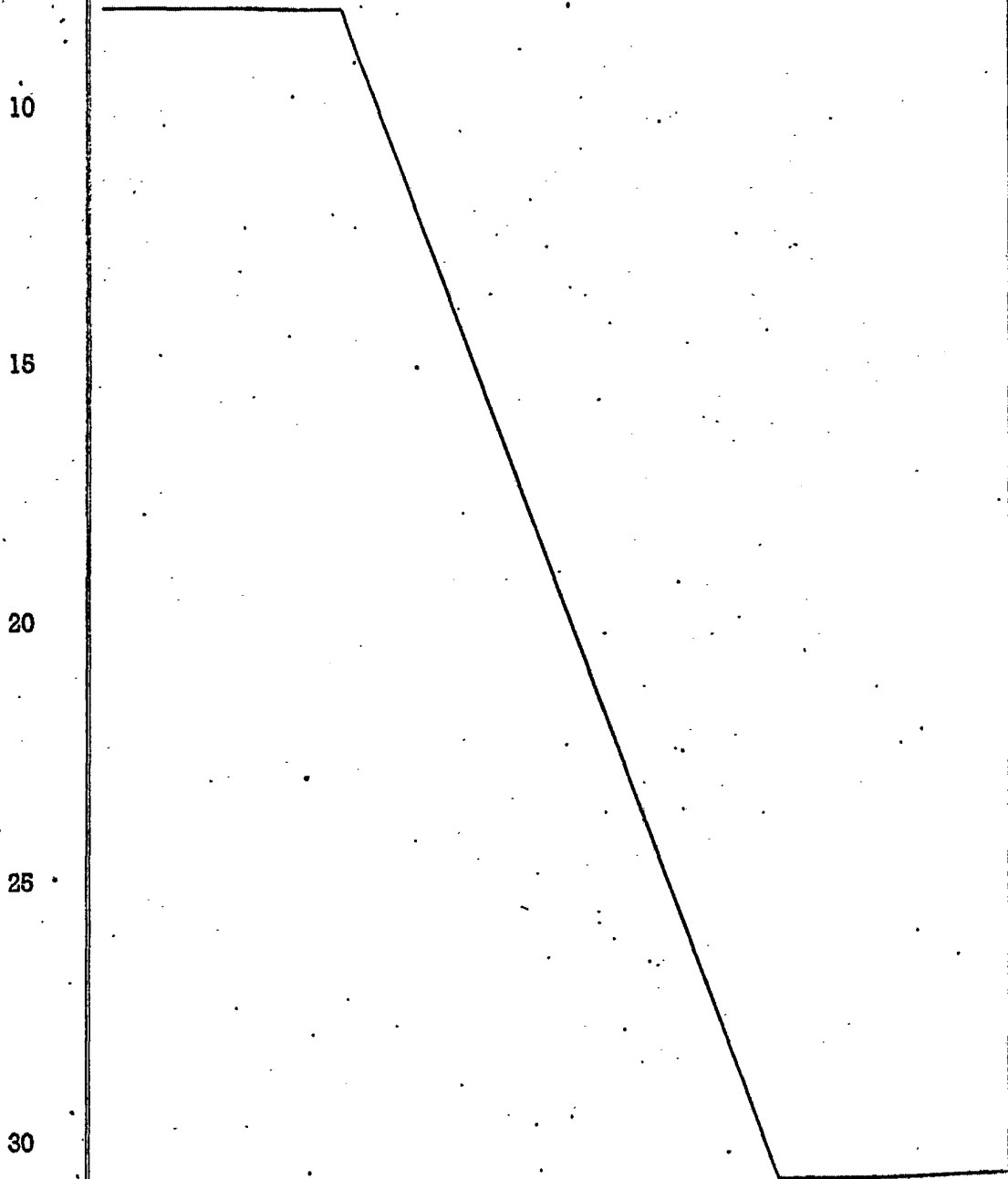
20 Se mezclan 15 g de polvo rico en lupulina, del lúpulo  
de la variedad Styrian y un 28,6 % de  $\alpha$ -ácidos, con 150 g  
de arena lavada con ácido, de grano grueso y 150 g de  
Kieselguhr de grano grueso y se introduce en una columna co-  
mo en el Ejemplo 1. El lecho se extrae con 100 ml de solu-  
ción acuosa fría al 2,8 % de fosfato disódico hidrógeno y  
después con 20 ml de agua destilada fría, despreciándose el  
25 extracto previo resultante. Se hace circular a través de la  
camisa de la columna agua a una temperatura de 62°C y se ha-  
ce pasar por el lecho una solución acuosa al 2,8 % de fosfa-  
to disódico hidrógeno, a una temperatura de 62°C. Se obtiene  
un total de 700 ml de eluente, conteniendo 0,55 % de  $\alpha$ -áci-  
30 dos, lo que significa un rendimiento del 90 %. Después se



375304 F 9

1 pasa por la columna un pequeño volumen de agua destilada,  
seguido de solución acuosa al 0,5 % de carbonato sódico, a  
una temperatura de 62°C. Se obtiene un total de 350 ml de  
5 eluente, conteniendo 1,05 % de β-ácidos. El residuo puede  
ser tratado como en el Ejemplo 1.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
deberá recaer sobre las siguientes:



375304



REIVINDICACIONES

1

1. Un método para el tratamiento de una sustancia resinosa del lúpulo, en el que la sustancia se extrae con una solución acuosa alcalina a una temperatura elevada y un pH controlados, para extraer selectivamente los  $\alpha$ -ácidos y el residuo se extrae después con solución acuosa alcalina para extraer los  $\beta$ -ácidos.

5

2. Un método según la Reivindicación 1, en el que la sustancia recibe un lavado inicial con un medio acuoso a una temperatura y un pH controlados, para extraer selectivamente los taninos y las sustancias ácidas distintas de los  $\alpha$ -ácidos y  $\beta$ -ácidos.

10

3. Un método según la Reivindicación 2, en el que el lavado inicial se efectúa con una solución reguladora a pH 4-9.

15

4. Un método según la Reivindicación 3, en el que la solución reguladora tiene un pH de 7-9 y la temperatura se mantiene en un valor suficientemente bajo para evitar una disolución sustancial de los  $\alpha$ -ácidos contenidos en la sustancia del lúpulo.

20

5. Un método según la Reivindicación 3, en el que el pH de la solución reguladora es de 4-6 aproximadamente.

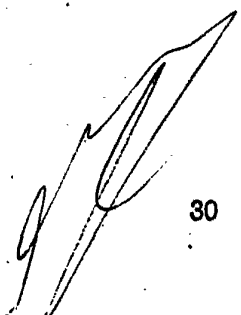
6. Un método según las Reivindicaciones 3, 4 o 5, en el que el lavado inicial se efectúa con una solución reguladora de fosfato sódico hidrógeno o de fosfato potásico hidrógeno.

25

7. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en el que los  $\alpha$ -ácidos son extraídos a una temperatura superior a 40°C y a un pH de 7-9.

30

8. Un método según la Reivindicación 7, en el que se



375304

- 9 EN



1 emplea una solución acuosa de una sal sódica o potásica de un ácido comestible, a una temperatura superior a 50°C.

5 9. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en el que los  $\beta$ -ácidos son extraídos con una solución acuosa de carbonato sódico o potásico, preferiblemente a una temperatura superior a 50°C.

10 10. Un método según cualquiera de las precedentes reivindicaciones, en el que los aceites esenciales residuales después de la extracción de los  $\alpha$ -ácidos y  $\beta$ -ácidos son separados del residuo mediante extracción con un disolvente comestible.

15 11. Un método según las Reivindicaciones 1, 2 o 3, en el que los  $\alpha$ -ácidos son extraídos con solución acuosa de una sal sódica o potásica de un ácido comestible y el  $\alpha$ -ácido es separado por cristalización; provocando la cristalización mediante la incorporación de un ácido comestible.

20 12. Un método según las Reivindicaciones 1, 2 o 3, en el que se utiliza solución acuosa de carbonato sódico o potásico para extraer los  $\beta$ -ácidos, separándose por cristalización los  $\beta$ -ácidos, provocando la cristalización mediante la adición de un ácido comestible.

13. Un método según la Reivindicación 12, en el que el ácido comestible es ácido carbónico, siendo carbonatado el extracto.

25 14. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN METODO PARA EL TRATAMIENTO DE UNA SUSTANCIA RESINOSA DEL LUPULO".

- 9 EN



375304

1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva, que consta de diecisiete páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 9 Enero 1970  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.

10

15

20

25

30