

Zušľachtenie destilátov

Dr. Ing. JOZEF TAMCHYNA, Výskumný ústav liehvarov a konzervární, Bratislava

V poslednej dobe boli pri technickej realizácii zušľachťovacieho procesu s vinným destilátom s cieľom skrátenia doby a zníženia strát v porovnaní s procesom klasickým, to je s dlhodobým skladovaním vinného destilátu v maloobjemových dubových nádobách, získané dobré skúsenosti a tak vzniká otázka, či je tu vyvinutý proces obecné použiteľný. Základom zušľachťovacieho procesu, kladne technicky zvládnutého u vinného destilátu, je spôsob zistenie vhodnosti destilátu, prípadne zmesi destilátov, priaznivý obsah etanolu v destilátoch, voľba látok prirodzeného pôvodu akceleračne pôsobiach, prvostupňové zušľachtenie v nádobách s nepriepustnými stenami inertnej povahy stykom s povrchom dubového dreva a zakončenie procesu úpravou v kontinuálnom tlakovom zariadení pri nasýtení destilátu vzdušným kyslíkom za zvýšenej teploty. Až takto vzniknutý polotovár je upravovaný pre obchodný produkt [1, 2, 3, 4].

Ak chceme priebeh zušľachťovacieho procesu podľa dosiaľ získaných technických skúseností s vinným destilátom charakterizovať z hľadiska mechanizmu tu pribehaúcich chemických a fyzikálno-chemických dejov, posudzovať aj dosahovaný výsledok nielen analyticky, ale aj senzorycky, vznikne nám niekoľko typických okolností. Predne úlohou dubového dreva nie je len extrahovanie látok lignínovej povahy, ktoré po postupnej alkoholýze sa účastia aromatického vystrojenia — príkladom tu môžu byť látky veratrovej povahy — ale obzvlášť pôsobenie povrchu dreva ako heterogenný oxidačný katalyzátor. Celý proces štartuje preukazateľným rozvinutím oxidačných dejov, teda tvorením látok aldehydickej povahy, ktoré známymi spôsobmi prirodzene reagujú ďalej. Zdá sa, že tento efekt je základným a hlavným činiteľom úpravného procesu. Ostatné deje majú návaznú povahu a tak je tu oprávnený predpoklad širšej použiteľnosti.

Pre naše pomery sú prakticky dva destiláty významné pre účelnosť preukazu obecnosti vyvinutého zušľachťovacieho skráteného a v zásade bezstrátového procesu, a to destilát obilný a jablčný. Keď sledujeme veľmi bohaté a experimentálne overené správy a názory o priebehu a ovladateľnosti zušľachťovacieho procesu u destilátu vinného, získame dojem, že spoľahlivé doklady je možné podporiť len pokusmi v technickom meradle a nie v pomerne maloobjemovom laboratórnom pokuse. Pri technickej realizácii zušľachtenia vinného destilátu v závode Liptovský Mikuláš došlo k upozorneniu, že je možné prevedenie celého procesu do kontinuálnej formy. Je tomu preto, že v prvej fázi, kde sýtenie vzdušným kyslíkom a intenzifikácia heterogénnej katalýzy povrchom dubového dreva vyžaduje prúdenie destilátu po povrchovom drevenom rozhraní a je teda nutné prečerpávanie, ďalej finálna druhá fáza je možná len kontinuálnou cestou z dôvodov nutnosti spoľahlivého ovládania doby a teploty tlakovej úpravy.

Vyvinuli sme preto 5stupňové prietokové zariadenie v sklenených nádobách o celkovom obsahu 50 litrov destilátov. Shodovite umiestnené nádoby, násoskovite prepojené, vytvárajú tak prietokový systém a ich ovzdušnením je postarané o styk destilátu so vzdušným kyslíkom. Výplň dubových dosťiek odpovedala cca 80 cm² povrchu dreva na 1000 ml destilátu. Na týchto zariadeniach bolo možné spoľahlivo simulovať prevádzkový proces, teda prvostupňovú fázu celého pro-

cesu, za ktorou nasledovala druhá tlaková tepelná kontinuálna úprava.

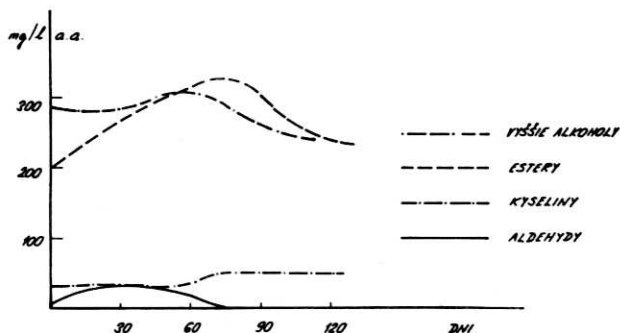
Výber destilátov bol experimentálne prevedený tak, ako popísal Kliman [5], teda systematickým porovnaním zmien po krátkodobom zahriatí pod tlakom. Už tu sa ukázalo, že sa prejavuje u destilátu obilného a jablčného veľký rozdiel pri porovnaní s destilátom vinným. Naše obilné destiláty, vyrobené fermentáciou sladových, prípadne zo zmesi sladových a obilných zápar a rektifikáciou surových destilátov, sú prakticky všetky charakterizované pomerne vysokým obsahom esterov a vyšších alkoholov pri porovnaní s destilátom vinným. Pri výbere sa ihneď ukázalo, že vyšší obsah esterov a vyšších alkoholov nie je vhodný pre urýchlenie zušľachťovacieho procesu.

Podstatné zníženie obsahu týchto sprievodných látok je možné ľahko dosiahnuť destiláciou obilných zápar cez sieťovú kolonu, čo bolo prevedené v závode Doľný Oháj, kde bol získaný surový obilný lieh tohoto zloženia:

etanolu	94,40 % obj.
kyselín	324 mg/l a. a.
esterov	200 mg/l a. a.
vyšších alkoholov	325 mg/l a. a.
vyšších aldehydov	20 mg/l a. a.

Po diskontinuálnej rektifikácii došlo ďalej k zníženiu obsahu sprievodných látok, a to na obsah:

kyselín	30 mg/l a. a.
esterov	200 mg/l a. a.
vyšších alkoholov	287 mg/l a. a.
vyšších aldehydov	9 mg/l a. a.



Obr. 1. Oblasť zmien chemických značiek v prvej fáze zušľachtenia

Takto upravený obilný lieh odpovedal v pokusnom výbere a preto sme zahájili laboratorný pokus s destilátom po zriadení na obsah cca 70 % obj. etanolu s prídavkom 0,05 % glukózy ako akceleračnej látky. Už v priebehu prvého mesiaca sa ukázalo, že voľba bola správna. V chemicko-analytických znakoch, ako uvádza graf 1, v priebehu trvania prvostupňovej fázy po dobu 5 mesiacov došlo k týmto zmenám:

1. V priebehu prvého mesiaca dochádza k prudkému vzrastu obsahu aldehydov na cca 32 mg/l a. a. a následuje pozvoľný pokles, ktorý koncom 3. mesiaca je maximálny. Od tejto doby nedochádza už k zvýšeniu obsahu aldehydov.

Tabuľka 1. Prehľad chemicko-analytických znakov pri zušľachtení obilného a jablčného destilátu

	Hustota	Etanol v % obj.	Kyseliny mg/l a.a	Estery mg/l a.a	Vyššie alkoholy mg/l a.a	Aldehydy mg/l a.a	Metanol ml/l a.a	Triesloviny mg/1000 ml	Extrakt g/1000 ml
Obilný destilát rektifikovaný pred pokusom	0,8880	70,32	30	200	287	9	—	—	—
obilný destilát po ukončení 1. fáze	0,8884	70,36	48	244	242	stopy	—	19	0,54
obilný destilát po ukončení 2. fáze	0,8899	69,99	39	285	292	20	—	20,8	0,54
jablčný destilát rektifikovaný pred pokusom	0,8839	71,84	453	2 855	1 700	124	13,5	—	—
jablčný destilát po ukončení 1. fáze	0,8857	71,35	539	2 540	1 650	40	8,5	15	0,49
jablčný destilát po ukončení 2. fáze	0,8860	71,35	501	2 568	1 475	48	7,—	15	0,51

2. Od začiatku pokusu trvale pozvoľne, ale plynule vzrastá obsah kyselín. Od konca 3. mesiaca sa vzrast zastavuje a dosiahne sa pomerne konštantný obsah cca 50 mg/l a. a.

3. Od počiatku pokusu vzrastá obsah esterov veľmi pozvoľna, ale signifikantne. Maximum obsahu sa javí koncom 4. mesiaca a potom poklesá na konečnú hodnotu.

4. Obsah vyšších alkoholov mierne kolíše v priebehu celého pokusu. Konečná hodnota je prakticky rovnaká s pôvodným obsahom. Kolísanie obsahu nie je zrejme typické.

5. Obsah trieslovín z nulovej hodnoty na začiatku pokusu rýchlo stúpa. Potom sa vzostup spomaľuje a po 3. mesiaci pokusu prakticky zastavuje.

Obsah extraktívnych látok vzrastá len veľmi pozvoľne na konečnú hodnotu 0,54 g/1000 ml vzorky.

Degustatívne znaky sa plynule a naprosto signifikantne už od konca 2. mesiaca trvania pokusu menia. Pozvoľna sa objavuje plnosť chuti, zvyšuje sa vôňa, zaokrúhľuje sa jemnosť a vystupuje výraznosť.

Druhostupňovú fázu sme previedli tlakovou úpravou pri teplote 140 °C po dobu 15 minút. Po tejto úprave vzniklé zmeny chemicko-analytických znakov sú uvedené v porovnávacej tabuľke 1.

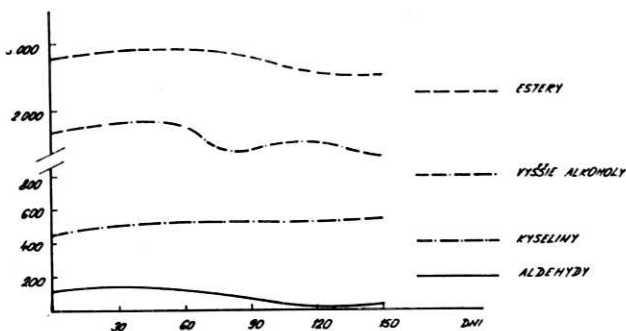
Pomerne zaujímavý obraz podáva analýza plynovou chromatografiou. Tu sa ukazuje pri signifikantnom vzostupe celkového obsahu esterov pokles nejjednoduchšieho esteru — etylacetátu o cca 27 % po dokončení celého úpravného procesu, rovnako aj pokles 1-propanolu (n-propylalkoholu) o cca 50 % a 2-metyl-1-propanolu (izobutylalkoholu) o cca 43 %. Naopak destilát pred pokusom neobsahoval temer žiadny izoamylalkohol a po dokončení pokusu vzniklo tu množstvo rovnaké konečnému obsahu n-propanolu. Poukazuje to na to, že vedľa hydrolýzy pôvodných esterov prebieha tvorenie esterov iných, prípadne aj reesterifikácia, rovnako aj zloženie látok povahy vyšších alkoholov sa mení, čo súvisí s oxidatívnu povahou celého procesu a poukazuje na význam kondenzačných produktov aldehydických látok. Podrobnejšie analytické plynovo-chromatografické údaje dovoľme si podať v osobitnom sdelení.

Veľká zmena sa prejavuje v zmyslových znakoch. Po ukončení procesu je destilát iskrne číry, farby svetlohnedej. Vôňa je jemná, príjemne zaokrúhlená, veľmi typická pre použitú surovinu. Po zriedení úpravného destilátu na obsah 40 % obj. etanolu je farba svetlo žltónahnedlá. V chuti sa prejavuje veľká zmena pri porovnaní s pôvodným destilátom, a to na prvom mieste v intenzite a dobe vytrvávaní. Dominuje tu výraznosť, príjemná zaokrúhlenosť a čistota jemnosti chuti.

Tiež porovnávacie birektifikačné skúšky a stanovenie

výdatnosti podľa Wüstenfelda so zahraničnými produktami poukazujú na ekvivalentnosť docielených senzorických znakov. Pretože doba trvania zušľachťovacieho procesu nepresahuje tu dobu 7 mesiacov, sú zahájené podľa príkladom uvedeného výsledku pokusu v technickom meradle, ktoré súbežne s laboratórnymi pokusmi majú za cieľ ďalšie upresnenie obzvlášť v spoľahlivosti a ovládania štandardnosti senzorického vystrojenia.

Podobným spôsobom boli prevedené pokusy s destilátom jablčným. Pretože jablčný destilát nie je dosiaľ dostatočne typickým pre naše pomery, nepovažovali sme za účelné priemyselne získané destiláty rektifikovať ne-tradičnou cestou cez účinné kolóny a obmedzili sme sa zatiaľ na používané diskontinuálne zariadenia s úpravou destilačného režimu. Išlo tu o destilát získaný fermentáciou celých jabĺk, a preto je tu prítomný metanol v množstve typickom pre ovocné destiláty. Priebeh zmien chemicko-analytických znakov v prvej fázi uvádzame v prehľadnom grafe 2 a tabuľke 1 za celý úpravný proces.



Obr. 2. Jablčný destilát, priebeh zmien chemických znakov v prvej fáze zušľachtenia

Časový rozvoj zmien je tu nápadne podobný, ako u príkladom uvedeného pokusu s obilným destilátom a nie je preto potrebné opakovat celkovú charakteristiku. Aj analýza plynovou chromatografiou poukazuje síce na kvalitatívne do určitej miery odlišný, ale v zásade veľmi podobný obraz, dokumentujúci zmeny v rozdielnosti obsahu rôznych esterov a vyšších alkoholov v priebehu zušľachťovacieho procesu.

Zmyslové znaky sú aj tu naprosto výrazné. Po ukončení procesu je destilát dokonale číry, farby svetlohnedej. Vôňa vyniká čistotou, jemnosťou a zaokrúhlenosťou. Aj chuťové znaky sú zásadne zmenené. Nedostatočná zaokrúhlenosť chuti vymizla, jablčná povaha zostáva síce poznateľná, ale je jemného, nenápadného typu, rozdielnosť celkového senzorického vystrojenia je nesporne

nápadná. Prejavuje sa tu ale zaujímavý rozdiel, ak vôbec tu porovnanie s vinným alebo obilným destilátom je odôvodnené, a to v intenzite celkového senzorického vystrojenia. Práve táto intenzita je tu vyššia a tak sa domnievame, že nie je zatiaľ možné získané výsledky považovať za optimálne. Príčinou rozdielnosti v tomto smere je len a len rozdielnosť v obsahu sprievodných látok. Tiež tu sa k podrobným analytickým výsledkom, najmä plynovochromatografickým ešte vrátime. Aj tu dochádza k technickej realizácii zuśľachťovacieho procesu jablčného destilátu za podmienok súčasného laboratórneho súbežného sledovania. Ďalej aj k úprave samotného destilátu tak, aby príčinná súvislosť rozdielnosti obsahu sprievodných látok bola experimentálne overená.

Záver

V zásade je možné považovať sledovaný zuśľachťovací proces za obecné využitelný. Bude tu ale potrebné jednotlivo rozoznávať o vlastnostiach a charakteristike použitého destilátu, aby bolo možné dosahovať maximum zvýšenia senzoricky posudzovaných vlastností. Výhody, ktoré prináša, a to obmedzenie strát výparom v prevedení v nádobách z nepriepustného inertného materiálu a skrátenie doby na 6—7 mesiacov celkového trvania zuśľachťovacieho procesu sú technicky a ekonomicky pre naše pomery výhodné.

Literatúra

- [1] Čs. Pat. čís. 146.438 z roku 1972
- [2] Čs. Pat. čís. 150.340 z roku 1973
- [3] Čs. PV čís. 5.055-76
- [4] Záverečné správy VÚ LIKO: J. Tamchyna, Zvýšenie kvality a a rozšírenie sortimentu liehovín 1972, Zvýšenie kvality liehovín úpravou technológie výroby 1973, Urýchlenie stárnutia vinného destilátu 1974.
- [5] CYRIL KLIMAN: DNT Banská Bystrica 1977 — december, Informácie LIKO 1978.

Tamchyna J.: Zuśľachtenie destilátov. Kvas prŮm. 24, 1978, č. 10, s. 232—234.

Byl navržen kontinuální proces zuśľachťování destilátů. Výsledky získané na pětistupňovém průtokovém zařízení se skleněnými nádobami celkového obsahu 50 l potvrdily možnost obecné využitelnosti. Výhoda je sni-

žení ztrát výparem v nádobách z nepropustného inertního materiálu a zkrácení celkového trvání procesu na 6 až 7 měsíců.

Тамхина, И.: Повышение качества дистиллятов. Квас. прѹм. 24, 1978, № 10, стр. 232—234.

Были разработаны процесс и соответствующая установка непрерывного действия для конечной обработки дистиллятов, повышающей их качественные показатели. Результаты, полученные при применении пятиступенчатой, проточной установки со стеклянными сосудами, общей емкостью 50 л подтвердили ее универсальный характер. Основным преимуществом нового решения является снижение потерь, вызываемых испарением, так как сосуды изготовлены из непроницаемого, инертного материала. Кроме того длительность всего производственного процесса сокращается до 6—7 месяцев.

Tamchyna J.: Improving the Quality of Distillates. Kvas. prŮm. 24, 1978, No. 10, pp. 232—234.

The article deals with a new installation, which has been developed for final treatment of distillates giving them fine tastes. It is essentially a five-stage, through-flow, continuous plant with glass vessels of 50 l total capacity. The results achieved with the plant confirm its general-purpose character. Its principal advantage is a marked reduction of losses due to the prevention of evaporation from vessels made impermeable and inert material, and also reduction to 6—7 months of time required to accomplish the process.

Tamchyna J.: Veredelung der Destillate. Kvas. prŮm. 24, 1978, No. 10, S. 232—234.

Es wurde ein kontinuierliches Verfahren der Veredelung der Destillate vorgeschlagen. Die Versuchsergebnisse, die auf der fünfstufigen Durchfluß-Anlage mit Glasgefäßen (Gesamtinhalt 50 l) erzielt wurden, bestätigten die Möglichkeit der allgemeinen Anwendbarkeit. Zu den Vorteilen des Verfahrens gehört die Verminderung der Verdunstungsverluste in Gefäßen aus undurchlässigem inertem Material und die Verkürzung der Gesamtdauer des Prozesses auf 6—7 Monate.