

36. Országos Tudományos Diákköri Konferencia (OTDK)

2023. tavasz

A hidegkomlózási módszer hatásának vizsgálata a mircén oldódási hatásfokára

Szerző:

Ambrus (szül. Ferencz) Ágota

Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Csíkszeredai Kar, Fenntartható Biotechnológiák
Mesteri szak, II. év

Témavezető:

Dr. Salamon Rozália Veronika, egyetemi docens

Sapientia Erdélyi Magyar Tudományegyetem, Csíkszeredai Kar, Élelmiszertudományi Tanszék,
Csíkszereda

Tankó György, PhD hallgató

Magyar Agrár- és Élettudományi Egyetem, Élelmiszertudományi Doktori Iskola, Budapest

2021

Tartalom

I. Bevezető	5
II. Célkitűzés	6
III. Irodalmi összefoglalás	7
3.1. A komlók általános jellemzése.....	7
3.2. A komló összetevői.....	7
3.2.1. Alfa és béta-savak.....	7
3.2.2. Illóolajok:.....	7
3.2.3. A komló más összetevői (polifenol és kén-tartalmú vegyületek).....	9
3.3. A komló szerepe a sörkészítésben.....	9
3.4. Komlózási eljárások	10
3.4.1. Első cefre komlózás (First Wort Hops - FWH).....	10
3.4.2. Keserűkomlózás (Forralás elején)	11
3.4.3. Aromakomlózás.....	11
3.4.4. Whirlpool komlózás ("Örvénykád" komlózás)	11
3.4.5. Késői komlózás.....	11
3.4.6. Hidegkomlózás és hidegkomlózási módszerek	12
3.5. Hidegkomlózást befolyásoló tényezők.....	15
3.6. A mircén meghatározására alkalmas analitikai módszerek.....	16
3.6.1. GC-FID elemzés.....	16
3.6.2. GC-MS.....	16
3.6.3. HS-GC-MS	16
IV. Anyag és módszertan	17
4.1. Az alkalmazott hidegkomlózási módszer.....	20
4.2. Minta előkészítés.....	20

4.3. A legfontosabb fizikai és kémiai paraméterek meghatározására alkalmazott módszerek	21
4.4. A mircén meghatározása Headspace GC-FID gázkromatográfiás módszerrel	21
4.4.1. Kalibrációkészítés.....	22
V. Eredmények kiértékelése	24
5.1. Fiziko-kémiai paraméterek eredményeinek bemutatása és értékelése	24
5.1.1. A fiatal sör fiziko-kémiai eredményei	24
5.1.2. A keserőségi fok változása a hidegkomlózás során.....	25
5.1.3. A pH változása a hidegkomlózás során	25
5.1.4. A CO ₂ koncentráció változása a hidegkomlózás során	26
5.1.5. Az alkohol és az extrakt tartalom változása a hidegkomlózás során.....	26
5.1.6. A sűrűség változása a hidegkomlózás során.....	26
5.2. A mircén koncentrációjának változás az idő függvényében	27
5.3. Az oldódási határfok és az oldódási sebesség állandójának meghatározása	28
5.4. A végtermék fiziko-kémiai tulajdonságai	31
VI. Következtetések.....	32
VII. Irodalomjegyzék.....	33
VIII. Köszönetnyilvánítás	36

Kivonat

Az utóbbi években az IPA (Indian Pale Ale) sörök készítése és előállításukhoz alkalmazott hideg komlózási módszerek, különösen kis sörfőzdékben, egyre népszerűbbé váltak. A hideg komlózás egy összetett és kifinomult módszer, de éppen ez teszi a kézműves sörfőzők kiemelkedően hatékony módszerévé és kiemeli a terméket a többi ipari sörök közül. Napjainkban az empirikus tapasztalat a legfontosabb tényező a komló típusának megválasztásában és annak adagolásában, és még mindig keveset tudunk a komlóanyagok transzfer sebességéről, amely a hidegkomlózási módszerek ipari alkalmazását korlátozza.

Kutatásunk során vizsgáltuk a komló illó komponenseinek legnagyobb mennyiségben jelenlévő mircén oldódási hatásfokát és oldódási sebességét egy általunk kidolgozott módosított hidegkomlózási módszer alkalmazásával. A mircén meghatározására HeadSpace GC-FID gázkromatográfiás módszert alkalmaztunk. Az eredmények statisztikai értékeléséhez minden mintából három párhuzamos analízist végeztünk. A méréseink azt igazolják, hogy az általunk kidolgozott hidegkomlózási módszer hatékonysága közel azonos a szakirodalomban megtalálható adatokkal. Megfigyeléseink szerint a mircén a hidegkomlózás 34. órájában érte el a maximális koncentrációt (0,301 mg/l), ez után folytonos csökkenés volt tapasztalható.

I. Bevezető

Az utóbbi években az IPA (Indian Pale Ale) sörök készítése és előállításukhoz alkalmazott hideg komlózási módszerek, különösen kis sörfőzdékben, egyre népszerűbbé váltak. A hidegkomlózás egy összetett és kifinomult módszer, de éppen ez teszi a kézműves sörfőzők kiemelkedően hatékony módszerévé és kiemeli a terméket a többi ipari sörök közül.

Napjainkban az empirikus tapasztalat a legfontosabb tényező a komló típusának megválasztásában és annak adagolásában, és még mindig keveset tudunk a komlóanyagok transzfer sebességéről, amely a hidegkomlózási módszerek ipari alkalmazását korlátozza.

A komlót a sörfőzés során aroma és íz kölcsönzés gyanánt alkalmazzuk, de jelentős hatása van a mikrobiológiai stabilitásra is. Legtöbb esetben a meleg oldalon, vagyis a főzés során adagoljuk hozzá, inkább keserűséget és kisebb mértékben aromát és zamatot biztosít. Ezzel ellentétben a hidegkomlózás a hideg oldalon, vagyis az erjesztő térben történő komlózási művelet, ahol a legfőbb cél az aroma, íz és zamat anyagok kivonása, a sör ezen tulajdonságainak a jelentős arányú növelése. Nincs egy központi meghatározás a teljes műveletre, főzénként, régióként, receptként és stílusként változik, a hőcserétől egészen a palackig bárhol bele kerülhet. A 21. sz. elején kezdett ismét terjedni ez a módszer leginkább az USA-ban, de az Egyesült Királyságban is hamar átvették, majd áterjedt a világ összes kis főzdéjére. Így nem meglepő, hogy a legtöbb mikro sörfőzdének legalább egy, IPA, de más stílusú söre is hidegkomlózott. Ugyanakkor egyre jobban terjed a nagyipari főzdek esetében is (pl.: Soproni IPA).

Amennyiben egy rövid kis történelmi áttekintőt tartunk, azt tapasztaljuk, hogy bár a meleg oldali komlózás viszonylag régi hagyományokkal bír, 8-9 sz.-tól, addig a hidegkomlózásra a 18-19 sz. kellett várni, amíg megjelenik Angliában. Az angliai főzdekben ugyanis rájöttek, hogy a komlónak antibakteriális hatása van, és a nagyobb távolságokra indított terméket tároló hordókba előzőleg szárított komlót helyeztek. Ezzel egyben növeltek a termék íz és zamat palettáját is. Az idő múlásával és a technika fejlődésével ez a gyakorlat visszább szorult, viszont az 1970-as években az amerikai mikro sörfözde forradalom elindulásával újra szárnyra kapott. Nem meglepő tehát, hogy a legtöbb kézműves sörfözde ragaszkodik ehhez a technikához, ahol a hagyományokhoz híven, a legkisebb módosítás nélkül szeretnék a termékeiket előállítani, így zárkozva el pl.: a komlókivonatoktól. Sajnos

egyik jelentős negatívuma ennek a technikának, hogy költséges, nehézkes és több helyen jelenthet mikrobiológiai stabilitási problémát. A modern főzdeknek szinte végtelen mennyiségű módszer és technika áll a rendelkezésükre és ugyan akkor rengeteg paraméter meghatározásra vár az állandó minőségű termék előállításához, mint például az oldódási hatások, oldódási sebesség stb. (Shellhammer, 2012).

II. Célkitűzés

A hidegkomlózás célja, az adagolt komló illóolaj komponenseinek minél nagyobb hatásfokkal való beoldása a sörbe és e komponensekre jellemző aromák intenzívebbé tétele a végtermékben. Több kutatás is arra derített fényt, hogy a magasabb olaj tartalommal rendelkező komlóadagolás, a nagyobb mennyiségben adagolt komló, a hosszabb ideig tartó hidegkomlózás nem minden esetben biztosít intenzívebb komlós jelleget a sörnek. A sör végső érzékszervi tulajdonságait befolyásoló tényezők elég nagy számban vannak mint a komló féleség, a komló tárolási körülményei, a komlóanyag milyensége (pellet, virág), az alkalmazott hidegkomlózási módszer, berendezések geometriai formája és mérete, pinceműveletek, centrifugálás, szűrési technikák és még sorolhatnánk.

Kutatásunk során arra a kérdésre kerestük a választ, hogy a mircén koncentrációja, amely komlóolajok illó komponensei közül oldódási szempontból a legkritikusabb tekintett összetevője, hogyan változik egy olyan hidegkomlózási módszer alkalmazásával ahol a komló adagolása egy előre elkészített szuszpenzió formában történik és a 100 literes ösztérfogató fermentorban a keverés CO₂ buborékolatással biztosítják.

Szeretnénk meghatározni azt az időtartamot amíg a komló eléri a maximális koncentrációt, illetve azt az időtartamot amikor a fermentorban a koncentráció kiegyenlítődik. Ezek az adatok nagyon fontos információ nyújtanának a hidegkomlózási módszer ipari szintű alkalmazhatóságára.

A szakirodalmi adatokat tanulmányozva nem találtunk adatot a mircén oldódási sebességére, éppen ezért szeretnénk ezt a hiányt is pótolni és kiindulási információt nyújtani az ipari szintű hidegkomlózás méretezéseinek problematikájában.

III. Irodalmi összefoglalás

3.1. A komlók általános jellemzése

A komló a *Cannabaceae* családba tartozó *Humulus lupulus* L., árokparton, nyirkos helyeken termő kúszó, más növényekre felkapaszkodó évelő, kétlaki növény. Sörgyártás elengedhetetlen nyersanyaga, a termék jellegzetes keserű ízének alakítója, és természetes tartósítószer. A söripar csak a női virágzatot használja komlótohoz, pellet, vagy komló kivonat formájában (<http://www.valloagnes.hu/content/view/page:Komlo-Humulus-lupulus-sorkomlo/p:123-132-133>, Letöltve:2021.03.16.). A komlóban számos szerves vegyületcsoport megtalálható, mint pl. komlósavak (humulon és lupulon), komlóolajok (mircén, humulén) és polifenol (cseranyagok és flavonoidok) és kén tartalmú vegyületek (Pillay és mtsai, 2017).

3.2. A komló összetevői

3.2.1. Alfa és béta-savak

A komlósavak α - és β -savakból állnak, az α -savak között megemlíthetjük a humulont és a β -savak esetében a lupulont. Az alfa-savaknak, humulonnak, van a legnagyobb jelentősége a sör jellegzetes keserűségének kialakításában (Steenackers és mtsai, 2015).

Ezek a vegyületek halványsárga, szilárd anyagként fordulnak elő tiszta állapotban. Gyenge savak, vízben való oldhatóságuk nagyon gyenge, és szinte nincs keserű ízük. Az α -savak ízetlenek, de a sörlében folytatott forralás után keserű ízű izo- α -savakká vagy izohumulonokká (sör keserűsavakká) izomerizálódnak. Az izo- α -savak komlószármazékok, amelyek alacsony koncentrációban vannak jelen a sörökben (~100 mg/L), és elsődleges íz összetevők az etanol és a szén-dioxid mellett. Az izo- α -savak koncentrációja a sörben 10-100 mg/L tartományban van. Az izo- α -savak oldhatósága a sörben jóval magasabb, mint az α -savaké. Az izo- α -savak fontos tulajdonságokkal rendelkeznek: stabilizálják a sör habját; és gátolják a Gram-pozitív baktériumok szaporodását, így védik a sört ezekkel a mikroorganizmusokkal szemben (Pillay és mtsai, 2017).

3.2.2. Illóolajok:

A komlóolajok a virágzatban és az itt található lupulin mirigyekben helyezkednek el. A komlóolajokat több mint 400 komponens alkotja. Ezek a vegyületek adják a komlóra

jellemző jellegzetes aromát, ami majd a továbbiakban, a sörben is megnyilvánul. Az édes, gyümölcsös íztől egészen a sajtos, fűszeres illatig minden megtalálható. A gyümölcsös aroma kialakulásáért az észterek a felelősek, míg a zsírsavak a sajtos aromákról gondoskodnak. A komló összetétele azonban rengeteg mindentől függ: a fajtától, a termőhelytől, az évjárástól, a szüretelés idejétől, a szárítástól és a tárolástól.

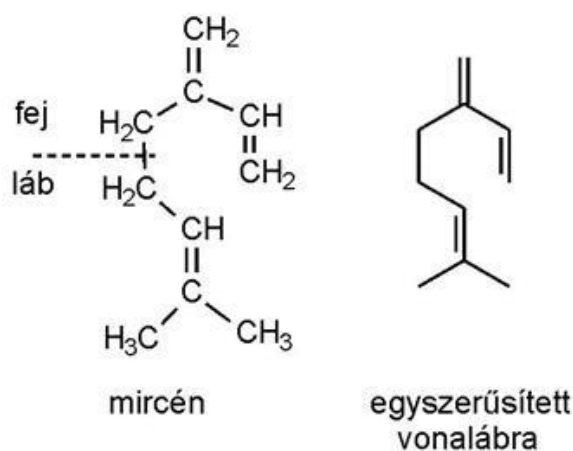
A szárított, 10% (m/m) nedvességtartalommal rendelkező komlóvirágban kb. 0,5-3% (m/m) illóolaj van, ezek leginkább terpének csoportjába tartoznak. A friss komló illóolájának fő alkotóelemei a monoterpének és a szeszquiterpének, ezek közé tartozik a mircén, alfa-humulén és a beta-kariofilén. A sörben a mircén észlelhetőségi küszöbértéke 120 µg/L. A humulén a komlóban is oxidálódik, a keletkező származékai befolyásolja a sör jellegzetes ízét (Harasym és Podeszwa, 2016). Ezen kívül a komló számos biciklusos és triciklusos kisebb terpén szénhidrogént (pl. bergamotint, aromadendrét, alfa és beta-selinenet, germacent és amorfént) is tartalmaz (Collin és Lermusieau, 2001)

A terpén szénhidrogéneket hatalmas számú terpenoid kíséri. A terpenoidok terpén szénvázak, amelyek funkcionális csoportokat tartalmaznak. A terpén szénhidrogének, például a mircén, az alfa-humulén és a beta-kariofillén hidrofóbok. Izoprén testük és a poláris funkcionális csoportok hiánya miatt korlátozottan oldódnak vizes oldatokban, mint például a sörlé és a sör. Annak ellenére, hogy a mircén, az alfa-humulén és a beta-kariofilén a komló legfontosabb illékony elemei, ritkán fordulnak elő a késői komlózást használt sörökben. Az illó komponensek a sörgyártás során felhasznált komlóból kerülnek a sörbe, illetve ezek koncentrációját nagyban befolyásolja a komlózási eljárás. Általában véve a terpén szénhidrogének csak akkor járulnak hozzá a sör végső ízének kialakításához, ha sörgyártás során hidegkomlózásos technológiát alkalmaznak.

3.2.2.1. Mircén

A mircén vagy 7-metil-3-metilén-1,6-oktadién (C₁₀H₁₆) egy aciklikus monoterpén a legjelentősebb komlóolaj összetevő, amely a legtöbb fajta komló illóolaj tartalmának 40-60%-át teszi ki, koncentrációja 3-10 mg/L komló szárazanyag között mozog. A mircént gyakran "friss komlóolajnak" is nevezik, íze és aromája rendkívül változatos, lágyszárú, gyantás, zöld, balzsamos és enyhén fémes. Ez a komponens sok komlófajta fő alkotóeleme, ugyanakkor az IPA sörben kritikus olajként tartják számon. A mircénre alacsony forráspont és erős illékonyág jellemző, éppen ezért a forralás során eltűnik, magas hőmérsékleten instabillá válik, nagyon gyorsan oxidálódik, emiatt a legelőnyösebb, ha a hidegkomlózás során használjuk. A mircén nagymértékben hozzájárul a friss komló aromájához (Nanceés, 2011),

ennek ellenére az aerob komló tárolása során, és ami még fontosabb, a sörfőzés során, koncentrációja erősen csökken. A szárítás és az aerob komló tárolása során a mircén elsősorban elpárolog, bár kis mértékben polimerizálódik és oxidálódik. A mircén autoxidációja több ciklusos reakcióterméket eredményez (pl. alfa-pinén, béta-pinén, kamfén, para-cimén), és terpenoidokat képez, például linalool, nerol, geraniol, citrális, alfa-terpineol vagy karvon (Dieckmann és Palamand, 1974). Az oxigénezett mircén származékok megtalálhatók a sörben, de maga a mircén elpárolog a sörlé forralása közben, elveszik az erjesztés során az élesztőre történő adszorpcióval és csak hideg komlózási technológiával nyerhető ki. Az 1. ábrán láthatjuk a mircén szerkezeti képletét.



1. ábra: Mircén szerkezeti képlete

(https://regi.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/2011_0001_519_42574_3/ch01s06.html,

Letöltés:2021.03.20.)

3.2.3. A komló más összetevői (polifenol és kén-tartalmú vegyületek)

A polifenolok alacsony hőmérsékleten is könnyen oldódnak, nagyon intenzív keserű ízt kölcsönöznek a sörnek. Ugyanakkor jelentős a száraz, összehúzó hatásuk, túl nagy mennyiségben kevésbé kedvezően járulnak hozzá a sörök érzékszervi tulajdonságaihoz.

A kéntartalmú vegyületek, mint a tiol- és tio-észterek, a főzés hiányában jelen vannak kis mértékben, gyümölcsös vagy akár hagymára emlékeztető aromájuk van, sok esetben kiegészítik más aromaanyagok hatását (Pillay és mtsai, 2017).

3.3. A komló szerepe a sörkészítésben

A komló elmaradhatatlan összetevője a sörnek, annak ellenére, hogy nagyon kis mennyiségben kerül a sörlébe, az utóbbi évek sörfőzéségeinek nagypiaci alakulásával egyre több kutató vizsgálni kezdte a komló illó komponenseinek alakulását a gyártás során. A komló jelentős szerepet játszik a sör aromájának meghatározásában és illóolaja számos íz-

aktív komponenst tartalmaz. Az illóolaj alkotórészeinek koncentrációja a sörben olyan tényezőktől függ, mint a sörfőzési folyamatban a komló hozzáadásának ideje és a hozzáadott komló mennyisége. A sör komlóaromájának kutatása az illóolajra, mint a komlóaromák elsődleges forrására összpontosít. Az illóolajokban feltételezhetőleg több mint 1000 különféle alkotóelem lehet. A sörben a koncentrációk, valamint a kulcsfontosságú vegyületek, például a linalool kombinációi meghatározzák a sör végső sajátos komló ízét (Harasym és Podeszwa, 2016).

A komlóból a sörbe történő kivonásának képességét erősen befolyásolja a komponensek kémiai szerkezete. A poláros vegyületeket mennyiségileg is át lehet vinni, mint pl. a linalolt, ezzel ellentétben az apoláros vegyületek csak korlátozott mennyiségben oldódnak és az élesztőben történő adszorpciójuk miatt nem igazán lehet vissza nyerni, ilyen pl. a mircén (Forster és Gahr, 2013). Abban az esetben, ha élesztő sejteket tartalmazó sörhöz adják a komlót, az extrakciót biotranszformáció követi. Az élesztő olyan hatást gyakorol, az illó komponensekre mely során számos olyan vegyület jön létre, amely hozzájárul a sör komlós jellegéhez (Kishimoto és Shellhammer, 2009). A komlóból származó aromavegyületek fő biotranszformációját a *Saccharomyces cerevisiae* élesztő törzsek végzik. A fermentációs folyamat során a karbonilvegyületek vagy éterek redukciója alkoholokká és diolokká, a monoterpén-alkoholok izomerizációja, a glikoziddal kötött aroma-prekurzorok felszabadítása, transz-észterezés vagy észterek hidrolízise, valamint a savak átalakítása észterekké, mint az élesztő tevékenységének köszönhető (Kishimoto és mtsai, 2006).

3.4.Komlózási eljárások

A következőkben röviden bemutatom a gyakorlatban alkalmazott komlózási eljárásokat követve a sörgyártási folyamatot.

3.4.1. Első cefre komlózás (First Wort Hops - FWH)

Az első cefrekomlózási módszer egy régi németországi módszer, mely szinte feledésbe merült, viszont az utóbbi néhány évben újra elkezdték széles körben alkalmazni. A század elején a sörfőzők a keserűség javítására használták nem pedig az íz javítására.

Egyik célja, hogy a meglévő receptet javítsa. Az első cefrőzés komlózása keserűséget és aromát eredményez, éppen ezért vált népszerűvé. Az FWH magába foglalja a komló egy részének a főző- vagy cefröző edénybe való hozzáadagolását a cefrőzés elején, csökkentve ezzel a cefre pH-ját. A pH csökkenés fokozza az izomerizációkat, növelve a komló teljes

felhasználását a forralás alatt. Mivel egy Németországból származó komlózásról beszélünk, ezt leggyakrabban lager söröknél alkalmazzák, de néha összetett komlóaromájú söröknél is.

A komlózás során aromás, alacsony alfa-sav tartalmú komló ajánlott, mivel a magas alfa-sav tartalom éles hatással lehet a keserűség növekedésére (Garbe és mtsai, 2018).

3.4.2. Keserűkomlózás (Forralás elején)

A keserűkomlózás során a komló nagy részét a forralás során adják hozzá, hogy keserűséget adjon a sörnek. A forrásban levő komlóból felszabadulnak az alfa-savak, mely a sör keserűségét biztosítják. A komlóforralás minél hosszabb, annál több alfa keserűsav oldódik be a sörlébe növelve annak keserűségét. Általában a keserű hozzávalókat a komlóforralás elején adják a sörléhez, hogy jobban lehessen ki nyerni azok keserűségét (Garbe és mtsai, 2018).

3.4.3. Aromakomlózás

A sörlé forralása végén az utolsó 5-15 percben hozzáadott komlók nem járulnak hozzá a keserűség kialakulásához. Az aromakomlózás fő célja aroma és aroma olajak hozzáadása a sörhöz. A keserű vegyületek mellett az aromás komlófajtákból származó komlótobozok komlóolajakat is tartalmaznak, melyek a virágaromát és illatot biztosítják, mely sok sörtípusban kívánatos. Olyan sörfajták esetében használják, ahol a komló íze és aromája szükséges (Oberholster és Titus, 2016).

3.4.4. Whirlpool komlózás ("Örvénykád" komlózás)

A whirlpoolos komlózás szintén az utóbbi évtizedben vált népszerű komlózási technikává. Elsősorban aromaolajok beoldására használják. A komlóban található aromaolajok többségének forráspontja alacsonyabb a víznél. Ennek eredményeképpen az aromaolajok gyorsan felforrnak, ha a komlót a forrásban levő sörléhez adagolják hozzá. Fontos különbség, hogy az "örvénykád" a komló alacsonyabb hőmérsékleten adódik hozzá így a komló olajok nagy részét sikerül megőrizni a sörlében (Harasym, és Podeszwa, 2016).

3.4.5. Késői komlózás

Nagy különbség figyelhető meg a késői komlózás és a hidegkomlózás között. A késői komlózás során néhány illékony anyag elpárologhat az oxidációs folyamatok illetve a hőkezelések következtében. Ezen folyamat során nyomokban megtalálhatók monoterpén és szeszkviterpén szénhidrogének, ugyanakkor előfordulnak humulén-epoxidok, linalool-epoxidok, észterek, ketonok, stb.. A késői komlózás során előállított sörök íz világában

megfigyelhetőek a következők: fás, észteres, gyümölcsös, citrusféle aromák. Nincs egy pontos recept a komlózásra, széles skála áll a rendelkezésre a folyamat elvégzésére. A pelletteket hozzálehet adagolni az elsődleges vagy a másodlagos erjesztés során is, vagy akár a szűrés előtt.

Előnye, hogy mechanikailag zúzott lupulin mirigyeket tartalmaz, mely megkönnyíti a keserűség és az aroma beoldódását a sörbe (Schonberger, 2012).

3.4.6. Hidegkomlózás és hidegkomlózási módszerek

A dry hopping vagy hidegkomlózás a sörle hűtése után alkalmazott módszerek gyűjtőneve. A hűtés után bárhol alkalmazható, nincs megszabva pl.: főerjedés során, erjedés befejezése után az erjesztő tartályban vagy akár szűrés után a kész sört tartalmazó tartályba (Bright Beer Tank, BBT-be). A módszer jelentősen növeli a sör aromaanyag tartalmát. Kémiai szempontból a hidegkomlózás egy hideg extrakció, amihez komlópelletet vagy komlóvirágot alkalmaznak.

Előnye ennek a folyamatnak, akárcsak a késői komlózás esetében is, hogy mechanikailag zúzott lupulin mirigyeket tartalmaz, mely segíti a keserűség és aroma anyagok kivonását a sörből (Harasym és Podeszwa, 2016).

3.4.6.1. Hagyományos hidegkomlózás

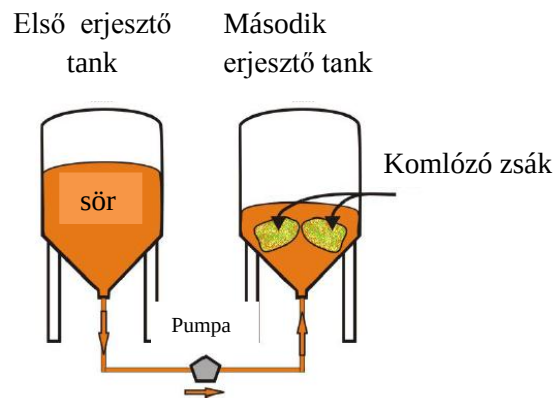
A hidegkomlózásra a technológia egyre nagyobb figyelmet kezd fordítani, különösen az otthoni és a kézműves sörfőzdekben. Általában egész komlótozokat, őrölt komlót vagy pelletet tesznek a hideg sörbe, az aromakomponensek beoldódásának érdekében.

A hidegkomlózást általában úgy hajtják végre, hogy a komlót közvetlenül egy komlósákba rakják és a felső nyíláson át bedobják az erjesztő tartályba (2. ábra).



2. ábra: Komlósák hozzáadása fermentációs tartályba (Harasym és Podeszwa, 2016).

Egy másik módszer a zöld sör átszivattyúzása az elsődleges fermentációs tartályból egy steril másodlagos érlelő tartályba (3. ábra). A klasszikus megközelítések sok technológiai problémához vezetnek. A komló hozzáadása zacskókban csökkenti a komlótobozok vagy a pelleték sörrel való érintkezési felületét, csökkentve az aroma anyagok extrakciójának hatékonyságát és természetesen a módszer gazdaságosságát.

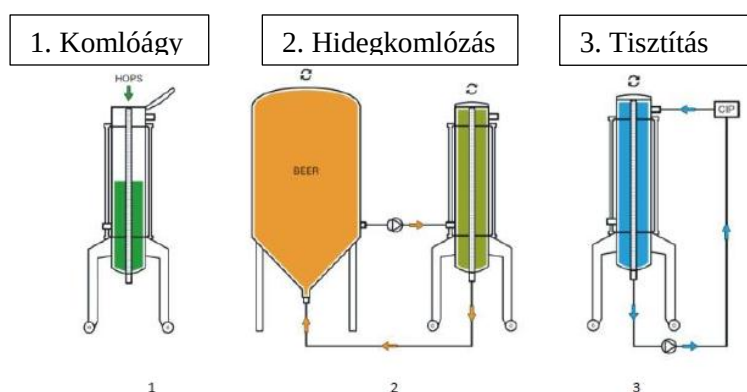


3. ábra: Komlózásák hozzáadása a másodlagos érlelő tartályba (Harasym és Podeszwa 2016).

Ennek a számottevő hátránynak a kiküszöbölése nagy kihívást jelent, éppen ezért az évek során több új komlózási módszert is kifejlesztettek, amelyeknek ipari felhasználhatóság a még mindig korlátozott, és további fejlesztések szükségesek.

3.4.6.2. Újszerű hidegkomlózási rendszerek

A sörhöz adott extra komlóaromával kapcsolatos problémák megoldása különféle modern hidegkomlózási eljárásokhoz vezetett, például komlóágyúkhöz, torpedókhöz vagy



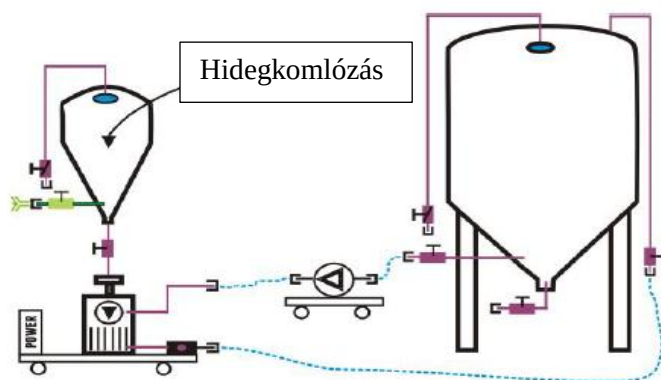
komlórakétákhoz. A komlóágyúk szállító erőként nyomás alatt lévő CO_2 -ot használnak így a komlópelletet az erjesztő tartály tetejéhez csatlakoztatott csövön keresztül az erjesztő felső részébe tudják juttatni.

4. ábra: HopGun rendszert vázlat (Harasym és Podeszwa, 2016)

A komlóágyúkat úgy tervezték, hogy szivattyú segítségével tudják keringetni a sört a komlóágyon keresztül, míg egy központi elhelyezésű speciális tervezésű gyertyaszűrő elemhez hasonló vezetéken ellenáramban jelentős komlóaromákkal rendelkező sört nyernek ki (4. ábra). A tartály tartalma addig cirkulál (2), amíg a sör komlóízesítése el nem éri a kívánt fokot, értékes komlóolajokat és aromaanyagokat oldva magába, miközben a komló oldhatatlan részecskéi visszamaradnak a komlóágyban.

Ennek a módszernek az előnye, hogy csökkenti az oldott oxigénfelvétel lehetőségét és gátolja a későbbi oxidációs folyamatokat. A HopGun rendszert széles körben használják. Hátránya, hogy nagyon könnyen eltömődik a központi szűrő gyertya és nehéz a tisztítása, technológiai szempontból nagyon költséges tud lenni.

A ROLEC DryHOPNIK rendszert szintén a hidegkomlózás hatékonyságának növelése érdekében alkalmazzák. A ROLEC DryHOPNIK rendszer külső őrlést használ a komló diszperziójához. A túlnyomás alkalmazásával elkerülhető a túlzott habzás és az ezzel járó sörveszteség. A komlóadagoló tartályba előzetesen CO_2 -t injektálnak az oxigénfelvételt elkerülése érdekében, majd megtöltik komlópellettel. A komló alatt elhelyezkedő őrlőkamra keverőként is szolgál hisz a komló nedves őrlése sörrel történik, ennek köszönhetően egy homogén szuszpenzió jön létre (5. ábra).



5. ábra: ROLEC DryHOPNIK berendezés (Harasym és Podeszwa, 2016)

Az új komlózási módszerek előnye a számottevően nagyobb extrakciós hozam, amit a megnövelt oldódási felület biztosít. Ez a berendezés is rendelkezik hátránnyal, pl. nagyon drága, a komló könnyen eltömíti egyes nyílásokat és nem igazán lehet szűrni a nagyon finom szemcsék miatt (Harasym és Podeszwa, 2016).

3.5. Hidegkomlózást befolyásoló tényezők

A fizikai körülmények jelentős hatással vannak a komlóban levő illékony komponensek koncentrációjára.

Shellhammer és Lafontaine, (2019) felhívta a figyelmet arra, hogy a CO₂ buborékoltatás jelentős monoterpén veszteséggel jár, melynek magyarázata, hogy az illókomponensek adszorbeálódnak az élesztősejtekbe és a habrétegbe.

A hidegkomlózás során egy igen fontos paraméter a sör hőmérséklete, az alacsonyabb hőmérsékleten (4°C-on), lecsökken az illókomponensek extrakciós ideje, a 19°C-on levő hidegkomlózott sörrel ellentétbe, ahol a maximális koncentrációt két nap után sikerült elérni.

Meglepő lehet, de a hideg komlózás sikerességét az erjesztő tartály térfogata és geometriája is befolyásolhatja, mivel lehetséges, hogy a berendezések méretének változtatása növelése-csökkenése, nem a várt eredményt fogják nyújtani. Például ha egy 100 L tartályban levő sört szeretnék hidegkomlózni, de az eredeti recept csak 20 L-es tételre volt megadva nem biztos, hogy ugyanazt az eredményt fogjuk kapni, ha meg többszörözzük a mennyiséget. Az eltérést okozhatja a tartályok eltérő magassága, méretaránya, mivel másképpen hatnak a fizika törvényei (Kishimoto és mtsai, 2006).

A pH-nak is fontos szerepe van a hidegkomlózás alatt, ugyanis a kutatások sorozata rámutatott arra, hogy a pH esetében egy növekedés figyelhető meg, a hidegebb (4°C) sörlé hidegkomlózása esetében, vagyis nagyobb a pH változása, mint a 19°C-os sörnél (Cook és mtsai, 2017). Lafontaine és Shellhammer (2019) is a hidegkomlózás során lineáris pH növekedést észlelt, megközelítőleg pH=0,14, a 386 g komló/hektoliter felhasználás esetében.

Cook és mtsai. (2017) kimutatták, hogy az alkohol tartalom is befolyásolja a hidegkomlózás kimenetelét és az alacsonyabb alkoholtartalmú sörök esetében kedvezőbb a polifenolok és más vegyületek beoldódása a sörbe. Ezzel egy időben arra is rájöttek, hogy a hidegkomlózott sörök alkoholtartalma növekszik kb. 7%-kal és a sűrűsége csökken megközelítőleg 0,5 %-kal.

Az élesztőnek is fontos szerepet tulajdonítanak a hidegkomlózás során, hiszen az illóolajok adszorbeálódnak az élesztősejteknek a felületére, így számottevően csökkentik az illókomponensek koncentrációját a sörben (Lafontaine és Shellhammer, 2019).

Cocuzza és Mitter (2013) a keserű anyagok mennyiségének 6%-os növekedéséről számoltak be a hidegkomlózás során.

3.6. A mircén meghatározására alkalmas analitikai módszerek

Az utóbbi években a sör aroma- és illókomponenseinek vizsgálatára beleértve a mircént is számos gázkromatográfiás analitikai módszert dolgoztak ki.

3.6.1. GC-FID elemzés

Az egyik leggyakrabban alkalmazott analitikai eljárás a lángionizációs detektort alkalmazó gázkromatográfiás módszer, ami egyaránt alkalmas illóolaj komponensek meghatározására úgy a komló illóolajból, mint a sörből is. Košir és mtsai, (2016) vizsgálták az illókomponensek összetételét gázkromatográfiás eljárással, a minta előkészítése és mérése az EBC 7.10 szabvány szerint történt. A meghatározásuk során 100 g szárított komlóból összesen 0,5 % illóolajat tudtak kinyerni melyben, a legnagyobb mennyiségben a mircén volt megtalálható (46,9%).

3.6.2. GC-MS

Haefliger és Jeckelmann, (2013) a sörben levő illóolaj komponenseket GC-MS technikával határozták meg. A mintákat 30 percet 80°C-on termosztálták, majd a következő kemence hőmérséklet programot állították be: 50°C-ról indult majd 4°C/perc gradienssel 130°C-ra emelkedett, ezt követően 8°C/perc gradienssel 180°C-ra és végül 15°C/perc sebességgel 240°C-ra emelkedett. Ebben az esetben is a sörben a legnagyobb 15,9 µg/l koncentrációban a mircén volt jelen.

3.6.3. HS-GC-MS

A tömegspektróméterhez kapcsolt Head Space-el ellátott gázkromatográfia is alkalmas a sörben levő illókomponensek vizsgálatára, hasonlóan működik, mint a GC-MS, azzal a különbséggel, hogy a mintákat egy termosztálás előzi mely során a minta illókomponensei gázfázisba kerülnek és innen történik meg a minta injektálása a kromatográfba. Az injektálási hőmérsékletnek 200°C-ot alkalmaztak. A kemence hőmérsékletét úgy programozták, hogy kezdetben 10 percig 40°C-on tartsa, majd 3°C/perc hő lépcsővel 200°C-ra emelkedjen, míg a 220°C-os végső hőmérsékletet 2°C /perc sebességgel érte el. A kapott tömegspektrometriás fragmenseket összehasonlították a szakirodalomban és az MS könyvtárban tárolt adatokkal. A Cascade komlóolaj esetében is a mircén volt a legnagyobb mennyiségben jelen (48,9 %) (Nance és Setzer, 2011).

IV. Anyag és módszertan

A szakirodalmi adatokból levont következtetések alapján egy Black Ipa receptet állítottunk össze, melyet az általunk kidolgozott hidegkomlózási módszernek vetettünk alá. A kísérlet beállítása érdekében a Ziptech Nano (6. ábra) kisipari berendezésben 60 L sörlevet készítettünk Pale Ale, Münchener, Csoki (búza), Carafa Speciale type 3, Dunkel búza és Carafa malátákból, valamint Magnum, Simco, Cascade és Amarillo komlókból és vízből.



6. ábra: Ziptech Nano főző berendezés

A sörkészítés során felhasznált alapanyagok és adalékanyagok mennyiségét a 4.1. táblázat, míg a hidegkomlózásra alkalmazott komlók kémiai összetevőit a 4.2. táblázat tartalmazza.

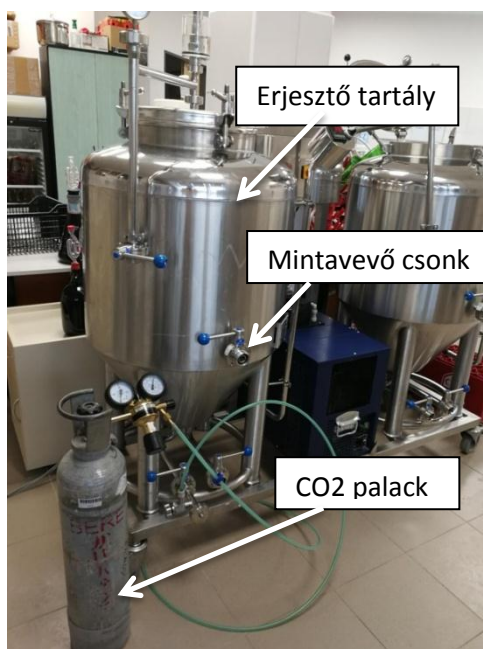
4.1. Táblázat: A sörlel elkészítése során alkalmazott alapanyagok és adalékanyagok mennyisége

Művelet	Alap- és adalékanyagok	Mennyiség
Cefrőzés	Pale Ale maláta	4 kg
	Münchener maláta	1,2 kg
	Csoki (búza) maláta	0,24 kg
	Carafa Special type 3	0,12 kg
	Dunkel búza maláta	0,2 kg
	Carafa	0,12 kg
	Víz	18 L
Szűrés	Másló víz	15 L
Főzés	Magnum, keserű komló	28,8 g
	Simco, aromakomló	24 g
	Cascade, aromakomló	24 g
	Amarillo, aromakomló	12 g
Erjesztés	New England élesztő	7 g
Hideg komlózás	Simco aromakomló	5 g
	Cascade aromakomló	5 g
	Amarillo aromakomló	5 g

4.2. Táblázat: A hidegkomlózáshoz felhasznált komlók összetétele, a beszállító minőségi leveleinek alapján

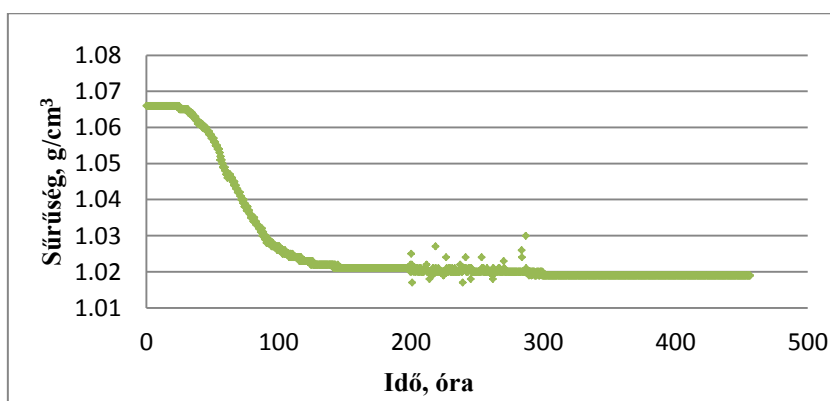
Komló típusa	Tulajdonság	Értékek
Simco	Alfa keserűsav (% m/m)	12,8
	Béta keserűsav (% m/m)	4,1
	Össz illóolaj tartalom (mL/100 g)	1,7
	Mircén (%)	48,8
	Caryophyllene (%)	8,5
	Humulén (%)	15,6
	Linalool (%)	0,6
	Farmesene (%)	0,1
	Geraniol (%)	1,0
	Általános íz- és aroma jellemzők	Gyümölcsös aroma, enyhén fűszeres (fekete ribizlis)
Cascade	Alfa keserűsav (% m/m)	5,7
	Béta keserűsav (% m/m)	7,2
	Össz illóolaj tartalom (mL/100 g)	1,1
	Mircén (%)	46
	Caryophyllene (%)	6,7
	Humulén (%)	15,1
	Linalool (%)	0,4
	Farmesene (%)	5,5
	Geraniol (%)	0,6
	Általános íz- és aroma jellemzők	Gyengéden fűszeres, határozott citrusos aromákkal
Amarillo	Alfa keserűsav (% m/m)	7,8
	Béta keserűsav (% m/m)	6,7
	Össz illóolaj tartalom (mL/100 g)	1,3
	Mircén (%)	41,3
	Caryophyllene (%)	7,6
	Humulén (%)	20,4
	Linalool (%)	0,6
	Farmesene(%)	6,7
	Geraniol(%)	0,3
	Általános íz- és aroma jellemzők	Gyengéden fűszeres, határozott citrusos aromákkal
Magnum	Alfa keserűsav (% m/m)	12,5

A receptnek megfelelően elkészített és 25°C-ra lehűtött, majd New England élesztővel beoltott sörlevet egy 100 L-es, hűköpennyel és nyomásszabályozó rendszerrel ellátott erjesztő tartályba helyeztük, amely a 7. ábrán látható.

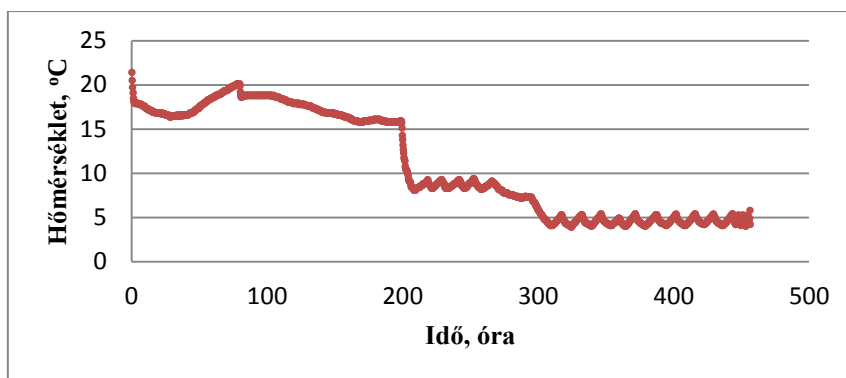


7. ábra: Hűtőköpennyel és nyomásszabályozóval ellátott erjesztő tartály

A főerjedés folyamatot egy előre kalibrált Ispindel sűrűségmérővel követtük, amely folyamatos információt biztosított az erjedésben levő sörle sűrűségét (8. ábra) és hőmérsékletét (9. ábra) illetően.



8. ábra: A sörle sűrűségének változása az idő függvényében



9. ábra: A hőmérséklet változása az idő függvényében

A főerjedést befejeztével a fiatal sörünket 8°C-ra hűtöttük és elvettük az élesztőt, majd ezt követte a hidegkomlózás.

4.1. Az alkalmazott hidegkomlózási módszer

Az élesztő elvételt követően -az elsődleges erjedés után- alkalmaztuk a hidegkomlózást. A hidegkomlózáshoz három féle komlópelletet Simco, Cascade és Amarillo használtunk. Mindhárom komlóból 5-5 g-t használtunk (összesen 15g) amit 0,5 L sörben konyhai turmix segítségével (kb. 30 másodpercig) csomómentesre kevertünk és az erjesztő tartály felső bűvönnyílásán át a fiatal sörhöz adagoltunk.

A hidegkomlózási folyamat során a mircén oldódásának, vizsgálatának érdekében az első 48 órában két óránként, majd a következő 48 órában négy óránként vettünk mintát. Minden egyes időpontban három párhuzamos mintát vettünk, a mintavétel 100 ml-es térfogatú jól zárható műanyag mintatároló edényekbe történt. A keverés érdekében minden mintavételt követően a fermentorban lévő sört 5 percig, 9 L/perces térfogatáramú CO₂-al buborékoltattuk. A fenti módon vett mintáinkat a mircén koncentráció gázkromatográfiás meghatározásáig -20 °C-os fagyasztóban tároltuk.

A sörkészítés során a sörlé, valamint a fiatal sör és a végtermék lényegesebb paramétereit is meghatároztuk. A sörlének eredeti extraktot, pH-t, szint, keserűséget, végerjedés fokot, oldott fehérjét, FAN-t, stb. A készterméknek eredeti extraktot, maradék extraktot, alkohol tartalmat, sűrűséget, pH-t, szint, keserűséget, CO₂ és O₂ tartalmat, habtartósságát, stb. A felhasznált alapanyagok fizikai-kémiai tulajdonságait a gyártók által közölt adatokból gyűjtöttük össze.

4.2. Minta előkészítés

A mircén gázkromatográfiás vizsgálatához a mintáinkat a következő módon készítettük elő. A lefagyasztott mintát 12°C-os hűtőben felolvasztottuk, majd 10 percet 4000 fordulat/perc

sebességen centrifugáltuk, ebből 5 ml-t automata pipettával kimértünk egy Headspace üvegfialába és hozzáadtunk 40 µL, 38,22 mg/L koncentrációjú, belső standardot (butanol), homogenizáltuk, majd a fiolákat alumíniumkupakkal lezártuk. Ezt követően betettük a Head Space mintatartó tárcsájába és elindítottuk a mérést.

4.3. A legfontosabb fizikai és kémiai paraméterek meghatározására alkalmazott módszerek

A sör eredeti extrakt tartalmát, cukortartalmát, alkoholját, sűrűségét, CO₂-jét, O₂-jét, és zavarosságát egy Anton Paar PBA-B (Packaged Beverage Analyzer for Beer) típusú analizorral végeztük az EBC 9.43.2/2004 szabvány alapján. A mérendő mintát termosztáltuk 20°C-ra, majd összeráztuk és behelyeztük az analizorba és megfelelő lépéseket követve lemértük.

A pH és a szín méréséhez a CO₂-t a sörből rázatással eltávolítottuk, majd a pH mérő elektródot belehelyeztük, itt is követve az EBC 9.35/2004 szabvány leírását. Mivel a mintánk szűretlen típusú sör volt, így a színmeghatározás előtt szűrtük szűrőporral az EBC 9.6/2000 szabvány előírása alapján, majd Hach Lange DM 6000 spektrofotométer segítségével 275 nm hullámhosszon lemértük.

A sör keserűségének meghatározásánál az EBC 9.8/2004 szabványt követtük a mintát centrifugáltuk, 20 percet 4000 fordulat/percen, 20°C-on, majd a minta 10 ml-hez 1 mL 3 N-os HCl-ot és 20 mL izooktánt adtunk, 25 percet IKA rázaton 450 ford/perc-en rázattuk, ez után 30 percet sötétben hagytuk, majd 275 nm hullám hosszön spektrofotométeren lemértük.

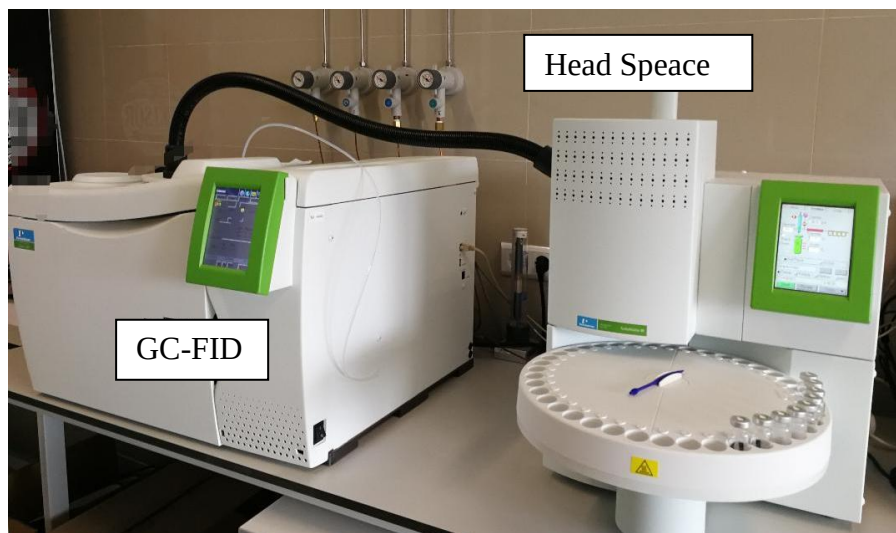
Habtartósság esetében az EBC 9.42.1/2004-ben foglaltakat követtük, először is mintát 20°C-on termosztáltuk, majd homogenizáltuk, habosítottuk és lemértük.

4.4. A mircén meghatározása Headspace GC-FID gázkromatográfiás módszerrel

A mircén meghatározására Perkin-Elmer gyártmányú Headspace-el egybekötött GC-FID gázkromatográfot használtunk. Az elválasztásra 30 m hosszú és 0,32 mm átmérőjű, df=0,5 µm, Elite-wax ETR típusú kapillárisoszlopot alkalmaztunk.

A Headspace termosztálás hőmérséklete 60°C, a tű hőmérséklete 80°C, a transzfer út hőmérséklete 100°C volt. Az injektálási idő 0,1 perc, a nyomás alatt levő idő 1 perc, a termosztálás időtartalma 20 perc, a kolonnán való áthaladási idő 25 perc, a vivő gáz nyomása pedig 35 psi volt.

GC-FID körülmények a következők voltak: a detektor hőmérséklete 150°C, a kolonna tér hőmérsékletprogramja 55°C-ról indult, majd 15 fok/perc gradienssel 150°C-ra emelkedett, ahol állandó maradt 3 percig. Vivőgázként sűrített levegőt (400 mL/min) és hidrogént (40 mL/min) alkalmaztunk. A 10. ábrán a mircén gázkromatográfiás meghatározására alkalmazott berendezés látható.



10. ábra: HS-GC-FID berendezés

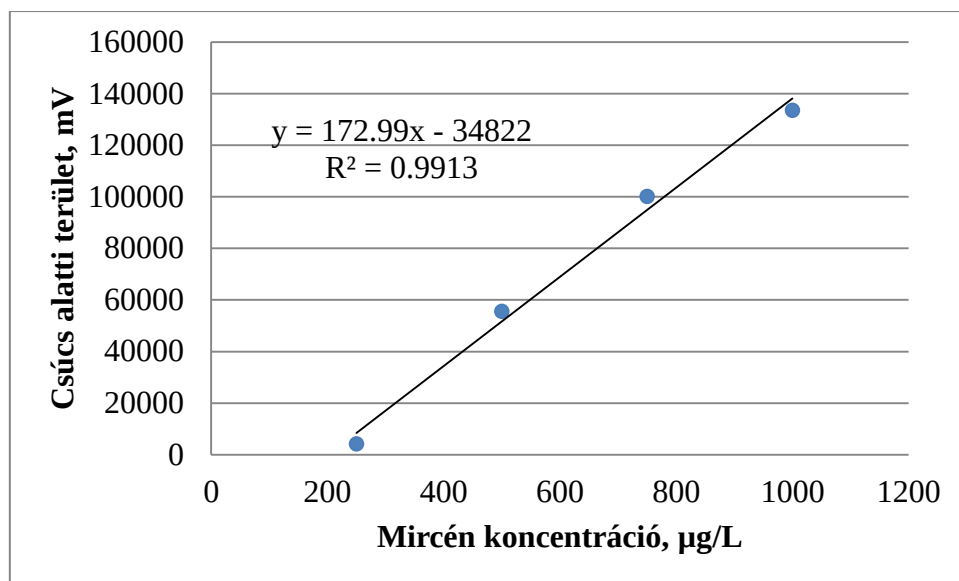
4.4.1. Kalibrációkészítés

A mircén mennyiségi meghatározásához mircén standardból pontos koncentrációjú 250, 500 és 1000 µg/L oldatokat készítettünk.

A kalibrációnál belső standardot (IS) is használtunk, amely 38,22 mg/L butanol, etanolos oldatából állt. Ehhez a felhasznált anyagok: 99,9% etanol (Merck), butanol (HPLC tisztaságú, Sigma Aldrich) és 5%-os etanol, amit a tömény etanolból készítettünk.

Második lépésben elkészítettük a mircénes törzs oldatot, melynek a koncentrációja 268 mg/L volt. Az oldat készítéséhez sört (mely nem tartalmaz mircént) és mircén standardot (Sigma Aldrich) használtunk. Egy 50 mL-es mérőlombikba 30 mL CO₂ mentesített sört töltöttünk, hozzáadtunk 18,8 µL mircént majd jelre töltöttük szintén sörrel.

Harmadik lépésként elkészítettük a 250, 500, 750 és 1000 µg/L koncentrációjú mircén standard oldatokat. Az oldatokat a következőképpen készítettük el: 100 mL sörhöz (mely nem tartalmaz mircént) automata pipettával hozzáadtuk a megfelelő mennyiségű mircént (93,3, 186,6 és 373,2 µL) és belső standardot (800 µL-t) majd homogenizáltuk, kimértünk 5 mL-t a HeadSpace üvegfiolákba, majd lezártuk és a HS mintatartóba helyezése után lemértük. A 11. ábrán az alkalmazott kalibrációs egyenest látható.



11. ábra: Kalibrációs egyenes

V. Eredmények kiértékelése

A következőkben a felsorolt mérési módszerek által kapott adatokat fogjuk kiértékelni. A fiatal sör fiziko-kémiai paraméterek bemutatásával kezdjük, és ezen paraméterek változása a hidegkomlózás során. Majd ezt követi a mircén koncentrációjának változása és a mircén oldódási hatások és oldódási sebesség állandójának meghatározása. Végül összefoglaljuk az általunk készített betöltött sör fiziko-kémiai paramétereit.

5.1. Fiziko-kémiai paraméterek eredményeinek bemutatása és értékelése

5.1.1. A fiatal sör fiziko-kémiai eredményei

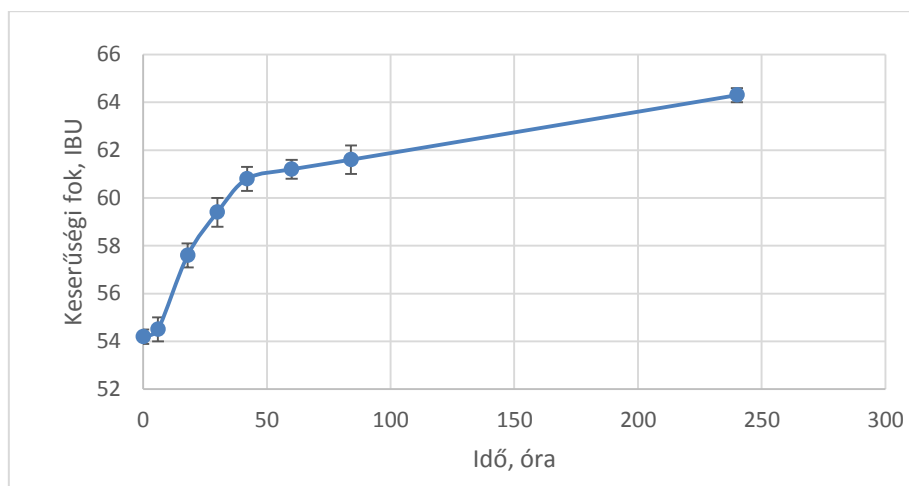
A fiatal sörfontosabb mért paramétereit - eredeti extrakt, maradék extrakt, alkohol tartalom, sűrűség, CO₂ és O₂ tartalom, zavarosság, szín és keserőségi fok - a 5.1. táblázatban foglaltuk össze. A fiziko-kémiai paramétereket értékelve, elmondhatjuk, hogy az alap fiatal sörünk amit hidegkomlózásnak vetettünk alá a 21B Speciális Black IPA kategóriába tartozik, egy határozottan komlózott és keserű, közepesen erős amerikai pale ale, amerikai komló változatokkal (<https://dev.bjcp.org/style/2015/21/21B/specialty-ipa-black-ipa>, Letöltés:2021.03.25).

5.1. táblázat: A fiatal sör paramétereit

Paraméterek	Érték	BCJP (Beer Judge Certification Program) paraméterek
Eredeti extrakt (% w/w)	15,15	-
Maradék extrakt (% w/w)	5,79	-
Kezdeti sűrűség (g/cm ³)	1,065	1,050-1,085
Alkohol (% v/v)	5,13	5,5-9,0
Sűrűség (g/cm ³)	1,02560	1,050-1,085
CO ₂ (g/L)	3,56	-
O ₂ (mg/L)	0,06	-
Zavarosság (EBC)	11,19	-
pH	4,59	-
Szín	132,3	50-80
Keserűség (IBU)	54,5	50-90

5.1.2. A keserőségi fok változása a hidegkomlózás során

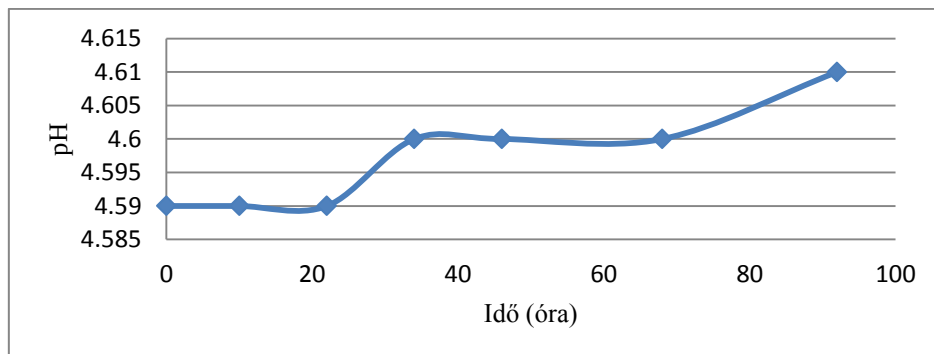
A 12. ábrán látható a keserűség változása hidegkomlózás során. A hidegkomlózás kezdetétől 54,2 IBU egy lassú, de folytonos növekedés figyelhető meg, a végső értékig ami 64,3 IBU-nak felelt meg. Összességében elmondható, hogy a hidegkomlózás során az alfa keserűsavak 15,6%-os növekedése volt megfigyelhető a szakirodalomban található (Cocuzza és Mitter, 2013) 6%-hoz képest. Ez növekedés azzal magyarázható, hogy a komló pelletet előzetesen turmixoltuk és így módon sikerült megnövelni az oldódási felületet, amely az alfa-keserűsavak beoldásának is kedvezett.



12. ábra: Keserőségi fok változása a hidegkomlózás és tárolás során (n=3)

5.1.3. A pH változása a hidegkomlózás során

A 13. ábrán láthatjuk a pH változását a hidegkomlózás alatt. A szakirodalom hidegkomlózás során pH=0,14 növekedésről számolt be (Shellhammer és Lafontaine, 2019). Látható, hogy a mi esetünkben is megfigyelhető egy kismértékű növekedés pH=0,02, ami 0,43%-os növekedésnek felel meg, és ami szinte a mért adatok szórásának felel meg.



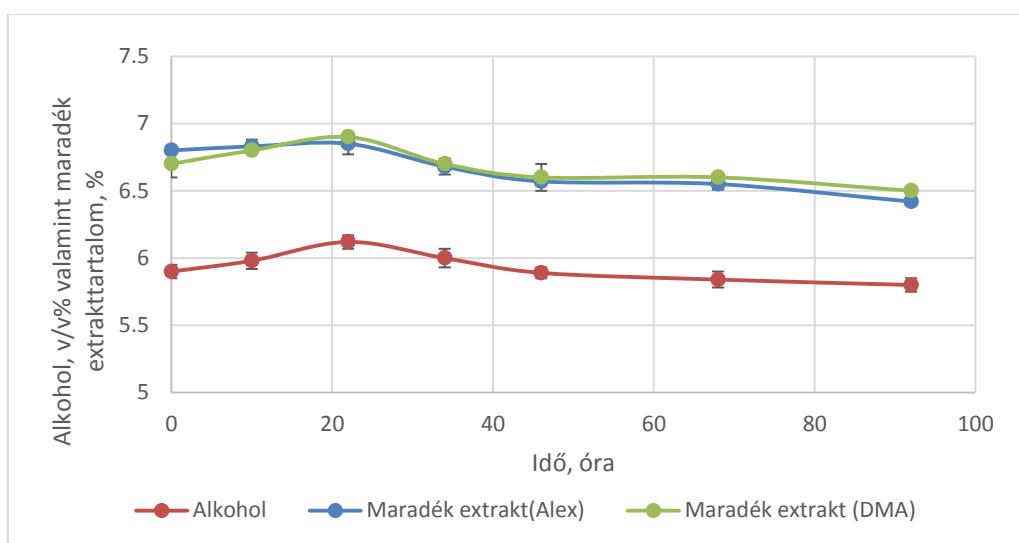
13. ábra: pH változása a hidegkomlózás alatt

5.1.4. A CO₂ koncentráció változása a hidegkomlózás során

A fiatal sörből és a végső sörből sikerült CO₂-t mérni. A fiatal sörben 3,5 g/L míg a végtermékben 4,6 g/L CO₂ koncentráció volt jellemző. A növekedés nem tekinthető számottevőnek és nem befolyásolja a végső sör érzékszervi tulajdonságait és betudható annak, hogy hidegkomlózás alatt a mintavételek után 5 percet CO₂ gázzal buborékolattuk a fermentor tartalmának keveredése érdekében.

5.1.5. Az alkohol és az extrakt tartalom változása a hidegkomlózás során

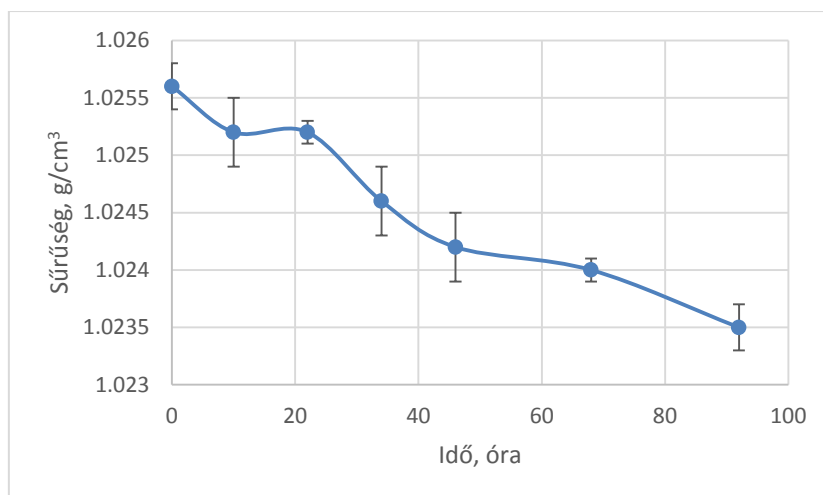
Az irodalomban a hidegkomlózás során enyhe (7%-os) alkoholnövekedésről számoltak be. A mi mérésink során is megfigyelhető (14. ábra) egy enyhe alkoholnövekedés 22. órában eléri a maximális 6,12 v/v%-ot, amit egy enyhe csökkenés követ (92. órában 5,8 v/v%) értékre. Ezeket az ingadozásokat a fermentorból való mintavételezési hibának tulajdonítjuk és elmondhatjuk, hogy a szakirodalmi adatokkal ellentétben mi nem tudunk alkoholtartalom növekedésről beszámolni. Ehhez a görbéhez hasonló küllemű görbe figyelhető meg az extrakt tartalom változása esetében is. A maradék extrakt tartalmat kétféle készülékkel (Anton Paar Alex és DMA) is sikerült megmérni, az eredmények hasonló értékeket mutattak.



14. ábra: Az alkohol- és a cukortartalom változása hidegkomlózás alatt (n=3)

5.1.6. A sűrűség változása a hidegkomlózás során

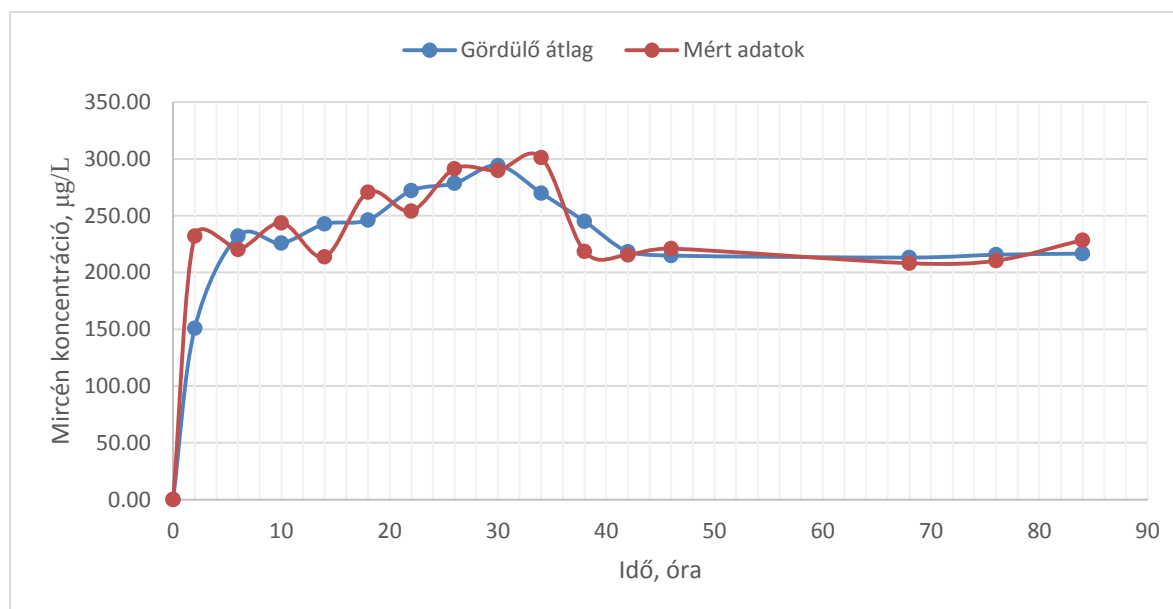
Az irodalomban található adatok a hidegkomlózás során a sűrűség enyhe csökkenéséről számolnak be (Cook és mtsai, 2017). Jelen esetben is megfigyelhetjük a sűrűség csökkenését (15. ábra) 1,0255 g/cm³-ről 1,0235 g/cm³-re, de ez a változás nem tekinthető számottevőnek. Az extrakttartalom, alkoholtartalom és a sűrűség csökkenése is azzal magyarázható, hogy a sör érési folyamaton megy át, ahol élesztőzési és más biokémia folyamatok zajlanak.



15. ábra: A sűrűség változása a hidegkomlózás alatt (n=3)

5.2. A mircén koncentrációjának változás az idő függvényében

A hidegkomlózás alatt vett mintákból a mircén koncentrációjának meghatározása érdekében hárompárhuzamos mérést végeztünk, az eredményekből átlagot majd gördülő átlagot számoltunk. Az értékeket ábráztuk a 16. ábrán, ahol észrevehető, hogy a gördülő átlag számításával sikerült a fermentorból való mintavételezési hibának köszönhető ingadozás mértékét csökkenteni, éppen ezért a továbbiakban a gördülő átlag értékekkel dolgoztunk tovább.



16. ábra: A mért átlag és a gördülő átlag változása az idő függvényében (n=3)

A hidegkomlózást első 84 órából származó minták átlagából látható, hogy a mircén koncentráció maximumát (301,3 µg/L) a 34. órában éri el, majd csökkenni kezd és a 42. órától 215,4 µg/L érték körüli koncentrációnál állandósul.

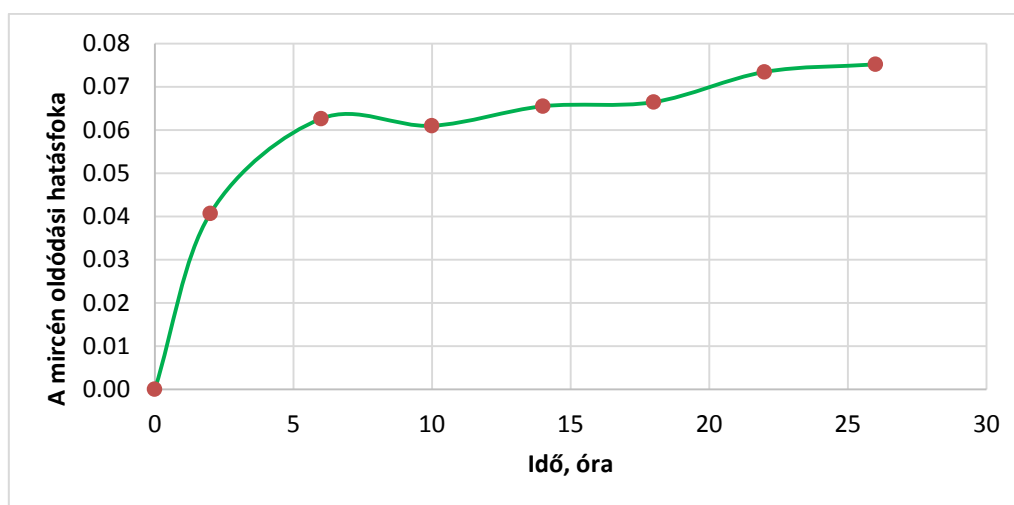
5.3. Az oldódási hatások és az oldódási sebesség állandójának meghatározása

Az oldódási hatásfokot úgy határoztuk meg, hogy a mért mircén koncentrációjából kivontuk a kezdeti (fiatal sörben levő) mircén koncentrációt, a mi esetünkben 0 µg/L ugyanis a fiatal sör nem tartalmazott mircént, majd elosztottuk a komlóval adagolt maximális mircén koncentrációval (3760 µg/L). A maximális adagolt mircén koncentráció számítási adatait a 5.2 táblázat tartalmazza, a komlók mircén tartalmát a termelő által biztosított minőségi lapból olvastuk ki. A számításnál figyelembe vettük az adagolt komló mennyiségeket, és a komló olaj mircén tartalmát valamint a sör térfogatát.

5.2. táblázat: Komlóban levő mircén mennyiség

Komló Típusok	Mircén mennyiség (mg/l)
Simco	1,640
Cascade	1,004
Amarillo	1,065
Összesen:	3,709

Az oldódási hatásfok változását a 17. ábra szemlélteti, az általunk meghatározott maximális oldódási hatásfok szintén a 34. órára tehető és ennek értéke 0,08, ami a szakirodalomban (Forster és Gahr, 2013) jelölthöz képest (0,1) egy nagyon kevéssel alacsonyabb, de nem mondható számottevőnek a különbség.



17. ábra: A mircén oldódási hatásfoka a hidegkomlózás alatt

Az oldódási sebesség meghatározása érdekében a 34. óráig mért adatokhoz (maximális koncentráció) exponenciális függvényt illesztettünk. Ha a mircén beoldódását elsőrendű kinetikai egyenlettel jellemezzük, az egyenlet alakja a következő:

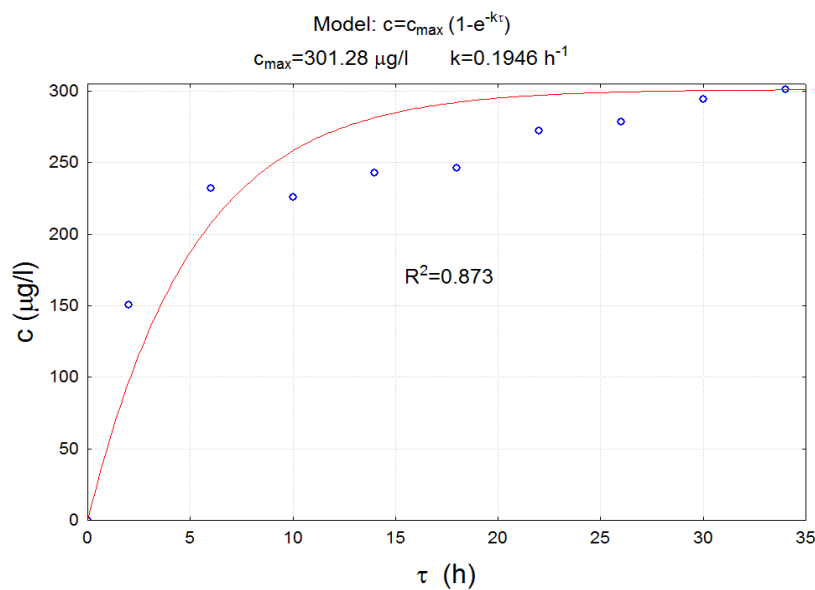
$$c = c_{\max}(1 - e^{-kt})$$

ahol: c - t időpillanatban a mircén koncentrációja, $\mu\text{g/L}$

$c_{\max}$ - a mircén maximális koncentrációja, $\mu\text{g/L}$

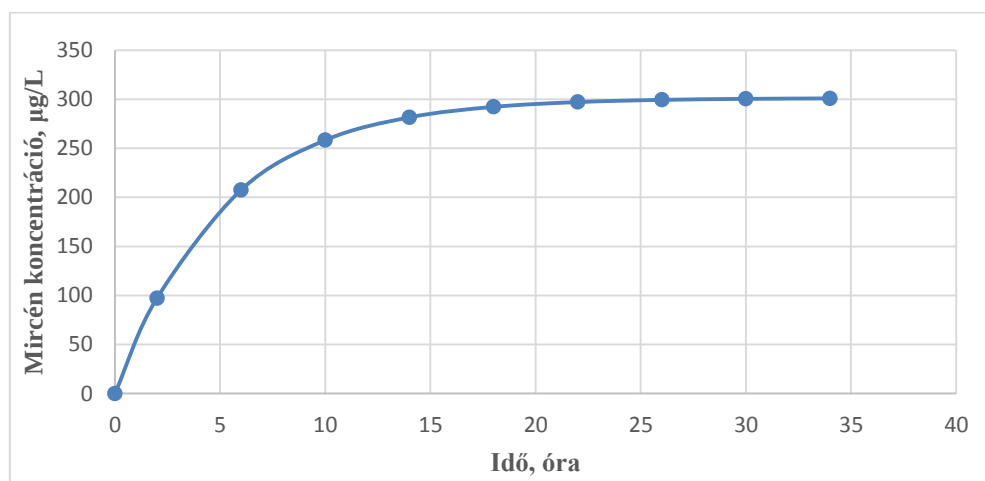
k - sebességi állandó, h^{-1}

t - az idő, h .

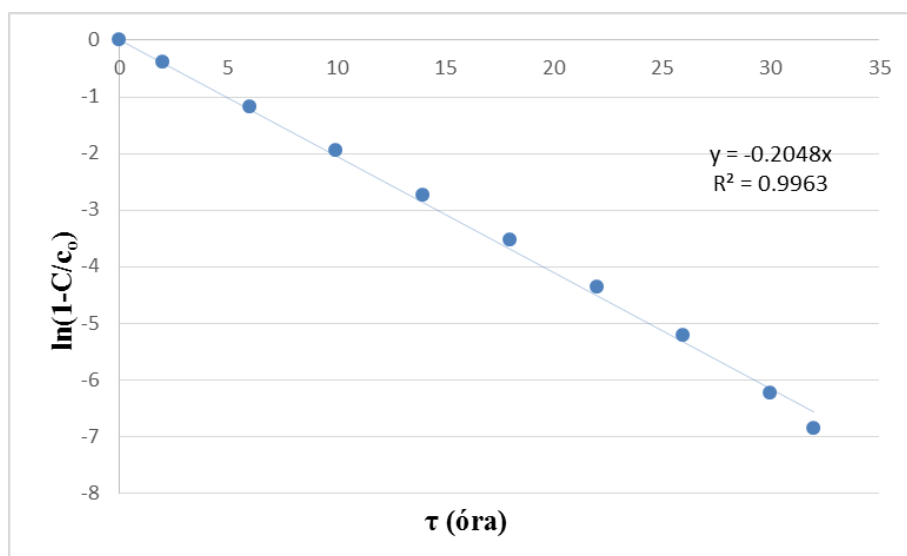


18. ábra: A modell illesztésének grafikus ábrázolása

A modell segítségével meghatározott sebességi állandó értéke $k = 0,1946 \text{ h}^{-1}$. Ismerve a maximális koncentrációt és az oldódási sebességi állandót, a modell alapján újra kiszámoltuk a koncentrációkat és ábráztuk a 19. ábrán., a linearizált változatot pedig a 20. ábrán.

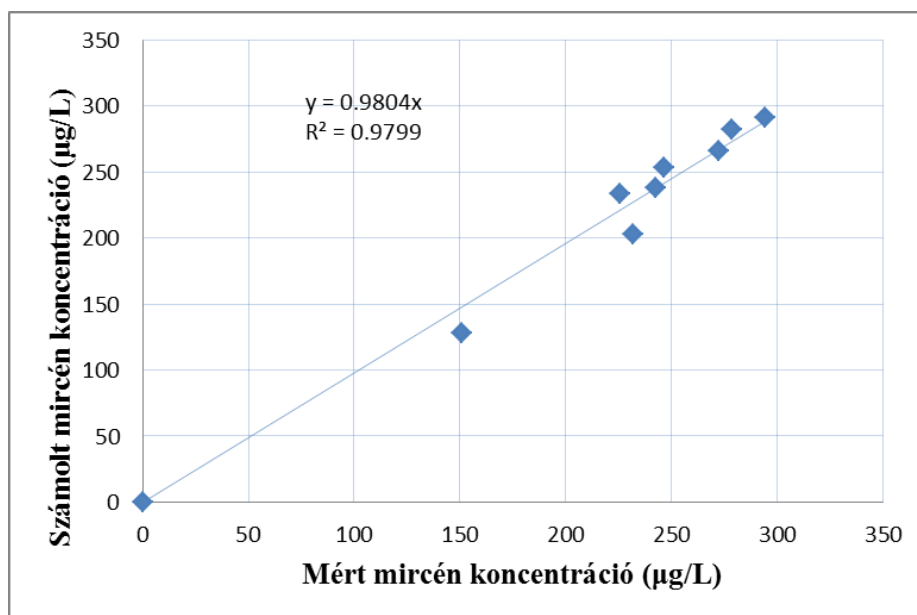


19. ábra: A modellel újrászámolt mircén koncentrációk görbéje az idő függvényében



20. ábra: A modellel újraszámolt mircén koncentrációk linearizált ábrázolása

A 21. ábrán ábrázoltuk a mért és a modellel számolt adatok korrelációját, tökéletes egyezés esetén ez az egyenes az első szögfelező lenne, itt látható, hogy a linearitás megfelelő viszont a tengely metszet nem zero ami a szisztematikus mérési hibára utal, hiszen az ilyen fermentorokban az inhomogenitás miatt, a minta vételezés nagy szórást okoz. Ezt a hibát a több mintavételi pont bevezetésével lehetne kiküszöbölni.



21. ábra: A mért adatok és a model szerint újraszámolt adatok illeszkedése

5.4. A végtermék fiziko-kémiai tulajdonságai

Az előállított sört miután lejárt a hidegkomlózás kb. 2 héten belül palackoztuk és a kész végterméket analizáltuk. Az analízis eredményeit az 5.3. táblázatba foglaltuk össze.

5.3. táblázat: A betöltött sör paraméterei

Paraméterek	Érték (végtermék)	Érték (fiatal sör)
Eredeti extrakt (% w/w)	15,27	15,15
Maradék extrakt tartalom (% w/w)	5,58	5,79
Alkohol (% v/v)	5,31	5,13
Sűrűség (g/cm ³)	1,02024	1,0650
CO ₂ (g/L)	4,48	3,56
O ₂ (mg/L)	0,22	0,06
Zavarosság (EBC)	16,32	11,19
pH	4,61	4,59
Szín	131,7	132,3
Keserőségi fok (IBU)	64,3	54,5
Habtartósság (s)	323	-
Mircén (µg/L)	215,07	0

Láthatjuk, hogy a fiatal sörhöz képest nincs olyan nagy változás, egy keveset nőtt a pH és az alkoholtartalom, csökkent az extrakttartalom és a sűrűség, nőtt a CO₂- és a keserőségi fok. Azt is láthatjuk, hogy a betöltött sörben (kb. 504 óra után is) a mircén koncentrációja (215,07 µg/L) hasonló értéket mutat, mint a hidegkomlózás végén a 96 órában vett minta mircén koncentrációja (228,56 µg/L). Az általunk meghatározott mircén koncentráció értéke a betöltött sörben picivel magasabbnak mondható a szakirodalomban közölt értékekhez képest (2-150 µg/L) (Brendel és mtsai, 2020). Ahhoz, hogy kijelenthessük, hogy a mi hidegkomlózási módszerünk a mircén beoldódásának szempontjából jobb hatásfokot biztosít további vizsgálatok, ismétlések, szükségesek.

VI. Következtetések

Az általunk készített Black IPA ízben, küllemében, aromájában, karakterében bele illik az IPA csoportban tartozó sörök kategóriájába.

A sör előállítása során végzett hidegkomlózási eljárás sikeresnek bizonyult, hisz a legkritikusabb illókomponensként nyilvántartott mircént sikerült a szakirodalmi adatokban megtalálható közel azonos hatékonysággal beoldani.

Elmondhatjuk, hogy az általunk kidolgozott komlózási eljárás (nem használtunk komlózó zsákot, hanem az előzetesen sörrel turmixolt komlót adagoltuk az erjesztő tartályba) biztosítja a mircén megfelelő beoldódását, sőt a végtermékbe kissé magasabb koncentráció (kb. 8% több) marad a szakirodalmi adatokban jelöltekhez képest.

Kutatásunk során sikerült meghatározni azt az idő intervallumot amely szükséges a mircén maximális koncentrációban való beoldódásának (34 óra), illetve azt az időt amíg a mircén koncentráció kiegyenlítődik egy 100 litres térfogatú fermentorban (min. 42 óra), ami nagyon hasznos információt nyújt a hidegkomlózás ipari alkalmazásához.

Sikerült meghatározni a mircén oldódási sebességi állandóját a hidegkomlózás során ami $k = 0,1946 \text{ h}^{-1}$ értéknek felel meg, ami új tudományos eredménynek számít, hisz a szakirodalmat tanulmányozva a mircén oldódási sebességére nem találtunk semmilyen adatot.

VII. Irodalomjegyzék

Forster, A., és Gahr, A., On the fate of certain hop substances during dry hopping. *Brewing Sci., Monatsschr, Brauwiss*, 2013, 66, 93–103 p.

Bradley, M.T. és Oberholster, A., Impact of dry hopping on beer flavor stability. *Ann Food Process Preserv*, **2016**, 1(1), 1-6 p.

Ademola, O., Hiralal, L., Mduduzi, P., Pillay, B., Flavour-active volatile compounds in beer: production, regulation and control, *J. Inst. Brew.*, **2017**. -123, 13-23 p.

Bart, S., Luc De, C., Dirk De, V., Chemical transformations of characteristic hop secondary metabolites in relation to beer properties and the brewing process: A review, *Food Chemistry*, 1,172, **2015**, 742–756 p.

Schonberger, C., Gut gestopft ist halb gewonnen, *Brauwelt*. **2012**, 9, 251–254 p.

Schönberger, C., Bub, S., Coelhan, Haslbeck, K., Jacob, F.M.,és Zarnkow, M., On the fate of β -myrcene during fermentation – The role of stripping and uptake of hop oil components by brewer's yeast in dry-hopped wort and beer, *Brewing Science*, **2017**, 70, 159-170 p.

Collin, S., és Lermusieau, G., Varietal discrimination of hop pellets. II. Comparison between fresh and aged aamples, *J. Am. Soc. Brew. Chem*, **2001**, 59, 39-43 p.

Cook, D., Cowley, T., Hort, J., Oladokun, O., James, S., Smart, K., Dry-hopping: the effects of temperature and hop variety on the bittering profiles and properties of resultant beers, *Brewing Science*, **2017**, 70, 187-196 p.

Lafontaine, S.R., és Stellhammer, T.H., A comparison of single-stage and two-stage dry hopping regimes, *J. Am. Soc. Brew. Chem.*, **2019**, 1-10p.

Košir, I.J., Grdadolnik, J., Ocvirk, M., Determination of the botanical origin of hops, *J. Inst. Brew.*, **2016**, 122, 452–461 p.

Harasym, J., és Podeszwa, T., New methods of hopping (dryhopping) and their impact on sensory properties of beer, *Acta innovations*, **2016**, 21, 81-88 p.

Biendl, M., Garbe, L.A., Rettberg, N., Hop aroma and hoppy beer flavor: chemical backgrounds and analytical tools-A Review, *American society of brewing chemists*, **2018**, 76, 1–20 p.

Back, W., és Ludwig, N., *Die bierbrauerei: band 2: Die technologie der würzebereitung*. John Wiley & Sons, **2012**, 1-820 p.

Brendel, S.,T. és Granvogl, M., Hofmann studies on the odorant concentrations and their time dependencies during dry-hopping of alcohol-free beer., *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **2020**, 68, 704-712 p.

Nance, M., Setzer, R.,William, N., Volatile components of aroma hops (*Humulus lupulus* L.) commonly used in beer brewing, *Journal of Brewing and Distilling*, **2011**, 2, 16–22 p.

Dieckmann, R.S., és Palamand, R.H., Autoxidation of some constituents of hops. I. Monoterpene hydrocarbon myrcene, *J. Agr. Food Chem.*, **1974**, 22, 498–503 p.

Kishimoto, T., Shellhammer, T.H., Investigations of hop-derived odor-active compounds in beer, hop flavor and aroma. *Proceedings of the 1st International Brewers Symposium*, Master Brewers Association of the Americas, St. Paul, MN, **2009**, 49–58 p.

Kishimoto, T., Kono, K., Shibata, K., Wanikawa, A., Comparison of the odor active compounds in unhopped beer and beers hopped with different hop varieties. *J. Agr. Food Chem.* **2006**, 54, 8855– 8861 p.

Shellhammer, T.H., A study of factors affecting the extraction of flavor when dry hopping beer, Oregon State University, **2012**

www.beeradvocate.com, Letöltés: 2021:03:22

<https://dev.bjcp.org/style/2015/21/21B/specialty-ipa-black-ipa> Letöltés:2021.03.25

https://regi.tankonyvtar.hu/hu/tartalom/tamop425/2011_0001_519_42574_3/ch01s06.htm Letöltés: 2021.03.20.

<http://www.valloagnes.hu/content/view/page:Komlo-Humulus-lupulus-sorkomlo/p:123-132-133> Letöltve:2021.03.16,

VIII. Köszönetnyilvánítás

Ezúton szeretném megköszönni Lénárd Andrásnak, a Csíki Sör Manufaktúra tulajdonosának, hogy engedélyezte a disszertációmhoz szükséges mérések elvégzését a SC. LIXID PROJECT SRL laboratóriumban. Ugyanakkor szeretném megköszönni a kollégáimnak a tanácsokat és a segítségnyújtást a vizsgálataim során.

Kutatásom során számtalan hasznos tanáccsal és útmutatással látott el Dr. András Csaba Dezső és Dr. Szép Sándor és vezetőtanárom, Dr. Salamon Rozália-Veronika, valamint Tankó György, PhD hallgató. Ezúton is szeretném megköszönni áldozatos munkájukat.

Végül, de nem utolsó sorban szeretném megköszönni családomnak és a barátaimnak, hogy mellettem álltak és támogattak.