

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 762 208**

51 Int. Cl.:

C12H 1/04 (2006.01)

B01J 20/14 (2006.01)

B01D 39/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.03.2011** **PCT/US2011/028087**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.09.2011** **WO11115832**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.03.2011** **E 11710370 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2019** **EP 2547757**

54 Título: **Métodos para reducir iones metálicos solubles en auxiliares de filtración de tierra de diatomeas**

30 Prioridad:

15.03.2010 US 724173

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.05.2020

73 Titular/es:

COORS BREWING COMPANY (100.0%)
1801 California Street, Suite 4600
Denver, CO 80202, US

72 Inventor/es:

TING, PATRICK, L.;
SAUNDERS, FRAN, L.;
DANNENBERG, RHONDA, M.;
LAUMANN, JACQUELINE, A.;
EPLETT, JOHN, T.;
CASEY, GREGORY, P. y
RYDER, DAVID, S.

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 762 208 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Métodos para reducir iones metálicos solubles en auxiliares de filtración de tierra de diatomeas

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

- 5 Esta invención se refiere a un método para reducir la cantidad de iones metálicos solubles en bebidas en un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas.

2. Descripción de la técnica relacionada

10 Los fabricantes de cerveza de todo el mundo han usado la filtración mediante el uso de tierra de diatomeas como adyuvante de filtración durante muchos años para producir una cerveza perfectamente clara. La tierra de diatomeas es un polvo muy ligero con una elevada porosidad, y su composición química consiste en un 86% de silicio, 5% de sodio, 3% de magnesio, 2% de hierro, y muchos otros metales menores. La estructura porosa de la tierra de diatomeas es especialmente eficaz para atrapar partículas suspendidas. La tierra de diatomeas también se puede denominar kieselguhr.

15 En un proceso habitual de filtración cerveza, se prerreviste un elemento de filtración con una mezcla de tierra de diatomeas y diluyente (p.ej., agua desgasificada) antes de la filtración. Otra porción de la mezcla de tierra de diatomeas (alimentación de cuerpo) se añade directamente en la corriente de cerveza a filtrar. Normalmente son necesarias dos filtraciones (primaria y final) para conseguir la claridad de la cerveza.

20 Se cree que el sabor "acartonado" que se da en la cerveza rancia surge de la oxidación mediada por radicales libres de diversos constituyentes de la cerveza. Se cree que el olor y sabor característicos están provocados por los productos de descomposición del proceso de radicales libres. Se ha informado que el consumidor puede detectar estos productos de sabores indeseables en la cerveza incluso a concentraciones muy bajas. La filtración con tierra de diatomeas puede ser un problema importante para la estabilidad del sabor de la cerveza debido a que parte del hierro, cobre y otros metales de la tierra de diatomeas se lixivian hacia la cerveza que se está filtrando, de forma que las trazas de hierro o cobre y las trazas de oxígeno median en la formación de radicales libres, lo que da como resultado una estabilidad disminuida del sabor de la cerveza.

25 Debido a que el hierro (en general en forma de iones Fe^{2+} y/o Fe^{3+}) puede disminuir la estabilidad del sabor de la cerveza, el contenido de hierro en la tierra de diatomeas que es soluble en cerveza (p.ej., hierro soluble en cerveza) proporciona un indicador útil del grado en el que se da la liberación de hierro. Se ha informado que la mayoría de auxiliares de filtración de diatomita convencionales usados en la filtración de cerveza tienen un contenido de hierro soluble en cerveza de aproximadamente 7 mg de Fe/kg de producto a aproximadamente 50 mg de Fe/kg de producto. Se ha establecido un método analítico fiable en la industria para determinar la solubilidad del hierro de los productos de diatomita en cerveza (American Society of Brewing Chemists, 1987).

35 Por lo tanto, se han desarrollado procesos que intentan reducir el contenido de hierro soluble en bebidas de los auxiliares de filtración de tierra de diatomeas. Por ejemplo, la patente de EE.UU. nº 665.652 describe el calentamiento de tierra de diatomeas en una disolución de ácido clorhídrico y ácido nítrico. La patente de EE.UU. nº 1.992.547 describe el contacto de tierra de diatomeas con ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, o ácido fosfórico. La patente de EE.UU. nº 2.701.240 describe el contacto de tierra de diatomeas con oxi-ácidos de fósforo. La patente de EE.UU. nº 4.134.857 describe el contacto de tierra de diatomeas con ácido tánico o ácido gálico. Las patentes de EE.UU. nºs 4.142.968 y 4.187.174 describen un método en el que se tratan auxiliares de filtración de tierra de diatomeas con ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido acético, o ácido oxálico. En este método, los auxiliares de filtración se mantienen en contacto con un volumen relativamente pequeño de un ácido durante un periodo de días, lo que da como resultado un contenido de hierro soluble en cerveza menor de 100-50 ppm. La publicación de solicitud de patente de EE.UU. nº 2001/0023233 describe el lavado de productos de diatomita con un ácido mineral (tal como ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, o ácido nítrico), o un ácido orgánico (tal como ácido cítrico o ácido acético). Sin embargo, en una cervecería a escala completa, la preparación de tierra de diatomeas lavada con ácido crea más trabajo y agua residual, que incluye lavar la tierra de diatomeas, filtrar y deshacerse de la disolución de lavado ácida, y resuspender la tierra de diatomeas.

La solicitud de patente japonesa nº JPH.11554 describe la purificación de un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas eliminando una impureza de hierro mediante el uso de ácido oxálico para formar un complejo quelante.

50 La patente de EE.UU. nº 4.965.084 describe otro método en el que se reduce el contenido de hierro soluble en cerveza de un material de tierra de diatomeas poniendo en contacto la tierra de diatomeas con un ligando polidentado. La patente de EE.UU. nº 5.099.906 describe el tratamiento de auxiliares de filtración de tierra de diatomeas con un silicato de metal alcalino para reducir los cationes metálicos multivalentes. La publicación de solicitud de patente de EE.UU. nº 2009/0264287 (también documento WO 2008/024952) describe un método alternativo en el que se reduce el contenido de hierro soluble en cerveza de un material de tierra de diatomeas sometiendo al material de alimentación de tierra de diatomeas a un tratamiento con vapor saturado. Estos métodos requieren un procedimiento de pre-limpieza

que incluye la separación del hierro soluble u otros iones metálicos de la tierra de diatomeas antes del uso como auxiliar de filtración, lo que da como resultado costes operativos y de equipo adicionales.

Los fabricantes de cerveza y los científicos de la fabricación de cerveza de todo el mundo esperan tecnologías alternativas para sustituir la filtración con tierra de diatomeas. Un método propuesto para filtrar cerveza usa un polímero para la reducción de metales pesados. Por ejemplo, se ha desarrollado Divergan® HM, un copolímero reticulado que consiste en vinilimidazol y vinilpirrolidona disponible de BASF Corporation, Mount Olive, Nueva Jersey, EE.UU., para la reducción de metales pesados. También se han considerado las membranas para la filtración de cerveza. Un obstáculo es el coste de estas tecnologías de filtración alternativas.

Por lo tanto, todavía existe la necesidad de un método mejorado para impedir que el hierro soluble, el cobre soluble y otros cationes solubles de los auxiliares de filtración de tierra de diatomeas se transfieran a la cerveza filtrada.

Compendio de la Invención

La presente invención se expone en las reivindicaciones adjuntas. Las realizaciones, los aspectos y los ejemplos de la presente descripción que no se hallan dentro del alcance de dichas reivindicaciones se proporcionan con fines ilustrativos solamente, y no forman parte de la presente invención.

La presente descripción proporciona un método para impedir que los cationes metálicos solubles, tales como cobre y hierro, de los auxiliares de filtración de tierra de diatomeas pasen a la cerveza durante la filtración, lo que conduce a una mejora de la estabilidad del sabor del producto acabado. La tierra de diatomeas contiene una cantidad significativa de cobre y hierro en diversas formas, de las cuales una o más pueden ser solubles en la cerveza que se filtra. El cobre y hierro solubles pueden tener un efecto perjudicial sobre la estabilidad del sabor o el tiempo de conservación de la cerveza. La reducción del cobre y hierro solubles en cerveza en los auxiliares de filtración de tierra de diatomeas puede prolongar el tiempo de conservación y mejorar la estabilidad del sabor de las bebidas de malta fermentadas.

En una versión de la invención, se trata un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas con un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, o beta-ácidos (todos ingredientes de fabricación de cerveza), y un ácido distinto del compuesto de lúpulo. En una versión de ejemplo de la invención, se descubrió que los tetrahidroiso-alfa-ácidos se unen a los iones metálicos de cobre y hierro y/o cambian la forma del cobre y del hierro en la tierra de diatomeas, de forma que el cobre y el hierro se vuelven sustancialmente insolubles en cerveza. En otra versión de ejemplo de la invención, se usó ácido fosfórico y tetrahidroiso-alfa-ácidos, de forma que el ácido fosfórico facilita la liberación y la quelación del cobre y hierro con los tetrahidroiso-alfa-ácidos, y limita el cobre y hierro a la matriz de tierra de diatomeas. Como resultado, no hay un incremento de iones de cobre y hierro tras la filtración primaria y final, lo que conduce a una estabilidad mejorada del sabor y/o un tiempo de conservación más largo de la cerveza.

En un aspecto, la invención proporciona un método para reducir la cantidad de iones metálicos solubles en bebidas en un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas. Los iones metálicos solubles en bebidas pueden ser cobre, hierro y mezclas de los mismos. En el método, el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se pone en contacto con un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos. El auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se puede dispersar en una suspensión espesa, y el compuesto de lúpulo se puede añadir a la suspensión espesa en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa. La suspensión espesa puede incluir un ácido distinto del compuesto de lúpulo. El ácido se puede seleccionar de ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido tánico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el compuesto de lúpulo se selecciona de tetrahidroiso-alfa-ácidos, y el ácido es ácido fosfórico. La suspensión espesa puede incluir el ácido fosfórico en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa. La suspensión espesa puede incluir la tierra de diatomeas en una cantidad del 1 al 20 por ciento en peso de la suspensión espesa.

En otro aspecto, la invención proporciona un método para filtrar una bebida. La bebida puede ser una bebida de malta. En el método, se pone en contacto un elemento de filtración con una suspensión espesa de prerrevestimiento que incluye tierra de diatomeas y un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos, y de ese modo se deposita una capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración. La bebida se hace pasar después a través de la capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración. El compuesto de lúpulo se puede incluir en la suspensión espesa de prerrevestimiento en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento.

La suspensión espesa de prerrevestimiento puede incluir un ácido distinto del compuesto de lúpulo. El ácido se puede seleccionar del grupo que consiste en ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido tánico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el compuesto de lúpulo se selecciona de tetrahidroiso-alfa-ácidos, y el ácido es ácido fosfórico.

La suspensión espesa de prerrevestimiento puede incluir el compuesto de lúpulo en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, y la suspensión espesa de

prerrevestimiento puede incluir el ácido fosfórico en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento. La suspensión espesa de prerrevestimiento puede incluir la tierra de diatomeas en una cantidad del 1 al 20 por ciento en peso de la suspensión espesa de prerrevestimiento.

- 5 En una versión de este aspecto de la invención, se añade una segunda suspensión espesa a la bebida antes de hacer pasar la bebida a través de la capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración. La segunda suspensión espesa puede incluir tierra de diatomeas y un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos. La tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento puede tener un primer tamaño medio de partículas, y la tierra de diatomeas en la segunda suspensión espesa puede tener un segundo tamaño medio de partículas más pequeño que el primer tamaño medio de partículas. El compuesto de lúpulo se puede incluir en la segunda suspensión espesa en una cantidad del 0,1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la segunda suspensión espesa.

- 15 En otro aspecto, la descripción proporciona un método para incrementar la estabilidad del sabor de una bebida de malta, en el que la bebida de malta se filtra con un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas. En el método, el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se pone en contacto con un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos, y de ese modo se impide la liberación de al menos algunos iones metálicos solubles en la bebida. El auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se puede poner en contacto con el compuesto de lúpulo en una suspensión espesa del auxiliar de filtración de tierra de diatomeas. El auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se puede poner en contacto con el compuesto de lúpulo y un ácido distinto del compuesto de lúpulo en una suspensión espesa del auxiliar de filtración de tierra de diatomeas. Preferiblemente, el compuesto de lúpulo se selecciona de tetrahidroiso-alfa-ácidos, y el ácido es ácido fosfórico. La suspensión espesa puede incluir el compuesto de lúpulo en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa, y la suspensión espesa puede incluir el ácido fosfórico en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa.

- 25 Por lo tanto, una ventaja de la invención es proporcionar un método para filtrar una bebida mediante el uso de un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tratado, en el que no son necesarios procedimientos de pre-limpieza y separación de la tierra de diatomeas.

Otra ventaja de la invención es proporcionar un método para filtrar una bebida mediante el uso de un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tratado, en el que el método usa ingredientes de fabricación de cerveza y se puede operar *in situ* sin operación y equipo adicional.

- 30 Otra ventaja de la invención es proporcionar un método para filtrar una bebida mediante el uso de un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tratado, en el que el método es aplicable a bebidas no alcohólicas, bebidas de malta, producción de vino, e industrias de licores destilados que se preocupan por la estabilidad del sabor o el tiempo de conservación debido a la lixiviación de iones metálicos (p.ej., cobre y hierro) durante la filtración con tierra de diatomeas.

- 35 Estas y otras características, aspectos, y ventajas de la presente invención se entenderán mejor tras la consideración de la siguiente descripción detallada, los dibujos y las reivindicaciones adjuntas.

Breve descripción de los dibujos

- 40 La Figura 1 representa las medidas de resonancia de espín electrónico de la intensidad de radicales libres durante una auto-oxidación acelerada durante 150 minutos (T150) para cerveza filtrada tras usos repetidos de una tierra de diatomeas tratada (especial) o sin tratar (control).

La Figura 2A representa las distribuciones de trazas de Cu/Fe (ppb) frente a diversas etapas de muestras de cerveza mediante absorción atómica (AA).

La Figura 2B representa distribuciones de trazas de Cu/Fe (ppb) frente a diversas etapas de muestras de cerveza mediante plasma acoplado inductivamente (ICP).

- 45 La Figura 3 representa medidas de resonancia de espín electrónico de la intensidad de radicales libres durante una auto-oxidación acelerada durante 150 minutos (T150) para muestras de cerveza en diversas etapas de producción en un ensayo (marcado MVB).

La Figura 4 representa las medidas de tiempo de retardo mediante resonancia de espín electrónico para muestras de cerveza en diversas etapas de producción en un ensayo (marcado MVB).

- 50 La Figura 5 es una representación del contenido de trazas de Cu y Fe frente a los valores de T150 de una cerveza de control que muestra la relación entre T150 y Fe.

La Figura 6 es un esquema que muestra un sistema de filtración con tierra de diatomeas de una cervecería de ejemplo.

Descripción detallada de la invención

La invención se refiere a un método para reducir la cantidad de iones metálicos solubles en bebidas en un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas. En otro aspecto, el método de la invención comprende además filtrar una bebida mediante el uso del auxiliar de filtración de tierra de diatomeas tratado. También se describe en la presente memoria un método para incrementar la estabilidad del sabor de una bebida de malta filtrada con un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas.

La Figura 6 muestra un sistema de filtración 10 con tierra de diatomeas de una cervecería de ejemplo. El sistema 10 incluye un tanque de filtración 12 que incluye una o más rejillas de filtración 14, un tanque de alimentación de cuerpo 16 que tiene un agitador 17, un tanque de prerrevestimiento 19 que tiene un agitador 20, una bomba de alimentación de filtración 22, y una bomba de alimentación de cuerpo 24. El tanque de filtración 12 incluye un orificio de ventilación 26, un manómetro anterior 28, y un manómetro posterior 30.

El sistema 10 incluye conductos de flujo de fluido para dirigir el fluido dentro del sistema 10. Un conducto de alimentación de filtración 32 suministra la cerveza a filtrar al sistema 10. El conducto de alimentación de filtración 32 está en comunicación fluida con el tanque de filtración 12. Un conducto de salida de prerrevestimiento 34 está en comunicación fluida con el tanque de prerrevestimiento 19 y el conducto de alimentación de filtración 32. Un conducto de salida 36 de alimentación de cuerpo está en comunicación fluida con el tanque de alimentación de cuerpo 16 y el conducto de alimentación de filtración 32. El conducto de salida 36 de alimentación de cuerpo también está en comunicación fluida con un conducto de entrada 38 a una bomba de alimentación de cuerpo que está en comunicación fluida con la bomba de alimentación de cuerpo 24. Un conducto de salida 40 de la bomba de alimentación de cuerpo está en comunicación fluida con el conducto de alimentación de filtración 32. Un conducto de drenaje 42 está en comunicación fluida con el tanque de filtración 12 y un drenaje (no mostrado).

Un conducto de filtrado 44 está en comunicación fluida con el tanque de filtración 12 y un tanque de almacenamiento (no mostrado) para almacenar la cerveza filtrada. Un conducto de entrada 46 de alimentación de cuerpo está en comunicación fluida con el tanque de alimentación de cuerpo 16. Un conducto de entrada 48 de prerrevestimiento está en comunicación fluida con el tanque de prerrevestimiento 19. Un conducto de entrada 50 de líquido claro proporciona líquido claro al sistema 10. El conducto de entrada 50 de líquido claro está en comunicación fluida con el conducto de entrada 46 de alimentación de cuerpo y el conducto de entrada 48 de prerrevestimiento. Se proporcionan válvulas controlables adecuadas V1 a V14 en el sistema 10 para controlar el flujo de fluido en los conductos.

En el sistema de filtración 10 con tierra de diatomeas de una cervecería de ejemplo mostrado en la Figura 6, la tierra de diatomeas se mezcla en el tanque de prerrevestimiento 19 con diluyente o agua desgasificada suministrada desde el conducto de entrada 50 de líquido claro y el conducto de entrada 48 de prerrevestimiento al tanque de prerrevestimiento 19. En una operación de prerrevestimiento, la mezcla de tierra de diatomeas se recircula para revestir la(s) rejilla(s) de filtración 14 dentro del tanque de filtración 12. La tierra de diatomeas se mezcla en el tanque de alimentación de cuerpo 16 con diluyente o agua desgasificada suministrada desde el conducto de entrada 50 de líquido claro y el conducto de entrada 46 de alimentación de cuerpo al tanque de alimentación de cuerpo 16. Se dosifica una suspensión espesa de tierra de diatomeas (tierra de diatomeas + diluyente) desde el tanque de alimentación de cuerpo 16 como alimentación de cuerpo en la cerveza que se desplaza desde el conducto de alimentación de filtración 32 al tanque de filtración 12. La(s) rejilla(s) de filtración 14 normalmente se prerrevisten con una tierra de diatomeas de grado grueso, y se usa una tierra de diatomeas de grado más fino en la alimentación de cuerpo. La(s) rejilla(s) de filtración 14 pueden tener aberturas de alrededor de 50 μm antes del prerrevestimiento. Durante la filtración, la tierra de diatomeas de grado más fino de la alimentación de cuerpo se posa sobre la capa de prerrevestimiento de tierra de diatomeas de grado grueso sobre la(s) rejilla(s) de filtración 14. La cerveza se mueve a través de la(s) rejilla(s) de filtración 14, donde se eliminan sólidos tales como levaduras y turbidez. Son posibles las variaciones del sistema de filtración 10. Por ejemplo, la(s) rejilla(s) de filtración 14 pueden ser filtros de hoja vertical, de hoja horizontal, o de velas. Este sistema de filtración 10 puede eliminar los sólidos suspendidos de la cerveza hasta un tamaño de alrededor de 1 μm .

La cerveza filtrada sale del tanque de filtración 12 y pasa a través del conducto de filtrado 44 hacia un tanque de almacenamiento. El operador del sistema 10 puede monitorizar el manómetro anterior 28 y el manómetro posterior 30 para determinar la caída de presión a través de la(s) rejilla(s) de filtración 14. Las caídas de presión menores pueden indicar que la rejilla de filtración y el auxiliar de filtración son demasiado porosos, y las caídas de presión mayores pueden indicar que la rejilla de filtración y el auxiliar de filtración no son lo suficientemente porosos.

En una realización de la invención, se proporciona un método para filtrar una bebida que puede usar un sistema de filtración tal como el sistema de filtración 10 de tierra de diatomeas. También se pueden usar otros sistemas de filtración. En un método de ejemplo de la invención, un elemento de filtración, tal como una rejilla de filtración 14, se pone en contacto con una suspensión espesa de prerrevestimiento que incluye tierra de diatomeas y un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos, y de ese modo se deposita una capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración. El elemento de filtración puede residir en un tanque de filtración, tal como el tanque de filtración 12.

En las versiones de ejemplo de la invención, la tierra de diatomeas se incluye en la suspensión espesa de prerrevestimiento en una cantidad del 1 al 20 por ciento en peso de la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 5 al 15 por ciento en peso de la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 8 al 13 por ciento en peso de la

suspensión espesa de prerrevestimiento.

En las versiones de ejemplo de la invención, el compuesto de lúpulo se incluye en la suspensión espesa de prerrevestimiento en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 0,1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 0,1 al 5 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 0,1 al 2 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 0,1 al 1 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento.

La suspensión espesa de prerrevestimiento incluye preferiblemente otro ácido distinto del compuesto de lúpulo. Los ejemplos no limitantes del ácido incluyen ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido tánico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, y mezclas de los mismos. En las versiones de ejemplo de la invención, el ácido distinto del compuesto de lúpulo se incluye en la suspensión espesa de prerrevestimiento en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 0,5 al 15 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento, o del 1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento.

Después de depositar una capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración, la bebida a filtrar se hace pasar a través de la capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración y hacia un tanque de almacenamiento.

En una realización de la invención, se dosifica una segunda suspensión espesa de tierra de diatomeas como alimentación de cuerpo en el fluido que se desplaza desde el tanque de alimentación de cuerpo 16 hacia el tanque de filtración 12 que tiene el elemento de filtración antes de que la bebida pase a través de la capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración. Preferiblemente, la tierra de diatomeas en la segunda suspensión espesa de alimentación de cuerpo tiene un segundo tamaño medio de partículas menor que el primer tamaño medio de partículas de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de prerrevestimiento.

En las versiones de ejemplo de la invención, la tierra de diatomeas se incluye en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo en una cantidad del 1 al 20 por ciento en peso de la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 5 al 15 por ciento en peso de la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 8 al 13 por ciento en peso de la suspensión espesa de alimentación de cuerpo.

En las versiones de ejemplo de la invención, el compuesto de lúpulo se incluye en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 0,1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 0,1 al 5 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 0,1 al 2 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 0,1 al 1 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo.

La suspensión espesa de alimentación de cuerpo incluye preferiblemente otro ácido distinto del compuesto de lúpulo. Los ejemplos no limitantes del ácido incluyen ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido tánico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, y mezclas de los mismos. En las versiones de ejemplo de la invención, el ácido distinto del compuesto de lúpulo se incluye en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 0,5 al 15 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo, o del 1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa de alimentación de cuerpo.

En las versiones de ejemplo de la invención, la suspensión espesa de alimentación de cuerpo se añade a la bebida a filtrar en una cantidad del 0,1 al 5 por ciento en volumen de la bebida a filtrar, o del 0,5 al 2 por ciento en volumen de la bebida a filtrar, o del 0,75 al 1,25 por ciento en volumen de la bebida a filtrar.

Al filtrar una bebida de malta mediante el uso del sistema de filtración y el método según la invención descritos anteriormente, se incrementa la estabilidad del sabor de la bebida de malta. Entre otras cosas, la reducción de los iones metálicos solubles en cerveza, tales como cobre y hierro, en el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas prolonga el tiempo de conservación y mejora la estabilidad del sabor de la bebida de malta.

También es posible poner en contacto primero la tierra de diatomeas con un ácido de lúpulo y/o un ácido distinto del compuesto de lúpulo, y añadir después la tierra de diatomeas tratada a la suspensión espesa de prerrevestimiento o a la suspensión espesa de alimentación de cuerpo. Esta versión de la invención proporciona un método para reducir la cantidad de iones metálicos solubles en bebidas en un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas. El auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se pone en contacto con un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos. El auxiliar de filtración de tierra de diatomeas también se puede poner en contacto con un ácido distinto del compuesto de lúpulo. Los ejemplos no limitantes del ácido incluyen ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido

tartárico, ácido láctico, ácido tánico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, y mezclas de los mismos. Preferiblemente, el ácido distinto del compuesto de lúpulo entra en contacto con la tierra de diatomeas antes o simultáneamente con el compuesto de lúpulo. El auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se puede dispersar en una suspensión espesa antes de ponerlo en contacto con el compuesto de lúpulo y/o el ácido distinto del compuesto de lúpulo.

La tierra de diatomeas se puede poner en contacto con el ácido de lúpulo a una concentración del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas, o del 0,1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas, o del 0,1 al 5 por ciento en peso de la tierra de diatomeas, o del 0,1 al 2 por ciento en peso de la tierra de diatomeas, o del 0,1 al 1 por ciento en peso de la tierra de diatomeas. La tierra de diatomeas se puede poner en contacto con el ácido distinto del compuesto de lúpulo a una concentración del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas, o del 0,5 al 15 por ciento en peso de la tierra de diatomeas, o del 1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas.

Al filtrar una bebida de malta mediante el uso de la tierra de diatomeas tratada con un ácido de lúpulo y/o un ácido distinto del compuesto de lúpulo según la invención descrita anteriormente, se incrementa la estabilidad del sabor de la bebida de malta. Entre otras cosas, la reducción de los iones metálicos solubles en cerveza, tales como cobre y hierro, en el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas prolonga el tiempo de conservación y mejora la estabilidad del sabor de la bebida de malta.

La invención se ilustra adicionalmente en los siguientes Ejemplos, que se presentan con fines de ilustración y no de limitación.

Ejemplos

A. Desarrollo de tetrahidroiso-alfa-ácidos (THISO)/H₃PO₄ quelantes de Cu/Fe en tierra de diatomeas

Se estableció una filtración con tierra de diatomeas de laboratorio, en la que se combinaron en una operación dos suspensiones espesas de tierra de diatomeas para prerrevestimiento y alimentación de cuerpo. Antes de la filtración de la cerveza, se preparó un lecho de tierra de diatomeas sobre el papel de filtro vertiendo una suspensión espesa premezclada (premezclada durante 30 minutos) que contuvo 0,2 gramos de polvos gruesos de tierra de diatomeas, 0,2 gramos de polvos finos de tierra de diatomeas, y 15 mililitros de diluyente en un embudo Buchner unido a un matraz de succión. Posteriormente, se filtraron 100 mililitros de cerveza de reserva a través del lecho de tierra de diatomeas mediante succión a vacío en el matraz y se mezclaron con el filtrado previo.

Debido a que se ha descubierto que la degradación oxidativa es una causa de los sabores rancios en la cerveza, se han desarrollado métodos químicos analíticos para evaluar la estabilidad del sabor de la cerveza determinando la resistencia a la oxidación de la cerveza. Por ejemplo, la patente de EE.UU. n° 5.811.305 describe un método analítico para determinar la estabilidad del sabor de una bebida alcohólica fermentada mediante el uso de resonancia de espín electrónico (REE). Investigando el comportamiento de la formación de oxígeno activo (o radicales libres) al comienzo del deterioro oxidativo, es posible determinar con exactitud y predecir la estabilidad del sabor de una bebida alcohólica fermentada en el momento en el que pasa a ser un producto acabado. Por lo tanto, se determina el "Tiempo de Retardo REE", el método conocido para un experto en la técnica usado para ensayar los efectos antioxidantes en la cerveza. Los valores del tiempo de retardo se correlacionan parcialmente con el tiempo de conservación. Los valores mayores del tiempo de retardo indican un tiempo de conservación más largo (es decir, una estabilidad del sabor mejorada) de la cerveza. O se mide la intensidad de radicales libres mediante REE durante una auto-oxidación acelerada de la cerveza durante 150 minutos (denominado T150). El incremento del valor de T150 de una cerveza filtrada con tierra de diatomeas en comparación con una cerveza de reserva original sin filtrar (valor de referencia) corresponde al efecto negativo de la tierra de diatomeas sobre la cerveza. En otras palabras, cuanto menor es T150, más estable es el sabor de la bebida.

Para evaluar el tratamiento con tierra de diatomeas, se dispersaron compuestos de lúpulo [iso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos (THISO), humulona (alfa-ácido), o colupulona (beta-ácido)] y tierra de diatomeas en una disolución de KOH o agua destilada antes de la filtración. Los iso-alfa-ácidos incluyen los isómeros cis y trans de iso-humulona, iso-cohumulona, e iso-adhumulona. Los dihidroiso-alfa-ácidos incluyen los isómeros cis y trans de dihidroiso-humulona, dihidroiso-cohumulona, y dihidroiso-adhumulona. Los tetrahidroiso-alfa-ácidos incluyen los isómeros cis y trans de tetrahidroiso-humulona, tetrahidroiso-cohumulona, y tetrahidroiso-adhumulona. Los hexahidroiso-alfa-ácidos incluyen los isómeros cis y trans de hexahidroiso-humulona, hexahidroiso-cohumulona, y hexahidroiso-adhumulona. Los alfa-ácidos incluyen cohumulona, humulona, adhumulona, y los beta-ácidos incluyen colupulona, lupulona, y adlupulona. Una cerveza de reserva sin lúpulo envejecida se filtró a través de cada tierra de diatomeas tratada con ácidos de lúpulo, y se analizó el valor de T150 en la cerveza filtrada. La cerveza filtrada con tierra de diatomeas tratada mediante iso-alfa-ácidos o tetrahidro-iso-alfa-ácidos en agua destilada mostró de hecho un valor de T150 inferior que la cerveza filtrada con tierra de diatomeas sin tratar. Se seleccionaron los tetrahidroiso-alfa-ácidos (THISO) para una investigación adicional, ya que son inertes a la luz, de sabor estable, fácilmente disponibles, y proporcionan una mejora de la espuma y un amargor universal a la cerveza.

1. Tierra de diatomeas tratada con diversas concentraciones de THISO del 5%

Para determinar la relación entre la concentración de THISO y el valor de T150 REE, se filtró una cerveza de reserva (pH 3,4) con tierra de diatomeas tratada con 0,125 mililitros, 0,25 mililitros, y 0,5 mililitros de THISO del 5%, respectivamente. La Tabla 1 demuestra el efecto positivo de las concentraciones incrementadas de THISO en la tierra de diatomeas (TD) tratada en comparación con el valor de T150 de la cerveza filtrada con tierra de diatomeas sin tratar y la cerveza que no se filtró (valor de referencia) [es decir, % de incremento de T150 = $(T150_{\text{tierra de diatomeas}} - T150_{\text{referencia}}) / T150_{\text{referencia}} \times 100\%$]. La filtración con tierra de diatomeas sin tratar (T150 = 31.324) provoca un incremento de T150 del 100% o del doble (65.118). La adición de 0,5 mililitros de THISO a la tierra de diatomeas reduce el incremento de T150 al valor más bajo del 6,9%. El valor de T150 tiende a disminuir a medida que se incrementa la concentración de THISO. A una concentración de 0,5 mililitros de THISO, el valor de T150 alcanza un punto "Isorradical" o "IsoT150" (intensidad de radicales heredada, endógena, o basal) en el que el incremento del valor de T150 es prácticamente cero. En otras palabras, no hay una contribución de radicales activos por parte de la tierra de diatomeas a la cerveza. La tierra de diatomeas tratada con THISO se comportó tan bien o mejor que el polímero Divergan® HM para la reducción de metales pesados.

Tabla 1. Valores de T150 de cervezas de reserva filtradas con TD

Filtración con TD	T150 REE	% de incremento de T150
Cerveza de reserva sin filtrar con TD	31.324	valor de referencia
TD normal sin tratar	65.118	100
0,125 mL de THISO del 5%	48.667	55
0,25 mL de THISO del 5%	39.849	27
0,5 mL de THISO del 5%	33.473	6,9
Divergan HM + H ₃ PO ₄	38.639	23

2. Tierra de diatomeas tratada con THISO del 5% y H₃PO₄

En la Tabla 2, la REE confirma que el valor de T150 de la cerveza filtrada con tierra de diatomeas tratada con ácido fosfórico se incrementa cinco veces, y tiene el tiempo de retardo más corto en comparación con la cerveza de referencia. Se examinó la relación entre el valor de T150 y la concentración de THISO en la tierra de diatomeas tratada con ácido. La Tabla 2 muestra que los valores de T150 de la cerveza filtrada con THISO y tierra de diatomeas tratada con ácido fosfórico no se incrementan drásticamente en comparación con la cerveza de reserva sin tratar con TD (valor de referencia) cuando el volumen añadido de THISO es de 0,2-0,5 mililitros. La HPLC indica que se infunde un nivel bajo (1,3 ppm) de THISO a los productos acabados, lo que se podría compensar usando menos lúpulo o para la mejora de la calidad de la espuma. Se disminuye cualquier problema de turbidez y de espuma excesiva.

Tabla 2. Resultados preliminares de T150 y HPLC para las cervezas de reserva

Tratamiento con TD	T150 REE	Tiempo de retardo (min)	Hidrolúpulo en la cerveza (ppm)
Sin TD	33.273	85	0,11
H ₃ PO ₄ + sin TD	41.092	85	
TD sin tratar	65.779	76	
TD tratada con H ₃ PO ₄	169.279	38	0,16
0,1 mL de THISO + H ₃ PO ₄	41.128	85	1,3
0,2 mL de THISO + H ₃ PO ₄	36.527	85	
0,5 mL de THISO + H ₃ PO ₄	30.083	89	1,3

Uno de los contribuyentes principales al incremento del valor de T150 en la cerveza es el Cu/Fe soluble hallado en la tierra de diatomeas usada en el proceso de producción de cerveza. Para correlacionar las trazas de Cu/Fe con el valor de T150, se usó la absorción atómica (AA) para el análisis de las trazas de Cu/Fe en tres cervezas filtradas diferentes: tierra de diatomeas sin tratar, tierra de diatomeas tratada con H₃PO₄, y tierra de diatomeas tratada con THISO / H₃PO₄. Estos datos (Tabla 3) proporciona una percepción valiosa en la relación fundamental entre las trazas de Cu/Fe y el

valor de T150. La Tabla 3 demuestra que el incremento del valor de T150 se correlaciona directamente con las concentraciones de Cu/Fe soluble. El mayor valor de T150 corresponde a la mayor concentración de Cu/Fe, que se halla en la cerveza filtrada con tierra de diatomeas tratada con H_3PO_4 . De forma similar, el menor valor de T150 corresponde a la menor concentración de Cu/Fe, que se halla en la cerveza filtrada con TD tratada con THISO / H_3PO_4 . Este sugiere que la disminución del valor de T150 de la cerveza filtrada se puede atribuir a la unión de Cu/Fe con THISO en la matriz de la tierra de diatomeas.

Tabla 3. AA para cervezas filtradas con TD

Tratamiento con TD	Cu (mg/L)	Fe (mg/L)	T150 REE
TD sin tratar	0,009	0,050	65.770
H_3PO_4	0,033	3,500	169.279
0,1 mL de THISO + H_3PO_4	0,008	0,036	41.128

3. Investigación de THISO y H_3PO_4

Un gran efecto sinérgico entre H_3PO_4 y THISO retiene el Cu/Fe en la tierra de diatomeas. Para minimizar el valor de T150 de la cerveza filtrada con tierra de diatomeas, se determinaron las concentraciones de THISO y H_3PO_4 para el tratamiento de la tierra de diatomeas. El valor de T150 de la cerveza filtrada mediante tierra de diatomeas en función de THISO o H_3PO_4 se resume en las Tablas 4A, 4B y 5. Con H_3PO_4 constante, las concentraciones de THISO entre 0,5 mililitros y 0,05 mililitros reducen el incremento del valor de T150 del 0% al 50%.

Tabla 4A. Evaluación de la concentración de THISO (H_3PO_4 constante)

Tratamiento con TD	T150 REE	% de incremento de T150
Sin TD (reserva original) + H_3PO_4	33.331	valor de referencia
TD sin tratar	82.339	147
0,5 mL de THISO + H_3PO_4	31.429	0
0,2 mL de THISO + H_3PO_4	37.138	11
0,1 mL de THISO + H_3PO_4	46.797	50
0,08 mL de THISO + H_3PO_4	49.407	48
0,06 mL de THISO + H_3PO_4	44.523	34
0,0525 mL de THISO + H_3PO_4	49.821	49
0,045 mL de THISO + H_3PO_4	60.351	81
0,0375 mL de THISO + H_3PO_4	64.040	92
0,03 mL de THISO + H_3PO_4	93.132	179
0,01 mL de THISO + H_3PO_4	160.508	382

Tabla 4B. Evaluación de THISO (H_3PO_4 constante)

Tratamiento con TD	T150 REE	% de incremento de T150
Reserva original + H_3PO_4	33.331	valor de referencia
TD sin tratar + H_3PO_4	175.398	426
0,1 mL de THISO + H_3PO_4	38.054	14

0,085 mL de THISO + H ₃ PO ₄	32.883	0
0,075 mL de THISO + H ₃ PO ₄	43.311	30
0,05 mL de THISO + H ₃ PO ₄	49.625	49
0,025 mL de THISO + H ₃ PO ₄	114.366	243
0,01 mL de THISO + H ₃ PO ₄	145.003	335

A una concentración de THISO constante, las cantidades variables de H₃PO₄ 2 N añadidas de 0,3 mililitros a 0,55 mililitros no muestran un efecto significativo sobre el valor de T150 (véase la Tabla 5). No hay una diferencia significativa entre el ácido sulfúrico 2 N y el ácido fosfórico 2 N. En condiciones ácidas, sin embargo, todavía se halla una pequeña cantidad (1,3 - 2,1 ppm) de THISO infundida en la cerveza filtrada mediante un análisis de HPLC.

Tabla 5. Evaluación de H₃PO₄ 2 N con 0,05 mL de THISO del 5%

Tratamiento con TD	T150 REE/PBN	% de incremento de T150	THISO en la cerveza (ppm)
Control sin TD	32.372	valor de referencia	0,11
TD sin tratar	83.208	157	
0,3 mL de H ₃ PO ₄ 2 N	50.189	55	1,67
0,35 mL de H ₃ PO ₄ 2 N	52.137	61	1,48
0,40 mL de H ₃ PO ₄ 2 N	47.423	46	1,77
0,45 mL de H ₃ PO ₄ 2 N	56.774	75	2,20
0,50 mL de H ₃ PO ₄ 2 N	49.121	52	2,21
0,55 mL de H ₃ PO ₄ 2 N	50.606	56	1,96

En resumen, se adoptó una fórmula de dispersar 0,4 g de tierra de diatomeas (combinación de prerrevestimiento y alimentación de cuerpo) con 0,05 mililitros (alrededor de 0,05 gramos) de THISO del 5% y 0,4 mL de H₃PO₄ 2 N en 15 mililitros de diluyente por 100 mililitros de cerveza de reserva. A una concentración de 0,05 mililitros de THISO, la fórmula puede inhibir al menos un 50% del incremento del valor de T150.

4. Evaluación de la capacidad de la tierra de diatomeas tratada con THISO / H₃PO₄

Para reducir el coste de THISO, se maximizó la filtrabilidad de la tierra de diatomeas tratada (especial) y la tierra de diatomeas sin tratar (control) mediante tres repeticiones, es decir, se filtraron tres volúmenes consecutivos de cerveza de reserva (3x100 mililitros). En cada cerveza filtrada se analizó el valor de T150 y UTF (Unidad de Turbidez Forzada) para la claridad. La Figura 1 demuestra que los valores de T150 permanecen inalterados después del uso repetido de la tierra de diatomeas, independientemente de si es tierra de diatomeas tratada o sin tratar. Por otra parte, no es soluble más Cu/Fe en la tierra de diatomeas en la cerveza después de la primera filtración. Sin embargo, la Tabla 6 indica que ambas tierras de diatomeas se hacen menos eficaces, y ambas cervezas se hacen menos claras después de la 3ª filtración. Por lo tanto, la tierra de diatomeas tratada pudo filtrar más volúmenes de cerveza con un valor de T150 sostenido y con menos coste.

Tabla 6. Claridad de la cerveza (UTF) de la filtración primaria consecutiva

	TD sin tratar	TD tratada
1ª filtración primaria	236	256
2ª filtración primaria	248	253
3ª filtración primaria	307	320

B. Validación de la tierra de diatomeas tratada con THISO /H₃PO₄

Para ensayar la eficacia de la tierra de diatomeas tratada, se llevó a cabo un ensayo de ampliación de la escala. La fórmula anterior se validó, y en cada etapa se midió en las muestras de cerveza el valor de T150 REE y el Cu/Fe soluble. Se dividió una reserva sin lúpulo FDF (final de fermentación) (10 bbl) en dos porciones iguales. Cada porción (5 bbl) siguió la misma filtración primaria, envejecimiento, filtración final, y envasado. El control usó TD sin tratar, y el especial usó tierra de diatomeas tratada con THISO /H₃PO₄. Los resultados de las espectrometrías de absorción atómica/plasma acoplado inductivamente (AA/ICP) para las trazas de Cu/Fe se resumen en la Tabla 7 y se representan en las Figuras 2A y 2B.

Tabla 7. Análisis de trazas de metales de la cerveza procesada y acabada

	Filtración con TD	Cu (µg/L) AA/ICP	Fe (µg/L) AA/ICP	BU	SO ₂ (mg/L)
Reserva de alimentación	nada	39/40,1	0,0/64,1		
1 ^{er} Control	1° con TD sin tratar	45/39,6	31/82,1		
1° Especial	1° con TD tratada	40/38,8	0,0/76,7		
Envejecimiento del control		39/42,2	28/105		
Envejecimiento del especial		37/38,0	0,0/91,4		
Control liberado para envasado	Final con TD sin tratar	32/32,8	22/96,1		
Especial liberado para envasado	Final con TD tratada	47/34,6	0,0/57,9		
Control envasado		29/37,1	25/92,0	7,40	3,0
Especial envasado		43/26,3	12/73,6	9,8	3,0

Las Figuras 2A y B representan las distribuciones de trazas de Cu/Fe (ppb) frente a las diversas etapas de las muestras de cerveza mediante AA e ICP, respectivamente. Tanto AA como ICP indican que Cu parece tener menos impacto y ser más constante en todas las etapas. Sin embargo, ICP muestra una sensibilidad mayor hacia Fe que AA. En comparación con la reserva de alimentación, ICP detecta el incremento de Fe en el control y en el especial después de la filtración primaria, el envejecimiento, y el envasado, pero indica solamente un incremento en el control después de la filtración final. No se observa un incremento en el especial. El tratamiento con TD no parece afectar al Fe en la filtración primaria, pero muestra eficacia en la filtración final (Figura 2B). Se observa que la AA menos sensible parece ser capaz de medir solamente un incremento neto de Fe, mientras la ICP mide las concentraciones totales de Fe con más exactitud en todas las cervezas. Se observa que el Fe se incrementa durante los procesos de envejecimiento y envasado. Estos incrementos no se correlacionan con el uso de TD, y se podrían deber a desviaciones del equipo o del proceso.

Los análisis en las muestras del valor de T150 y del tiempo de retardo se representan en las Figuras 3 y 4 para un ensayo (marcado MVB). Claramente, el valor de T150 y los tiempos de retardo de todos los especiales procesados son comparables con la reserva original a un aumento del valor de T150 de cero neto, que alcanza un punto "Isorradical" o "IsoT150". En contraste, todos los controles respectivos muestran un valor de T150 mayor y tiempos de retardo más cortos. Se muestra claramente la correlación entre el valor de T150 y Cu/Fe.

Finalmente, una representación del contenido de trazas de Cu y Fe frente a los valores de T150 de la cerveza de control (Figura 5) muestra una relación entre el valor de T150 y Fe, pero Cu no parece tener un impacto mayor que Cu sobre la formación de radicales libres (valor de T150). El ensayo MVB muestra que la fórmula THISO/H₃PO₄ es eficaz para prevenir que el Fe soluble de la tierra de diatomeas pase a la cerveza.

C. Evaluación de la oxidación sensorial del ensayo

La correlación entre los valores de T150 y la evaluación sensorial se estableció como sigue. Se emprendió un estudio para analizar el impacto del tratamiento con THISO de la suspensión espesa de tierra de diatomeas sobre la estabilidad del sabor de la cerveza de ensayo. Se evaluaron dos muestras: C1 fue una cerveza preparada de control; y S1 fue una cerveza especial filtrada con THISO y tierra de diatomeas tratada con ácido fosfórico.

Las muestras se almacenaron a 29 °C (85° F) y 0 °C (32° F) durante 4, 8 y 12 semanas. En cada periodo de ensayo,

se evaluó la oxidación en cada muestra especial S1 de 29 °C (85° F) frente a la muestra de control C1 de 29 °C (85° F). Además, cada muestra S1 y C1 de 29 °C (85° F) se evaluó frente a una muestra S1 y C1 de 0 °C (32° F) correspondiente para obtener los índices de oxidación absolutos. Las puntuaciones medias se basan en una escala lineal de 24 puntos en la que 1 < débil y 24 > fuerte.

- 5 Los resultados se muestran en las Tablas 8, 9, 10 y 11.

Tabla 8

Resultados de SO ₂ Y REE			
Muestra	SO ₂ (ppm)	Tiempo de retardo REE	T150 REE
C1	3,0	64	79528
S1	3,0	76	63741

Tabla 9

C1 de 29 °C (85° F) frente a S1 de 29 °C (85° F)		
Semana	Muestra	Media
4	C1	4,5
	S1	5,1
8	C1	7,4
	S1	5,7
12	C1	7,8
	S1	5,5

10

Tabla 10

Muestra C1: 0 °C (32° F) frente a 29 °C (85 °F)		
Semana	Muestra	Media
4	0 °C (32 °F)	4,6
	29 °C (85 °F)	6,5
8	0 °C (32 °F)	4,4
	29 °C (85 °F)	8,4
12	0 °C (32 °F)	4,5
	29 °C (85 °F)	9,5

Tabla 11

Muestra S1: 0 °C (32° F) frente a 29 °C (85° F)		
Semana	Muestra	Media
4	0 °C (32 °F)	4,4
	29 °C (85 °F)	6,1
8	0 °C (32 °F)	4,4
	29 °C (85 °F)	7,6
12	0 °C (32 °F)	4,6
	29 °C (85 °F)	8,6

Así, la cerveza especial filtrada con tierra de diatomeas tratada con THISO y ácido fosfórico desarrolló significativamente menos oxidación que el control en la semana 8 y 12 al almacenarla a 29 °C (85 °F). El análisis REE también mostró una estabilidad del sabor mejorada con el especial filtrado con la tierra de diatomeas tratada con THISO y ácido fosfórico en comparación con el control.

Conclusión

La tierra de diatomeas contiene niveles significativos de cobre y hierro en diversas formas, de las cuales una o más pueden ser solubles en la cerveza a filtrar, y tienen un efecto perjudicial sobre la estabilidad del sabor o el tiempo de conservación de la cerveza. La reducción del cobre y hierro solubles en cerveza en la tierra de diatomeas puede prolongar el tiempo de conservación y/o mejorar la estabilidad del sabor. Se descubrió que los iso-alfa-ácidos y tetrahidroiso-alfa-ácidos se unen a los iones metálicos de cobre y hierro y/o cambian la forma del cobre y del hierro en la tierra de diatomeas, de forma que el cobre y el hierro se vuelven sustancialmente insolubles en la cerveza. Mediante el uso de H_3PO_4 y tetrahidroiso-alfa-ácidos, el H_3PO_4 facilita la liberación y quelación del cobre y del hierro con tetrahidroiso-alfa-ácidos, y los confina en la matriz de tierra de diatomeas, lo que conduce a una estabilidad del sabor mejorada y/o un tiempo de conservación más largo de la cerveza.

Sin pretender limitarse por la teoría, se cree que el grupo funcional tri-ceto de las estructuras de los compuestos principales amargantes del lúpulo (iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, o beta-ácidos) quelan diversos iones metálicos tales como Mg^{++} , Ca^{++} , Fe^{++} , Fe^{+++} , Co^{++} , Ni^{++} , K^+ , Cu^+ o Na^+ . Se cree que estos grupos funcionales son un posible sitio de unión para los iones de cobre y hierro en la tierra de diatomeas. Los ejemplos demuestran una aproximación nueva para liberar y unir iones metálicos de cobre y hierro en la tierra de diatomeas facilitada por los compuestos amargantes del lúpulo y H_3PO_4 . Los Ejemplos demuestran el resultado del tratamiento con tetrahidroiso-alfa-ácidos y H_3PO_4 en la inhibición del valor de T150 REE con PBN (fenil-terc-butil nitrona, un atrapador de espín para radicales libres) y la reducción de las trazas de Cu/Fe mediante absorción atómica (AA) / plasma acoplado inductivo (ICP) en cerveza.

En condiciones ácidas mediante el uso de ácido fosfórico, el tetrahidroiso-alfa-ácido proporciona un efecto más intenso de unión y retención de cobre y hierro en la tierra de diatomeas frente a los pHs inferiores. Impide que el cobre y el hierro se transfieran a la cerveza durante la filtración. Se cree que el ácido fosfórico facilita la liberación de los iones de cobre y hierro para que interaccionen con los tetrahidroiso-alfa-ácidos de la matriz de tierra de diatomeas. Como resultado, no hay un incremento en la formación de radicales libres (expresado mediante el valor de T150 REE/PBN y el tiempo de retardo) o la concentración de iones de cobre y hierro en la cerveza tras la filtración con tierra de diatomeas. Esto es coherente con una percepción sensorial inferior de oxidación, que conduce a una estabilidad del sabor mejorada o un tiempo de conservación más largo de la cerveza.

Así, la presente invención proporciona un método para mejorar la estabilidad del sabor de una bebida de malta fermentada. El método reduce o elimina los sabores rancios indeseables que se desarrollan durante el almacenamiento prolongado de las bebidas de malta fermentadas, tales como la cerveza y la de tipo ale. Se cree que el sabor rancio que se da en la cerveza rancia surge de la oxidación mediada por radicales libres de diversos constituyentes de la cerveza. Se cree que el olor y sabor característicos están provocados por los productos de descomposición del proceso de radicales libres. La presente invención reduce la cantidad y/o la formación de radicales libres en el producto acabado de bebida de malta fermentada limitando el cobre y el hierro en la matriz de la tierra de diatomeas. De manera específica, no hay un incremento, o es menor, de los iones de cobre y hierro tras la filtración

primaria y final, lo que conduce a una estabilidad del sabor mejorada y/o un tiempo de conservación más largo de la cerveza.

- 5 Aunque la invención se ha descrito con un detalle considerable con referencia a ciertas realizaciones, un experto en la técnica apreciará que la presente invención se puede poner en práctica mediante otras realizaciones distintas de las descritas, que se han presentado con fines de ilustración y no de limitación. Por lo tanto, el alcance de las reivindicaciones adjuntas no se debería limitar a la descripción de las realizaciones contenidas en la presente memoria.

REIVINDICACIONES

1. Un método para reducir la cantidad de iones metálicos solubles en bebidas en un auxiliar de filtración de tierra de diatomeas, y el método comprende:
5 poner en contacto el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas con un compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos.
2. El método de la reivindicación 1 en el que:
el auxiliar de filtración de tierra de diatomeas se dispersa en una suspensión espesa, y
el compuesto de lúpulo se añade a la suspensión espesa en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa.
- 10 3. El método de la reivindicación 2 en el que:
la suspensión espesa incluye un ácido distinto del compuesto de lúpulo, y
el ácido se selecciona del grupo que consiste en ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido nítrico, ácido tartárico, ácido láctico, ácido tánico, ácido acético, ácido oxálico, ácido cítrico, y mezclas de los mismos.
4. El método de la reivindicación 3 en el que:
15 el compuesto de lúpulo se selecciona de tetrahidroiso-alfa-ácidos, y el ácido es ácido fosfórico, en el que
la suspensión espesa incluye ácido fosfórico en una cantidad del 0,1 al 20 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la suspensión espesa.
5. El método de la reivindicación 2 en el que:
20 la suspensión espesa incluye la tierra de diatomeas en una cantidad del 1 al 20 por ciento en peso de la suspensión espesa.
6. El método de la reivindicación 1 en el que:
los iones metálicos solubles en bebidas se seleccionan de cobre, hierro y mezclas de los mismos.
7. El método de la reivindicación 2 que comprende además la etapa de:
poner en contacto un elemento de filtración con la suspensión espesa, por lo que se deposita una capa de tierra de
25 diatomeas sobre el elemento de filtración; y
hacer pasar una bebida a través de la capa de tierra de diatomeas sobre el elemento de filtración para filtrar la bebida.
8. El método de la reivindicación 7 que comprende además:
añadir una segunda suspensión espesa a la bebida antes de hacer pasar la bebida a través de la capa de tierra de
30 diatomeas sobre el elemento de filtración, en el que la segunda suspensión espesa incluye tierra de diatomeas y un
compuesto de lúpulo seleccionado de iso-alfa-ácidos, dihidroiso-alfa-ácidos, tetrahidroiso-alfa-ácidos, hexahidroiso-
alfa-ácidos, alfa-ácidos, y beta-ácidos.
9. El método de la reivindicación 8 en el que:
la tierra de diatomeas de la suspensión espesa de prerrevestimiento tiene un primer tamaño medio de partículas, y
la tierra de diatomeas de la segunda suspensión espesa tiene un segundo tamaño medio de partículas más pequeño
35 que el primer tamaño medio de partículas, y
el compuesto de lúpulo se incluye en la segunda suspensión espesa en una cantidad del 0,1 al 10 por ciento en peso de la tierra de diatomeas en la segunda suspensión espesa.

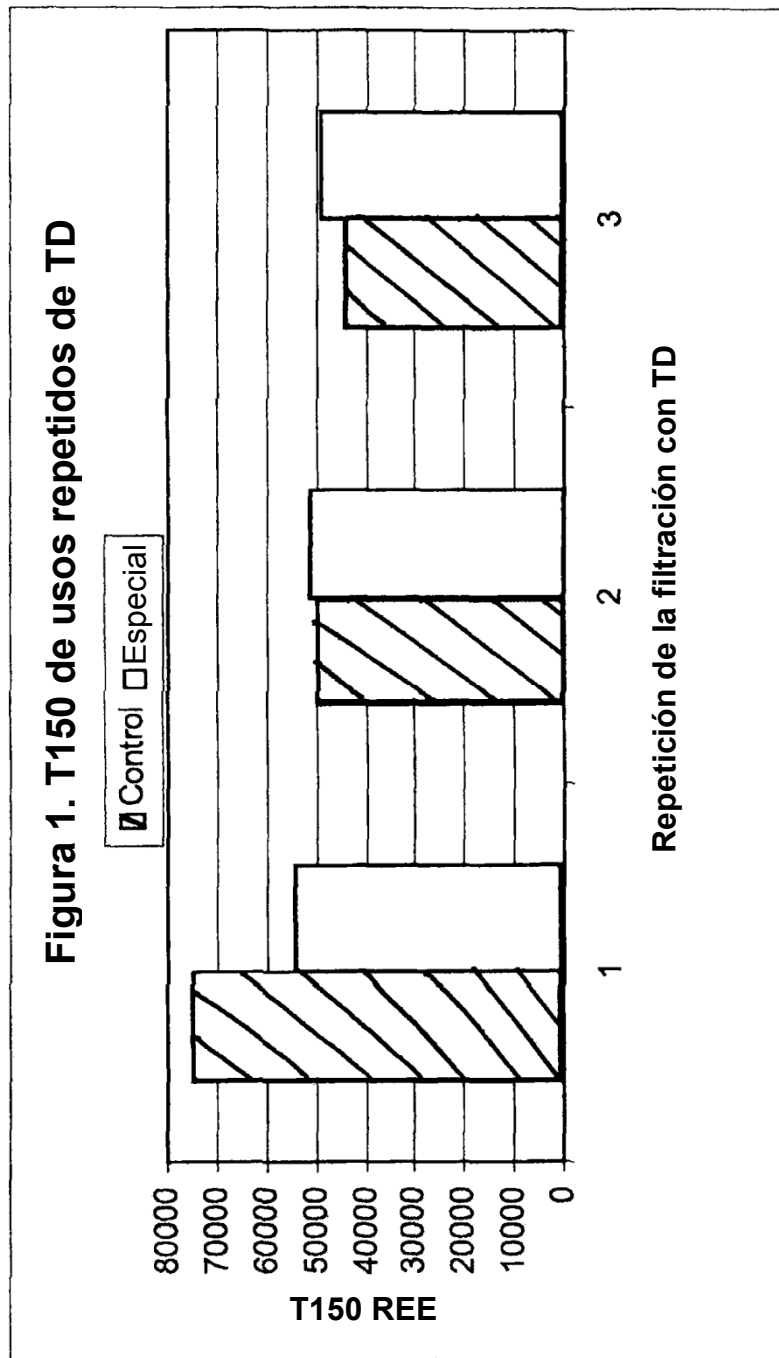


Figura 2A. AA para trazas de Cu/Fe en cerveza procesada y acabada

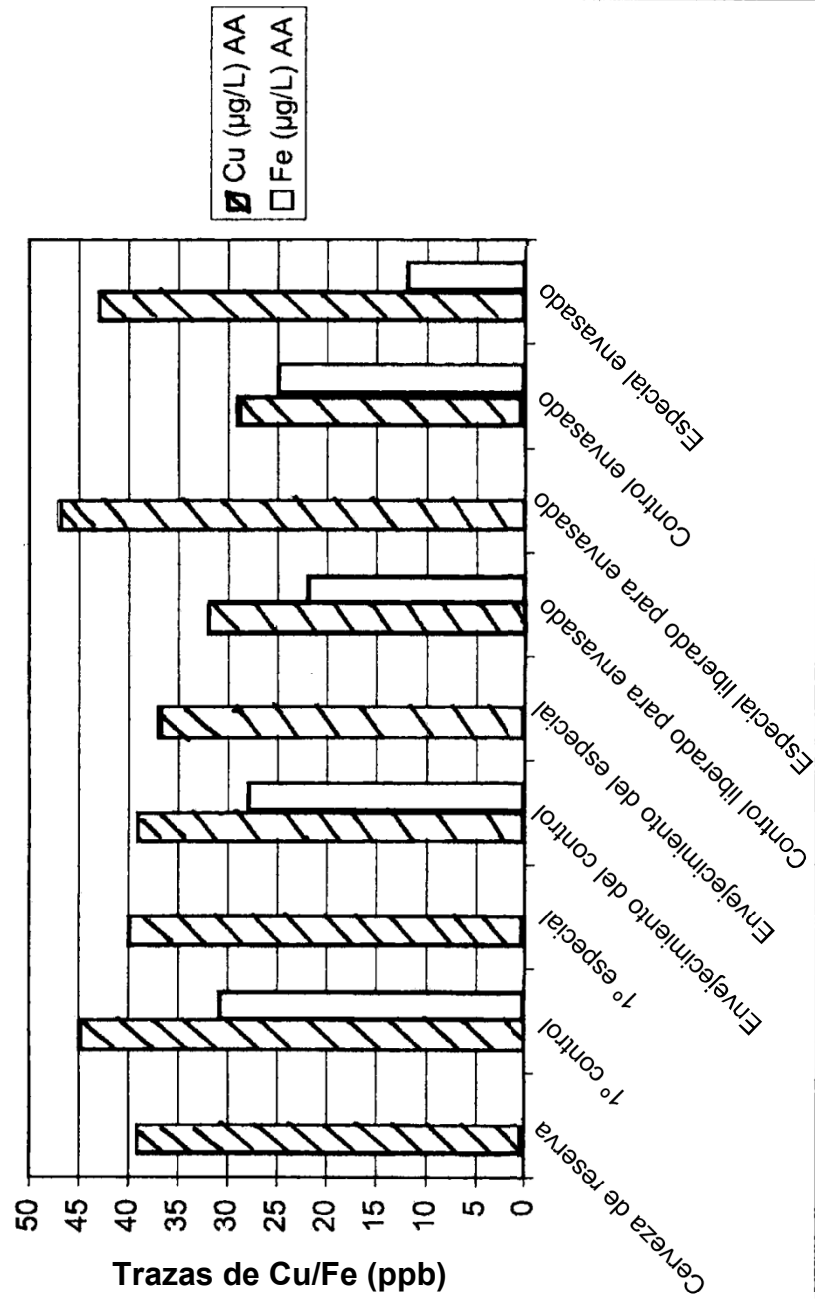


Figura 2B. ICP para trazas de Cu/Fe en cerveza procesada y acabada

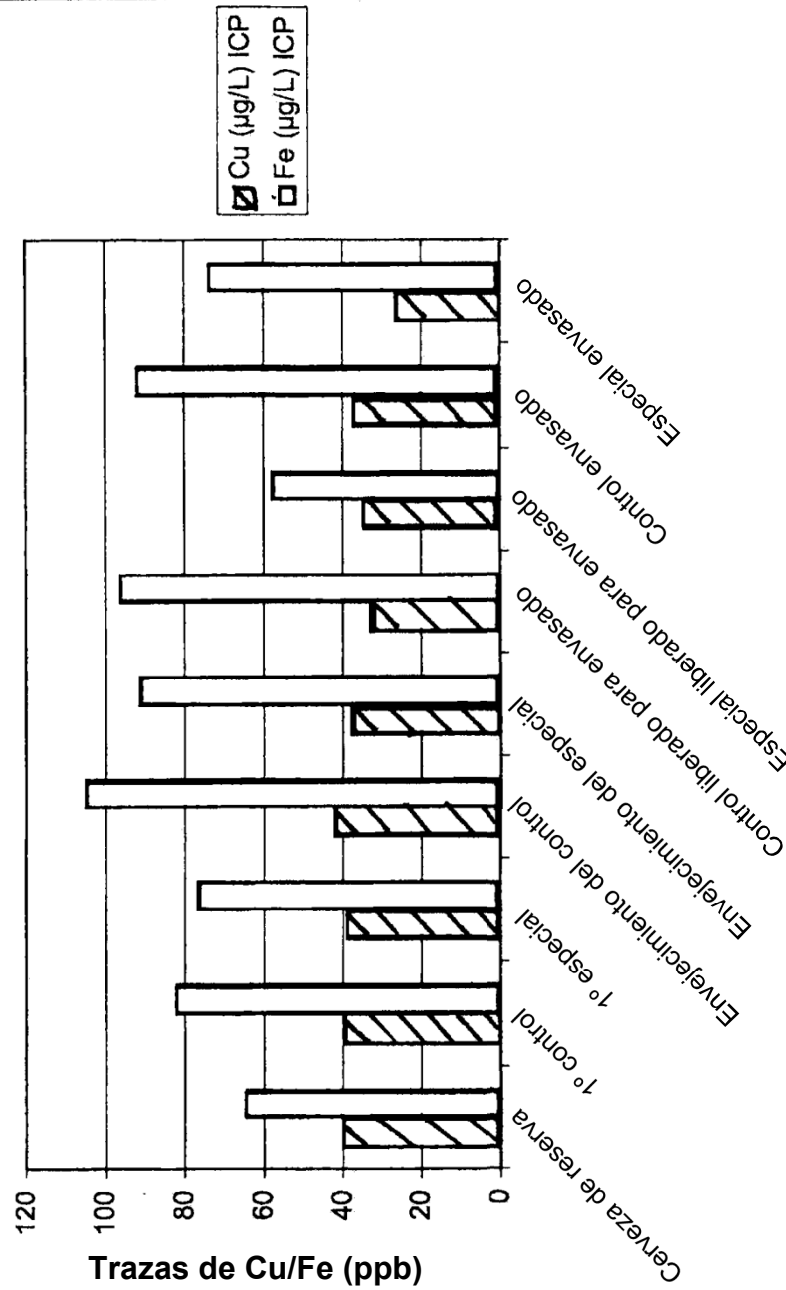


Figura 3. Ensayo MVB – TD tratada con THSO/H₃PO₄ frente a TD sin tratar

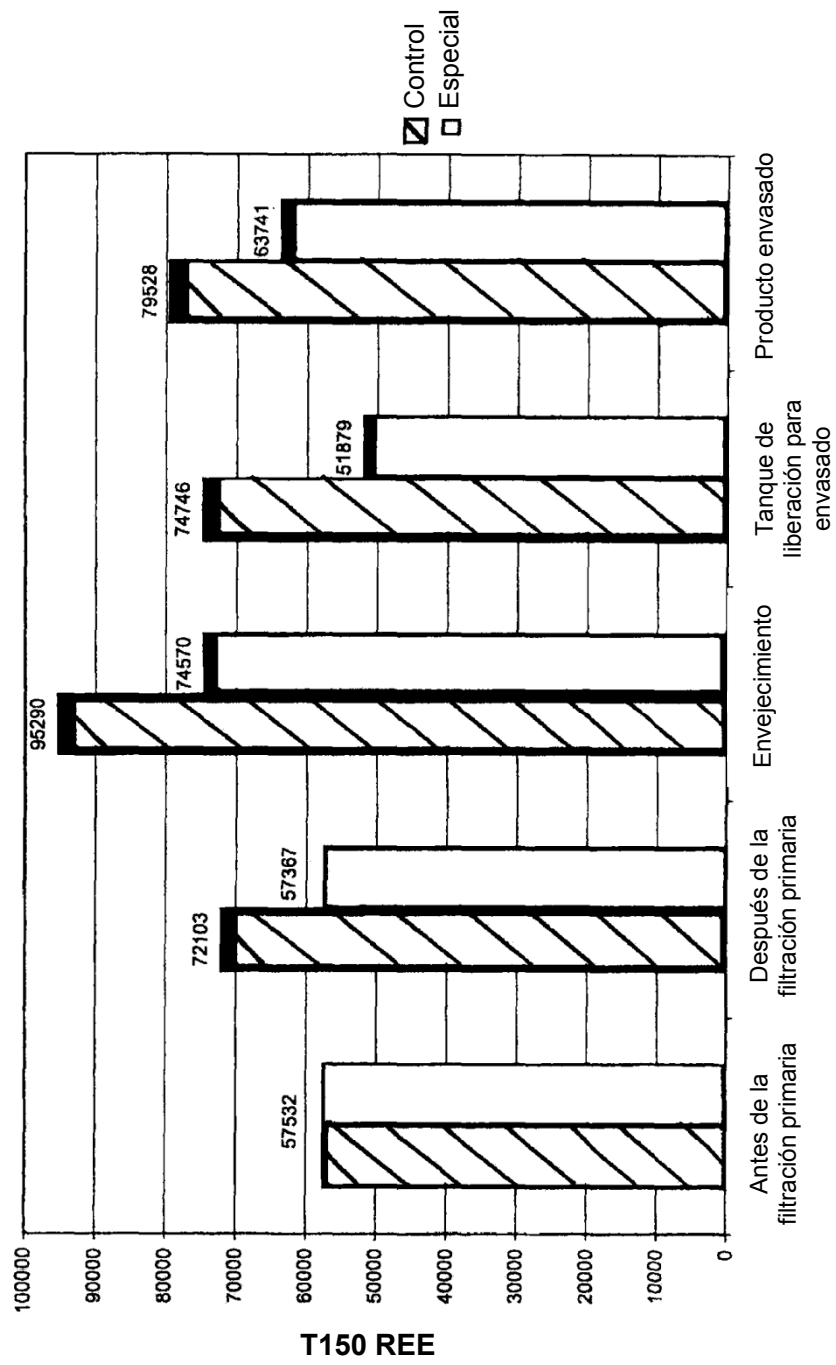


Figura 4. Ensayo MVB – TD tratada con $\text{THISO}/\text{H}_3\text{PO}_4$ frente a TD sin tratar

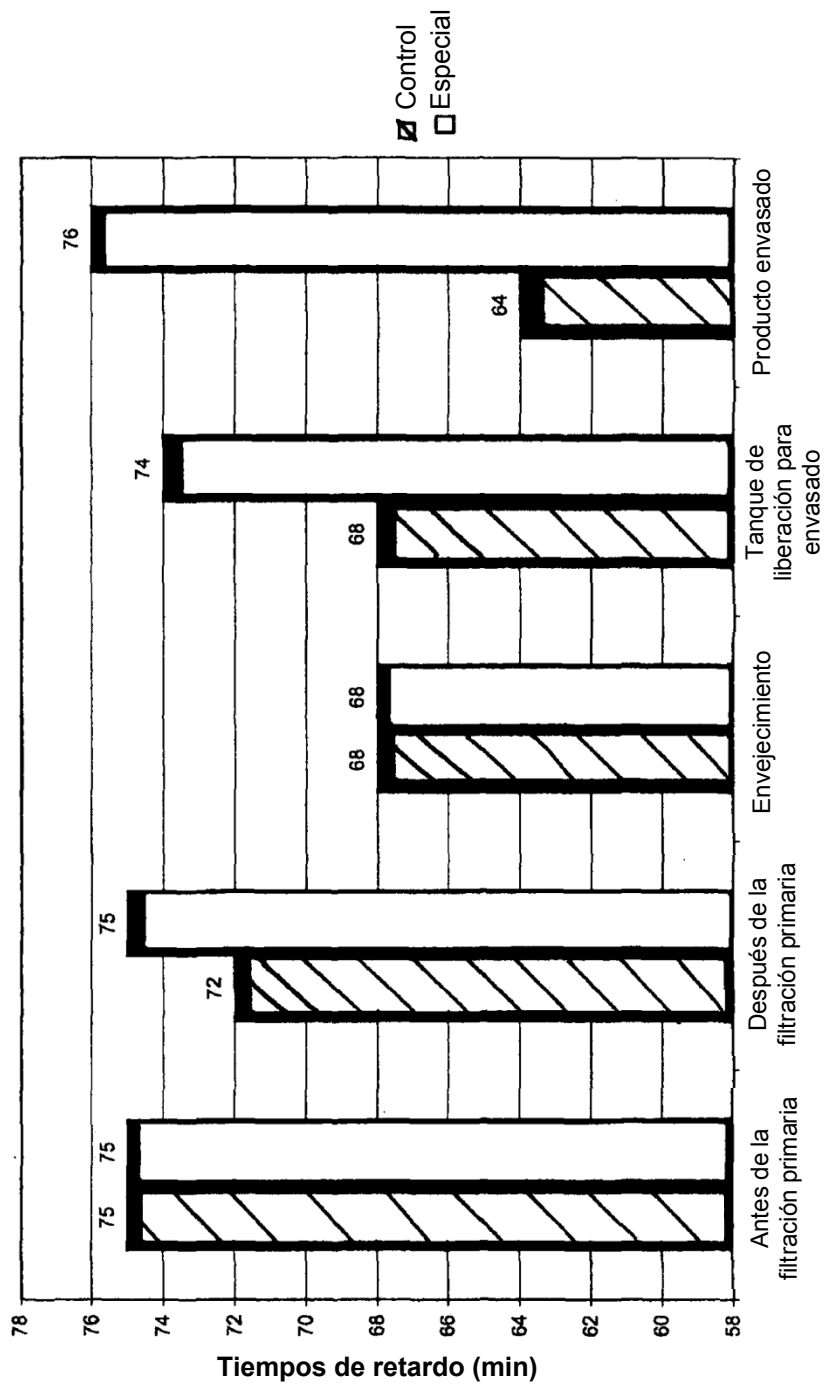
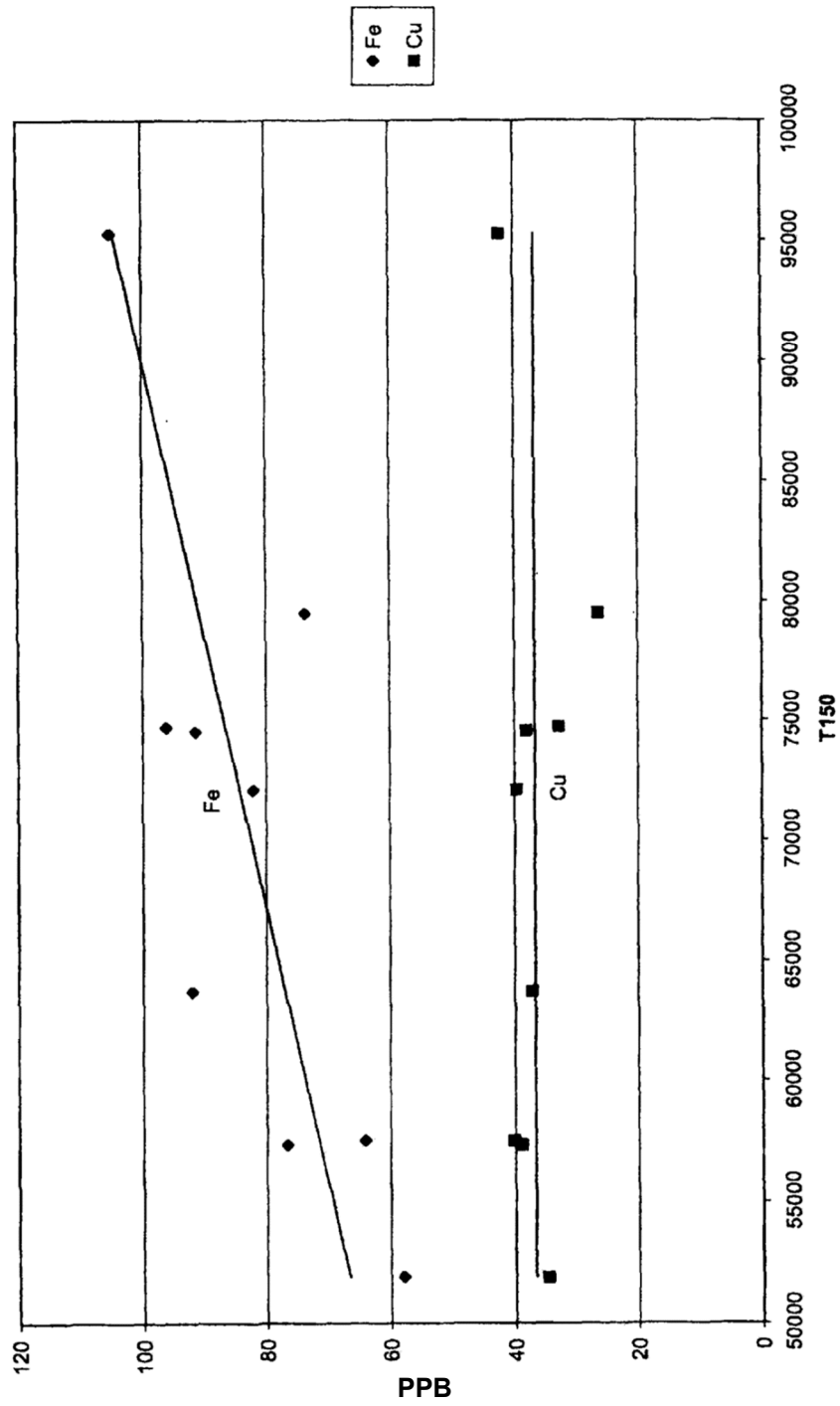


Figura 5. T150 frente a contenido de iones de Cu/Fe



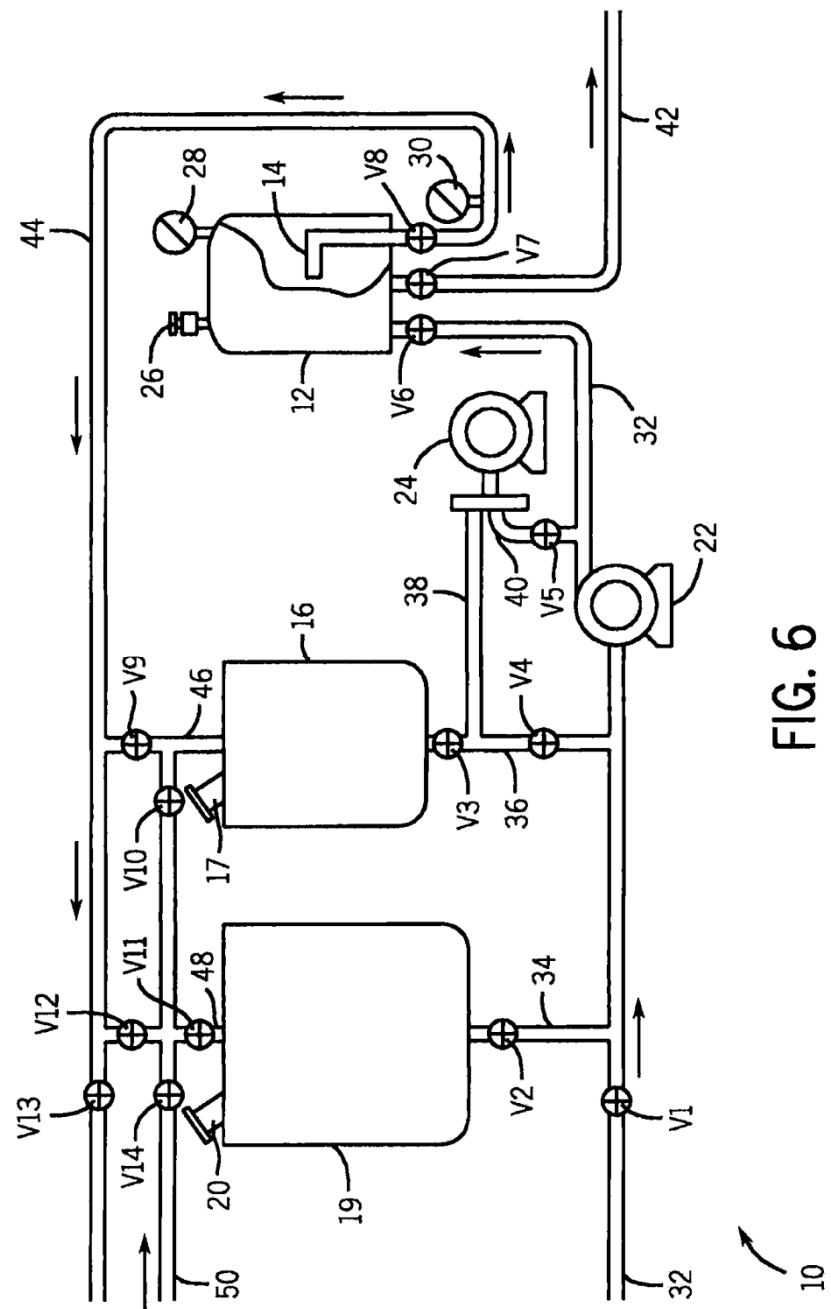


FIG. 6