

(19)



(10) **LT 3667 B**

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **3667**

(51) Int. Cl.⁵: **A23L 1/185**

(21) Paraiškos numeris: **IP931**

(22) Paraiškos padavimo data: **1993 09 03**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 03 27**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 01 25**

(60) SU duomenys: **SU 4831565, 1990 10 26**

(31, 32, 33) Prioritetas: **895116, 1989 10 27, FI**

(72) Išradėjas:

Heikki Lommi, FI

Wilhelmus Jacobus Petrus Maria Swinkels, NL

Bernardus Otto Franciscus Maria vanDieren, NL

(73) Patent savininkas:

CULTOR LTD., Kyllikinportti 2, SF-00240 Helsinki, FI

(74) Patentinis patikėtinis:

Marius Jakulis-Jason, 3, A.A.A. Baltic Service Company,

Rūdninkų g. 18/2-12, 2001 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Bealkoholinio alaus gamybos būdas

(57) Referatas:

Išradime pateiktas iš esmės bealkoholinio alaus gamybos būdas, mielėms nepertraukiamai veikiant žemoje temperatūroje. Pagal šį būdą misą, kuri nuskaidrinama ir gali būti veikama garinimu ir/arba absorbuojančia medžiaga, leidžia per užpildomą stulpelinį reaktorių su imobilizuotomis mielėmis, kintant temperatūrai tarp misos užšalimo taško ir + 10 °C. Mielės reaktyvuojamos nuo 2 iki 15 °C per 10-30 valandų. Esant reikalui, reaktorių gali gūti regeneruojamas.

Išradime yra pateiktas iš esmės bealkoholinio alaus (t. y. gėrimo su alaus skoninėmis savybėmis) gamybos būdas, mielėms nepertraukiamai veikiant žemoje temperatūroje. Pagal šį būdą yra naudojamas užpildomas stulpelinio tipo reaktorius su imobilizuotomis mielėmis, kurias palankiausia reaktyvuoti kas 2-30 dienų. Temperatūra stulpeliniame reaktoriuje kinta tarp misos užšalimo taško ir $+10^{\circ}\text{C}$, o misa paduodama į reaktorių nuo 0,1 iki 2,5 reaktoriaus tūrių per valandą greičiu.

Sąvoka "bealkoholinis alus", priklausomai nuo šalies, kurioje vartojama, nurodo skirtingas produktų rūšis: Ispanijoje produktas laikomas bealkoholiniu, jei turi mažiau nei 1% alkoholio, tuo tarpu Olandijoje ši riba yra 0,5%. Arabų šalyse alkoholio kiekis bealkoholiniame aluje neturi viršyti 0,05% pagal tūrį. JAV bei kai kuriose kt. šalyse gėrimas nevadinamas alumi, jei alkoholio kiekis yra mažesnis nei 0,5%.

Anksčiau bealkoholinio alaus gamybai buvo taikomi ciklais vykstantys procesai, bet juos nelengva įgyvendinti (žr., pvz., JAV patentus Nr. 4746518 ir Nr. 4661355). Misa, kad būtų išvengta alkoholio susidarymo, yra veikama žemoje temperatūroje, maždaug 0°C . Paaaiškėjo, kad šių ciklinių procesų metu yra sunku palaikyti (pusiausvyroje) tiksliai nustatyto dydžio proceso parametrus, kaip antai, trukmę, temperatūrą ir ištirpusio deguonies koncentraciją. Net nedidelis nukrypimas nuo nustatytų reikšmių įtakoja spirito susidarymą, dėl to spirito kiekis produkte gali viršyti leistiną normą, pvz., Arabų šalis 0,05% pagal tūrį.

Taipogi yra žinomas bealkoholinių gėrimų gamybos būdas (EP Nr. 0213220), palyginti žemoje, nuo 2 iki 15°C temperatūroje. Pagal šį būdą aeruota misa yra greitai leidžiama pro reaktorių su imobilizuotomis mielėmis. Tačiau minėtas būdas ne itin tinka nepertraukiamai gamybai, nes reaktorius labai greitai užsiteršia.

Išradime pateiktas būdas įgalina vykdyti nepertraukiamą pramoninę alaus su labai mažu alkoholio kiekiu arba net iš esmės bealkoholinio alaus gamybą, tenkinančią griežtus Arabų šalių reikalavimus. Visas gamybos procesas trunka vos 1-2 dienas.

Siūlomo išradime būdo esmė yra ta, kad mielių veikimas, vyksta žemoje temperatūroje nenutrūkstam procesui užpildomame stulpeliniame reaktoriuje su imobilizuotomis mielėmis. Mielės yra surišamos akyto nešiklio paviršiuje. Nešiklis yra iš esmės nespūdus. Jį sudaro arba vientisa akyta matrica, arba įdubusios ar tinklelinės akytos dalelės. Matrica arba dalelės, savo ruožtu, yra sudarytos iš atskirų mikrodalelių ar mikropluošto. Tokia struktūra suteikia nešikliui didžiausią paviršiaus plotą mielių ląstelių imobilizacijai.

Dalelių ar matricos tipo nešikliai yra gaunami laisvai surišant, suveliant, supinant, priklįjuojant ar aglomeruojant (toliau - surišimas) mikrodaleles ar mikropluoštą. Surišimas įvyksta susidarius cheminėms, adhezinėms ar mechaninėms jungtims kai kuriuose sąlyčio taškuose tarp atskirų mikrodalelių ar mikropluoštelių. Cheminis surišimas įvyksta, kai šiuose taškuose sukeliamas skersinių jungčių susidarymo cheminė reakcija. Adhezinis surišimas įvyksta aglomeruojant ar suklijuojant mikropluoštelius ar mikrodaleles papildomo komponento, pvz., termoplastinės dervos, pagalba. Mechaninis surišimas kontakto taške

įvyksta suveliant ar supainiojant pluošteliu arba susijungiant dalelėms dėl jų paviršių sukibimo. Tokiu būdu gaunama matrica turės vientisą, visame reaktoriuje išsidriekusią struktūrą, panašią į vamzdelį, prikimštą filtrinio popieriaus medvilnės plaukelių. Tuo pačiu dalelės išlieka diskretiškos ir individualios.

Mikropluoštas ir mikrodalelės yra sudaryti iš bet kurios anijonitinės medžiagos, iš kurios galima suformuoti grubaus paviršiaus mikropluoštą ar mikrodaleles. Šioms medžiagoms priklauso natūrali ar regeneruota celiuliozė arba viskozė, kuri perdirbama suteikiant jai anijonito savybių; taip pat sintetinės anijonitinės dervos, tokios kaip fenolfomaldehidinės dervos, ir anijonitinės dervos agarozės ar dekstrino pagrindu. Pirmenybė teikiama nešikliui, akytai dalelių struktūros anijonitinei dervai, gaunamai iš celiuliozės ar viskozės, kurios po cheminio apdorojimo įgyja anijonito savybių. Vieni iš tinkamiausių yra mikropluošto ir mikrodalelių junginiai iš celiuliozės su dietilaminetileno pakaitalu, surišti adhezijos būdu, aglomeruojant su polistirenu.

Manoma, kad mielių ląstelės surišamos dervos paviršiuje pirmiausia dėl elektrinės sąveikos jėgų tarp teigiamai įelektrintos dervos ir neigiamą krūvį turinčių mielių ląstelių. Šis surišimas žymiai sumažina mielių išsiplovimą ir tuo pačiu metu leidžia mielėms gerai kontaktuoti su misa.

Užpildomame stulpeliniame reaktoriuje yra labai daug mielių ląstelių. Didelį sistemos tinkamumą iš esmės bealkoholinio alaus gamybai lemia tai, kad reaktoriuje lengva kontroliuoti fermentacijos eigą parenkant tinkamą temperatūrą ir pratekėjimo greitį. Pagal šį išradimą gaminamame

aluje iš esmės nėra mielių ląstelių, alus paprastai yra labai skaidrus, todėl lengvai filtruojamas. Prarandama tik nežymi jo dalis.

Pagal šį išradimą mielės veikia svyruojant temperatūrai tarp misos užšalimo taško ir $+10^{\circ}\text{C}$, o tinkamiausia temperatūra gaminant iš esmės bealkoholinį alų yra nuo $0,5$ iki 3°C . Alkoholio kiekis priklauso ne tik nuo temperatūros, bet ir nuo greičio, kuriuo misa juda pro reaktorių, bei nuo mielių ląstelių skaičiaus. Gaminant bealkoholinį alų, laikymas reaktoriaus stulpelyje tetrunka 1-2 valandas. Misa yra paruošiama iš įprastų alui daryti sudėtinių dalių, t.y. daugiausia iš alaus salyklo ir vandens. Iš esmės bealkoholinio alaus gamyboje galima panaudoti didesnius kiekius priedų (kukurūzų, ryžių ir sirupų). Gaminant misą, taipogi reikalingi apyniai ar apynių ekstraktas, pH reguliuojančios medžiagos bei kalcio druskos. Pageidaujant, gali būti pridėtos aromatinės ir dažančios medžiagos, o taip pat stabilizatoriai.

Be to, išradimo būde svarbu tai, kad, norint pašalinti nepageidaujamus skonio komponentus, nuskaidrinta misa yra nugarinama aukštesnėje temperatūroje arba veikiama absorbuojančiomis medžiagomis. Tinkama absorbcijai medžiaga yra aktyvuota anglis.

Pagal siūlomą metodą misa yra apdorojama "karštosios desorbcijos" būdu, kad būtų pašalintos nepageidaujamos lakiosios medžiagos. Karštosios desorbcijos metu dujos, pvz., azoto ar anglies dioksido, geriau azoto, smarkia srove pučiamos pro skystį. Karštoji desorbcija yra naudinga dėl dviejų priežasčių:

1. Nevyksta oksidacija, nes pumpuojant skystį iš virintuvo į sūkurį desorbuojančios dujos patenka į misą tiesiog vamzdžiu ir išsiplečia sūkuryje. Tokiu būdu misa neabsorbuoja deguonies.

2. Paprasto alaus gamyboje lakiosos medžiagos yra pašalinamos fermentavimo ir brandinimo metu. Taikant karštąją desorbciją, natūrali dujų perkoliacija nevyksta; fermentavimo metu karštoji desorbcija efektyviai pakeičia natūraliąją perkoliaciją.

Be to, svarbu, kad mielės yra reaktyvuojamos kas 2-30 dienų, geriau savaitės protarpiais. Reaktyvuojama leidžiant aeruojamai misai cirkuliuoti 10-15°C temperatūroje nuo 10 iki 30 valandų, geriau visą dieną. Tuo metu mielės greitai auga. Reaktyvavimas nutraukiamas sumažinus temperatūrą žemiau 3°C ir išstūmus fermentuotą misą. Vėl atnaujinus misos padavimą į reaktorių, mielių ląstelės būna pašalinamos iš jos per porą valandų, ir tuomet gali prasidėti nepertraukiamas mielių veikimas.

Užpildomą stulpelinį reaktorių galima regeneruoti išstumiant misą iš reaktoriaus iš pradžių karštu vandeniu, o po to leidžiant karštą kalcinuotą sodą pro nešiklio sluoksnį, kol ištekančias regeneruojantis tirpalas taps tolygios šviesios spalvos. Tada nešėjo sluoksnis skalaujamas vandeniu iki nusistovės pH, lygus maždaug 10, ir neutralizuojamas pumpuojant pro nešiklio sluoksnį reikiamos koncentracijos rūgšties tirpalą. Pabaigoje nešiklis skalaujamas vandeniu.

Toliau pateikti pavyzdžiai paaiškina išradimą. Į darbo pavyzdžius nėra žiūrima kaip į apribojančius išradimą, būdingi išradimo požymiai yra atskleisti apibrėžtyje.

1 pavyzdys

Užpildomo stulpelinio reaktoriaus paruošimas

Kaip nešiklis buvo naudojamos 470-840 mikrometrų dydžio dalelės iš granuliuotos DEAE celiuliozės (GDC), pagamintos Cultor Ltd. pagal JAV patentą Nr. 4355117. Visuose eksperimentuose kolonėlė buvo užpildoma, sistema sterilizuojama, o mielės imobilizuojamos šiuo būdu:

Pirmiausia hidratavimo indas (1) buvo užpildytas vandeniu (1000 litrų) iki pusės (fig. 1). Įjungus maišytuvą, į indą (1) buvo perkeltas sausas nešiklis (GDC, 400 kg). Užsibaigus hidratacijai (po maždaug 10 valandų), imobilizuotų mielių reaktorius (2) buvo užpildytas vandeniu iki pusės (800 litrų) ir nešiklio vandeninė suspensija iš hidratavimo indo (1) buvo perkelta į reaktorių (2). Kad palaikytų pastovų vandens lygį reaktoriuje, apatinis reaktoriaus vožtuvas buvo nustatytas taip, kad įtekantis ir ištekantis srautai būtų iš esmės lygūs. Tada nešiklio sluoksnis reaktoriuje buvo sterilizuojamas karštu kalcinuotos sodos tirpalu (3), pumpuojant jį į reaktorių (2). Po to nešiklio sluoksnis buvo skalaujamas vandeniu ir neutralizuojamas rūgšties (citrinos rūgšties) tirpalu (4), pumpuojant jį pro reaktoriuje (2) esantį nešiklio sluoksnį. Pabaigoje nešiklio sluoksnis buvo skalaujamas vandeniu, kuris vėliau buvo išstumtas aeruojama misa.

Skysta mielių masė buvo pagaminta inde (5) aeruojamos misos pagrindu. Po to skysta mielių masė cirkuliavo pro nešėjo sluoksnį apie 4 valandas, per kurias mielės susirišo su nešikliu. Taip reaktorius (2) buvo paruoštas naudojimui gamybos procese.

2 pavyzdys

Misos gamyba ir paruošimas

Misa gaminama užkaičiant 4.800 kg miežių salyklo ir 3.960 kg rupių kukurūzų miltų.

Miežių salyklas sumaišomas su 15.500 litrų vandens (35°C), nustatant pH 5,5 (citrinos rūgštimi). Salyklo ir vandens mišinys užkaičiamas inde su programuojama temperatūra pagal infuzijos metodą taip: 20 minučių, esant 38°C; 10 minučių, esant 68°C; 30 minučių, esant 72°C ir 30 minučių, esant 76°C.

Rūpūs kukurūzų miltai sumaišomi su 13.000 litrų vandens (68°C), nustatant pH 5,5. Kaitinimo programa: 20 minučių, esant 68°C ir 20 minučių, esant 100°C.

Salyklo ir kukurūzų tyrės buvo sumaišytos, ir misa, atskyrus kietąją jos dalį filtravimo inde, buvo virinama variniame katile apie 90 minučių, maždaug 100°C temperatūroje. Nustačius pH (5,1), į verdančią misą buvo įdėtas apynių ekstraktas (turintis 2.800 g alfa rūgščių). Likus maždaug 10 minučių iki virimo pabaigos, įdėta 10 kg aktyvuotos anglies. Taip pat buvo panaudotas karštosios desorbcijos etapas, kurio metu intensyvios dujų (šiuo atveju azoto) perkoliacijos būdu yra šalinamos nepageidaujamos lakiosios medžiagos. Mišinys buvo perkeliamas į sūkūrį, tuo pačiu metu vykstant garavimui (apie 15 skysčio tūrio %). Tai truko apie 30 minučių.

Pabaigoje, nustatius pH (4,3; citrinos rūgštis), misa buvo atšaldyta pluošteliniame šilumokaityje iki maždaug 0°C, nufiltruota ir perkelta į tinkamą talpą.

3 pavyzdys

Mielių veikimas ir mielių reaktoriaus reaktyvavimas

Misa iš 2 pavyzdžio buvo paduota į užpildomą stulpelinį reaktorių iš 1 pavyzdžio. Buvo naudojamas *Saccharomyces uvarum* mielių kamienas, silpnos fermentacijos mielės; aktyvaus mielių sluoksnio tūris buvo 1 m³; misos padavimo greitis buvo 750 litrų/valandą, o temperatūra kito nuo 1,5 iki 3,0°C (nustatyta taip, kad alkoholio kiekis produkte būtų apie 0,05% pagal tūrį).

Po to, kai misa iš 2 pavyzdžio aštuonias dienas tekėjo pro reaktorių, imobilizuotų mielių reaktorių buvo reaktyvuojamas, aeruojamai misai cirkuliuojant 24 valandas 12°C temperatūroje. Fermentuota reaktyvavimo metu misa buvo pakeista šiežia, o temperatūra vėl nuleista žemiau 3°C; reaktorių sustabdytas maždaug 2 valandoms, po to bealkoholinio alaus gamyba tęsėsi pagal aukščiau pateiktą aprašymą.

4 pavyzdys

Reaktoriaus regeneravimas

Pateiktas pavyzdžiuose užpildomas stulpelinis reaktorių buvo regeneruojamas paduodant į jį karštą (apie 60°C) kalcinuotos sodos tirpalą (2% sodos hidroksidas), kol ištekančias regeneruojantis tirpalas

taps tolygios šviesios spalvos. Tada nešiklio sluoksnis buvo skalaujamas vandeniu iki ištekančio tirpalo turės pH, lygų maždaug 10, o po neutralizacijos natrio piro-sulfitu, maždaug 7. Reaktorius buvo perskalautas vandeniu ir užpildytas misa, po to į jį paduota mielių masė (apie 10^{10} mielių ląstelių 1 nešiklio litrai), o vėliau - aeruojama misa 24 valandas. Tokiu būdu regeneruotas reaktorius vėl galėjo būti panaudotas gamybos procese.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Būdas iš esmės bealkoholinio alaus gamybai mielėms nepertraukiamai veikiant žemoje temperatūroje, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad misą leidžia pro užpildomą stulpelinį reaktorių su imobilizuotomis mielėmis, kintant temperatūrai tarp misos užšalimo taško ir $+10^{\circ}\text{C}$.
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad užpildomas stulpelinis reaktorius talpina iš esmės nespūdų anijonito savybių turintį nešiklį su betarpiškai jame imobilizuotomis mielėmis.
3. Būdas pagal 1 ir 2 punktus, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą misą neaeruoja prieš leidžiant ją į užpildomą stulpelinį reaktorių.
4. Būdas pagal 1 ir 2 punktus, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad deguonį pašalina iš misos prieš leidžiant ją į užpildomą stulpelinį reaktorių.
5. Būdas pagal 1 ir 2 punktus, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą deguonį pašalina iš misos garinant.
6. Būdas pagal bet kurį ankstesnį punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtas mieles reaktyvuoja kas 2-30 dienų, kai aeruojama misa cirkuliuoja pro minėtas imobilizuotas mieles nuo 10 iki 30 valandų $10-15^{\circ}\text{C}$ temperatūroje.

7. Būdas pagal bet kurį ankstesnį punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą nuskaidrintą misą apdoroja, siekiant pašalinti nepageidaujamus skonio komponentus.

8. Būdas pagal 7 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad nuskaidrintos misos minėtas apdorojimas yra garinimas aukštesnėje temperatūroje.

9. Būdas pagal 7 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad nuskaidrintos misos minėto apdorojimo metu naudoja absorbuojančią medžiagą.

10. Būdas pagal 7 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad nuskaidrintos misos minėtas apdorojimas apima karštosios desorbcijos etapą.

11. Būdas pagal 10 punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėta karštoji desorbcija yra intensyvus azoto dujų pūtimas per misą.

12. Būdas pagal bet kurį ankstesnį punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad minėtą misą leidžia į reaktorių nuo 0,1 iki 2,5 reaktoriaus tūrio per valandą greičiu.

13. Būdas pagal bet kurį ankstesnį punktą, b e s i s k i r i a n t i s tuo, kad temperatūra užpildomame stulpeliniame reaktoriuje kinta nuo 0,5 iki 3°C ir misą leidžia į reaktorių nuo 0,1 iki 1,5 reaktoriaus tūrio per valandą greičiu.

LT 3667 B

