



*A kép illusztráció / Picture is for illustration only
Fotó/Photo: Tolokán Adrienn*

A deflegmáció hatása a gyümölcspárlatok komponenseinek relatív illékonyására

Kulcsszavak:

pálinkafőzés, deflegmáció, pálinka vezéromája, gamma-dekalakton, allil-alkohol, lepárlási jelleggörbe, előpárlat, utópárlat, kozmaalkoholok, páracső

1. Összefoglalás

A WESSLING Hungary Kft. 2013 és 2015 között a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Alap támogatásával a KMR-12 projekt keretében kutatást végzett – többek között – a gyümölcspárlatok lepárlási paramétereinek változtatásával kapcsolatban. A kutatás keretében különböző gyümölcsfajok (alma, körte, meggy, kajszibarack és szilva) jellemző illékony komponenseit vizsgáltuk. Megállapítottuk, hogy a lepárlás folyamán az egyes komponensek tipikus lepárlási jelleggörbéknek megfelelően kerülnek át a párlatba, vagyis jól csoportosíthatók annak alapján, hogy az előpárlati, középpárlati és utópárlati szakaszban milyen mértékben dúsulnak a gőzfázisban a páracső végén. A lepárlás során célszerűen vett frakcióminták elemzése során egyértelmű összefüggést sikerült kimutatni a lepárlás során alkalmazott részleges kondenzáció, vagyis a deflegmációs mérték változása és a lepárlás során a gőzfázisból a párlatba kerülő illékony komponensek relatív illékonyságának változása között. A deflegmáció mértékének csökkenésekor a vizsgált komponensek közül a metanolnak az etanolhoz képest kialakuló relatív illékonysága csökkent, minden más vizsgált komponensé nőtt, azaz a gyümölcspárlatok készítésekor a párlatba kerülő illékony komponensek koncentrációja, vagyis a gyümölcs karakter intenzívebben jelenik meg az alacsonyabb mértékű deflegmáció esetén. A projekt eredményeinek ismeretében lehetővé válik a párlatösszetétel tudatos befolyásolása a lepárlási paraméterek változtatása révén.

2. A vizsgálandó komponensek kiválasztása és a mérés módszere

A vizsgálandó illékony komponensek körének meghatározásakor több szempontot vettünk figyelembe. Egyrészt vizsgáltuk azokat a komponenseket, amelyek a gyümölcspárlatok jogszabályi követelményeinek való megfelelés szempontjából relevánsak, mint pl. a metanol [1], és további 9 db, jogszabályban előírt komponens [2]. Másrészt olyan komponenseket választottunk ki, amelyek a vizsgált gyümölcsfajok esetében vezéromának tekinthetők, vagyis meghatározó módon befolyásolják a fogyasztó számára az adott gyümölcsfajra jellemző karakteres illat és íz kialakulását, mint pl. a kajszibarack esetében a gam-

ma-dekalakton [3], [4], [5], [6], [7], [8], [9], [10], [11], [12], [13], [14], [15]. Bevoltunk továbbá a vizsgálandó komponensek közé néhány olyan vegyületet is, amely a párlathibákra utalhat, mint pl. 2-feniletanol és allil-alkohol.

A vezéromának tekinthető komponensek kiválasztásához felhasználtuk a szakirodalmat, korábbi kutatásaink, valamint külső szakértők által készített tanulmányok eredményét.

Összességében – gyümölcsfajonként eltérő számú – mintegy 75-80 db vegyület vizsgálatára került sor GC-MS-módszerrel.

¹ WESSLING Hungary Kft.

A párlatfrakciók mérését a 2870/2000/EK rendelet mellékletének útmutatásai alapján [2] a WESSLING Közhasznú Nonprofit Kft által fejlesztett módszerrel végeztük, amely alkalmas a gyümölcspárlatok vizsgált illékony komponenseinek kvantitatív meghatározására:

Mérési technika: Gázkromatográfia-tömegspektrometria (GC-MS)

Mintamennyiség: 1 µl párlat, 1:100 split

Injektor: üvegyapottal töltött split/splitless béléscső, 240°C

Vivőgáz: Hélium, 1 ml/perc, állandó térfogatáram
Gázkromatográfias oszlop: ZB-Wax 30 m × 0,25 mm × 0,25 µm

Hőmérsékletprogram: 40°C (2,5 perc), 8°C/perc 170°C-ig, 35 °C/perc 240°C-ig (3,25 perc)

Transfer line hőmérsékletprogram: 170°C (18,5 perc), 35°C/perc 240°C-ig (3,5 perc)

Az ionforrás hőmérséklete: 230°C

A kvadrupól analízátor hőmérséklete: 150°C

Az ionizáló energia nagysága: 70 eV

Detektálás: szelektív ionkövetés (selective ion monitoring, SIM)

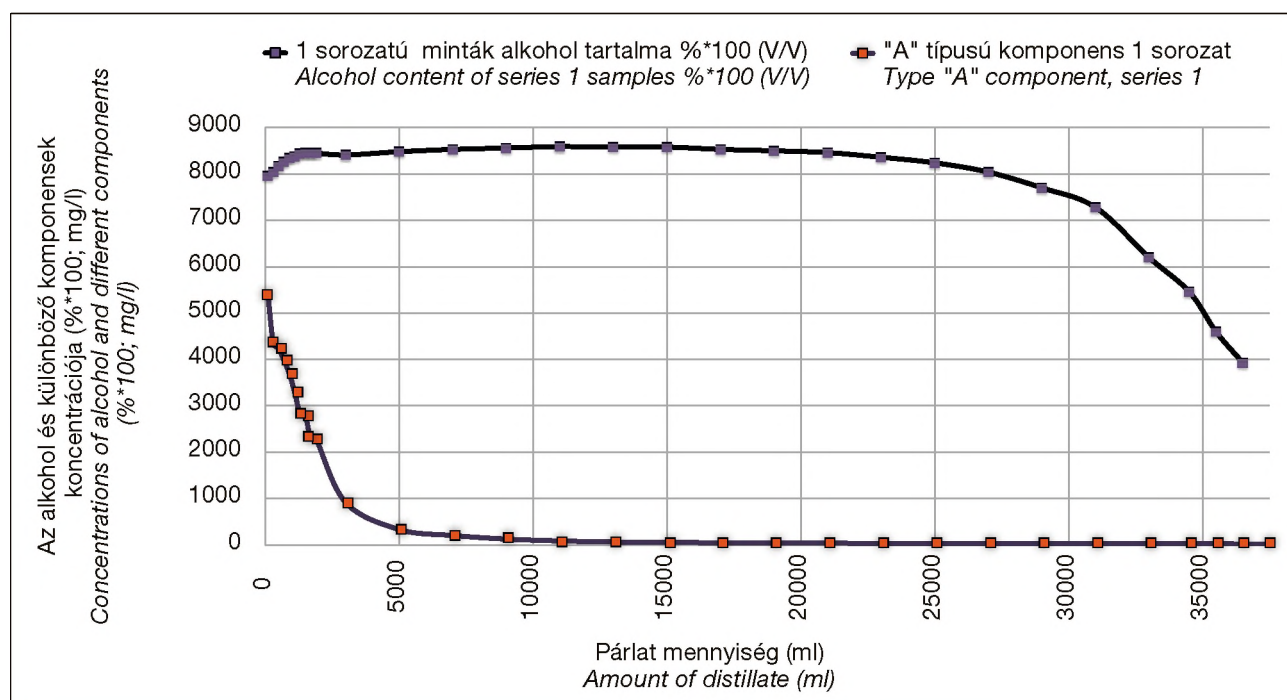
3. A vizsgálati minták elkészítését meghatározó alapelvek

A vizsgálati frakcióminták elkészítésének módját ketős célnak rendeltük alá. Egyrészt meg akartuk határozni az egyes komponensek relatív illékonyságával összefüggő lepárlási jelleggörbéket, másrészt a jelleggörbéknek a deflegmáció mértékétől függő változására fókuszáltunk.

A vizsgálati minták elkészítésének módszere a következő volt: egyfajú gyümölcsből készült homogén, kiejert cefréből, azonos lepárlóberendezésen, egy sorozatban több (2-4 db) lepárlási folyamatot hajtottunk végre. Az egyes lepárlási folyamatok csak abban különböztek egymástól, hogy mindössze egyetlen lepárlási paraméter változtatásával különböző – deflegmációs – mértéket alakítottunk ki az egy sorozathoz tartozó lepárlási folyamatok esetében. Az egyes lepárlási folyamatokhoz tartozó frakciómintákban található komponensek koncentrációjának változása ezáltal összefüggésbe hozható a deflegmáció mértékének változásával.

Tekintettel arra, hogy a lepárlás során a gyümölcseféréből az illékony komponensek az etanolhoz képest kialakuló relatív illékonyságuk alapján kerülnek be a gőzfázisba, a lepárlás közben olyan módon vettünk mintákat a párlatfrakciókból, hogy a lepárlási folyamat egészére értékelhető adatokkal rendelkezünk. A lepárlás elején, az ún. előpárlati szakaszban gyakoribb mintavétellel biztosítottuk, hogy az egyes komponensek esetében még exponenciálisan változó koncentráció adatokból is következtetéseket tudjunk levonni.

A lepárlás során a pillanatnyi deflegmáció mértékével – vagyis a részleges kondenzáció révén a gőzfázisból a folyadékfázisba (vagyis a cefrébe) visszakondenzálódó anyagmennyiséggel szoros – összefüggésben változik a gyümölcspárlat összetétele. A deflegmáció mértékének befolyásolására több lepárlási paraméter is alkalmas, mint pl. a fűtés intenzitás változtatása, vagy a deflegmátorba bemenő hűtővíz hőmérséklete és tömegáramának változtatása. A deflegmá-



1. ábra. „A” típusú lepárlási görbe. Az előpárlat megjelenésétől kezdve meredeken esik a jelleggörbe, majd hozzásimul a vízszintes tengelyhez.

Figure 1. Type „A” distillation curve. The curve drops sharply after the appearance of the heads, then converges to the horizontal axis.

ció mértékének változásával szoros összefüggésben van a képződő párlat etanol koncentrációjának változása, de ugyanezt az összefüggést lehet kimutatni a deflegmáció mértékének változására megváltozó párcső-hőmérséklet esetében is.

4. A lepárlási jelleggörbék csoportosítása

A kísérletsorozatban három különböző lepárlóberendezésen, mintegy 40 lepárlási folyamatban kb. 2000 db párlatfrakció készült el, amelyeknek a mérését és kiértékelését elvégezve egy statisztikailag értékelhető adatbázishoz jutottunk. Bár az egyes lepárlóberendezéseken nem azonos módszerrel történt a deflegmáció mértékének változtatása, de mégis minden esetben azonos következtetést lehetett levonni az egyes komponensekre jellemző lepárlási tulajdonságok vonatkozásában.

Az egyes párlatfrakciókban kimutatható illó komponensek átlagos koncentrációját egy olyan koordináta rendszerben ábrázolva, amelynek a függőleges tengelyén az adott komponens koncentrációja (mg/l) és az etanol koncentrációja (%), míg a vízszintes tengelyén a képződő párlat mennyiség szerepel (ml), egy lepárlási jelleggörbét kapunk. Az adott komponensre vonatkozó különböző lepárlási sorozatokból származó lepárlási görbék hasonló jellegűek, bár alakjuk jelentősen változhat az adott berendezésen, az adott lepárlási folyamathoz kapcsolható deflegmációs mérték függvényében.

Amennyiben a deflegmációs mérték szempontjából hasonló feltételeket biztosítunk a különböző lepárlási folyamatokban, az egyes komponensekhez kapcsó-

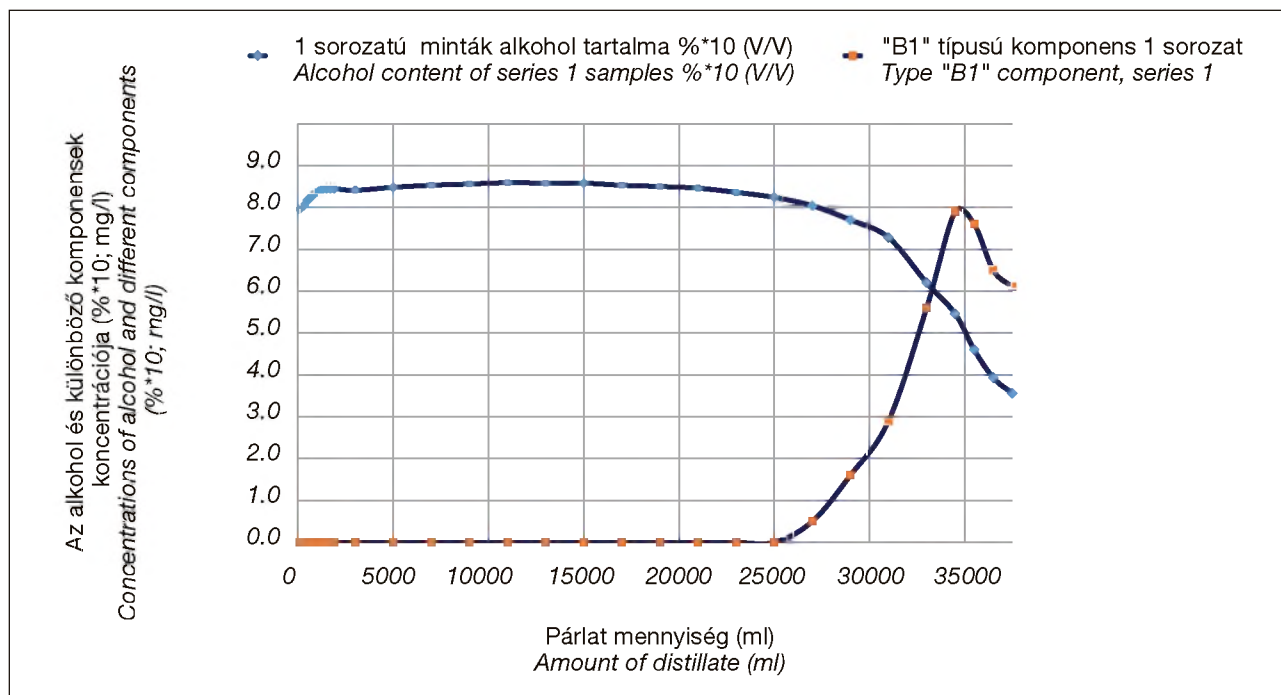
lódó jelleggörbék is hasonló lefutásúak lesznek, függetlenül a lepárlóberendezéstől. Ez a jellemző görbe, amely az előpárlattól az utópárlatig mutatja, hogy az egyes párlatfrakciókban milyen koncentráció változás következik be, a lefutása alapján tipizálható.

Az alábbiakban bemutatásra kerülnek azok a tipikus jelleggörbék, amelyek alapján általános megállapításokat tehetünk az adott típusba sorolható párlat komponensekről. A bemutatott jelleggörbék olyan tudatosan választott deflegmációs célfüggvény esetén alakulnak ki, amikor a párcső hőmérséklete a lepárlási folyamat időtartama alatt állandó iránytangens mellett lineárisan növekszik.

Az alábbiakban az elméleti jelleggörbe típusokhoz hasonló lefutású, oszlopos rendszerű lepárlóberendezésen készült, valós lepárlási eredmények alapján szerkesztett diagramokat láthatunk. (1.-7. ábrák) A példákban szereplő jelleggörbék esetében – elsősorban a lepárlás első harmadában – megjelenő éles töréspontok a lepárlóberendezés szabályozásával függnek össze.

Az „A” típusú komponensek ún. előpárlat-jellegű komponensek, vagyis az előpárlat megjelenésétől kezdve a koncentrációjuk meredeken esik, mint pl. az etil-acetát esetében. (1. ábra)

A „B1” típusú lepárlási görbével rendelkező komponensek jellemzője, hogy az utópárlat elválasztási pont környékén növekszik meg a koncentrációjuk a gőzfázisban, ezért az utópárlat elválasztási pont helyes meghatározásától függ, hogy milyen mértékben képesek befolyásolni a középpárlat összetételét. (2. ábra)



2. ábra. „B1” típusú lepárlási görbe. Az utópárlat elválasztási ponthoz közeledve meredeken emelkedik, majd maximumát elérve meredeken esik a jelleggörbe.

Figure 2. Type „B1” distillation curve. It rises sharply when approaching the end-cut, then drops sharply, after reaching a maximum.

A „B2” típusú lepárlási görbének megfelelően konzenzálódó komponensek koncentrációja a középpárlat középső harmadában a legnagyobb. Sem az előpárlat, sem az utópárlat elválasztási pont változtatása nem befolyásolja jelentősen a középpárlatba kerülő mennyiségüket. (3. ábra)

A „B3” és a „B4” típusú jelleggörbe hasonló lefutású. Az a fő különbség közöttük, hogy a „B3” típusnál egy meredeken emelkedő rövid szakaszt követően esik az adott komponens koncentrációja a párlatban, míg a „B4” típusnál nincs emelkedő szakasz a lepárlás elején. (4. ábra és 5. ábra)

A metanol koncentrációja a lepárlás folyamán közel állandó értéken marad. Az elválasztási pontok változtatásával érdemben nem befolyásolható a középpárlat metanol koncentrációja. (6. ábra)

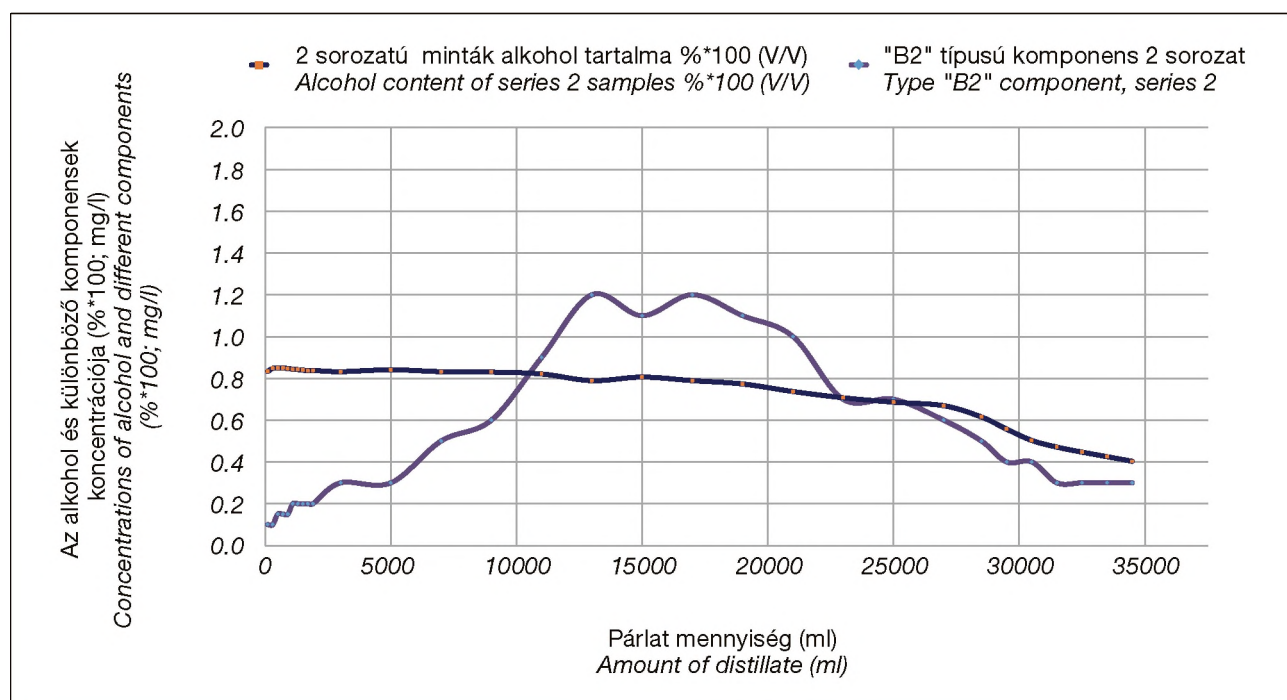
A kozmaalkoholok, mint pl. a 1-propanol, 1-butanol stb. azonos módon viselkednek a lepárlás során. (7. ábra)

5. A deflegmáció mértékének hatása a jelleggörbék változására

A deflegmáció mértékének változtatásával a lineárisan emelkedő páracső hőmérsékleti célfüggvényhez tartozó - jelleggörbétől eltérő jelleggörbék is létrehozhatók a lepárlás során. A jelleggörbe-változtatás célja általában az, hogy bizonyos aromakomponensek nagyobb koncentrációban kerüljenek be a középpárlatba, ezáltal intenzívebben érvényesüljön az adott gyümölcsfajra jellemző illat és íz. Más esetekben pedig célként fogalmazódhat meg a nem kívánatos komponensek koncentrációjának csökkentése a középpárlatban.

A deflegmáció mértékének változtatásával kapcsolatos elemzésekből levonható következtetések alapján a lepárlási paraméterekkel és a párlat összetételével kapcsolatban általános érvényű szabályok fogalmazhatók meg:

- A lepárlás során a deflegmáció mértékének növelésére a rendszer úgy reagál, hogy a páracső hőmérséklete csökken, és egyúttal az adott időtartamhoz kapcsolható párlatfrakció alkoholtartalma, vagyis az alkohol kihozatal növekszik.
- A lepárlás során a deflegmáció mértékének csökkenésére a rendszer úgy reagál, hogy a páracső hőmérséklete növekszik, és egyúttal az adott időtartamhoz kapcsolható párlatfrakció alkoholtartalma, vagyis az alkohol kihozatal csökken.
- A metanol koncentrációja növekszik, ha a deflegmáció mértéke nő.
- Minden további vizsgált illó komponens viselkedése a metanol viselkedésével ellentétes, vagyis a deflegmáció mértékének csökkenésére az adott időszakhoz tartozó párlatfrakcióban a komponensek koncentrációja magasabb lesz, mintha a deflegmáció mértéke nem csökkent volna.
- A deflegmációs mérték túlzott csökkentése olyan mértékű alkoholkhozatal-csökkenéssel járhat a középpárlatra vetítve, ami gazdaságtalanná teheti a folyamatot.
- A kozmaalkoholok átlagos koncentrációja a középpárlatban nő, ha a deflegmáció mértéke csökken.
- A deflegmáció mértékének szabályozására olyan rendszert kell alkalmazni, amely kismértékű, mindössze csak néhány tized Celsius fokos



3. ábra. „B2” típusú lepárlási görbe. A jelleggörbe a középpárlati szakasz elejétől egyenletesen emelkedik, majd maximumát elérve egyenletesen esik.

Figure 3. Type „B2” distillation curve. The curve rises steadily from the beginning of the hearts, and then drops steadily after reaching its maximum.

hiszterézist okoz a párcső tervezett hőmérsékletéhez képest. Ellenkező esetben nagymértékű kilengésekkel reagál a befolyásolni kívánt komponensek koncentrációja a lepárlás során, így nem csak a lepárlási folyamat egészére tervezett párcsőhőmérséklet-változás hatása, hanem a szabályozás tehetetlenségéből adódó nagy amplitúdójú hőmérsékleti kilengések hatása is érvényesül.

A fenti szabályok igazolására néhány jellemző diagramot mutatok be:

A **8. ábrán** látható, hogy a 3. sorozatban beállított alacsonyabb deflegmációs mérték magasabb koncentrációt okozott a B1 típusú komponens esetében, miközben a középpárlatra vetítve átlagosan alacsonyabb alkohol kihozatal keletkezett, mint a 2. sorozatban. Az ábrázolt komponenskoncentráció kilengései az alkoholgörbe kilengéseivel összhangban, de azzal ellentétes irányban jelentkeznek. A deflegmáció mértékének változásával összefüggő párcső hőmérséklet-változásnak megfelelő változások követhetők végig az adott komponens koncentrációjának változásában is.

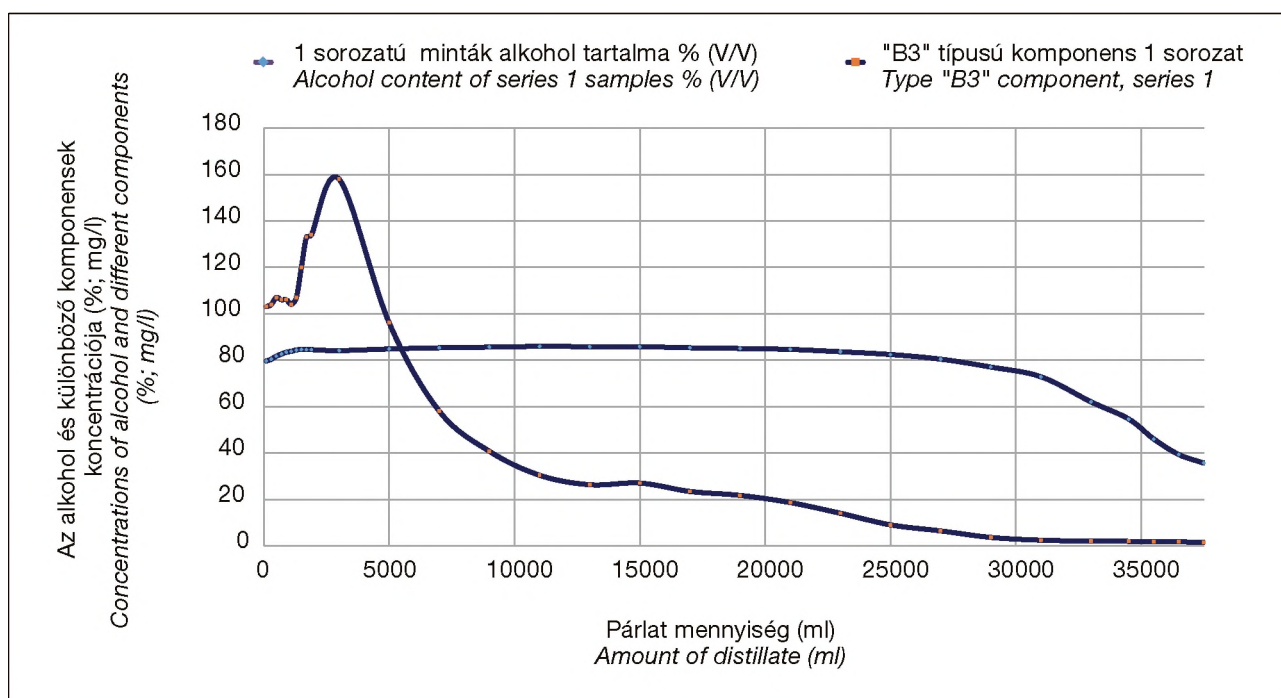
A **9. ábrán** a párcső-hőmérsékletében nyomon követhető nagymértékű kilengések hatása látható a szélső értékek megfelelő pontjainak összekapcsolásával. Jól látható, hogy a deflegmáció mértékének rövid időtartamon belüli változása – pl. a fűtés intenzitás ugrásszerű változása egy fatüzelésű lepárlóberendezés esetében, amikor szakaszosan fát tesznek a tűztérbe, vagy amikor a szabályozott lepárlás során a deflegmátor hűtését megvalósítandó hűtővíz a hőmérsékletszabályzás következtében szakaszosan

megindul – a párlatkomponensek pillanatnyi koncentrációja is jelentős kilengésekkel jelentkezik, ami az egyenletes deflegmációhoz kapcsolható elméleti lepárlási görbétől eltéríti a tényleges lepárlási görbét.

A **10. ábrán** egy tipikus példa látható arra, hogy a lepárlás során hirtelen megnövekedő deflegmáció mértéke milyen hátrányos módon hathat egy számunkra fontos vezéaroma koncentrációjára. Az ábra felső részén a deflegmáció mértékével arányosan változó párcső-hőmérséklet látható. Az ábra alsó részén a párlat alkoholtartalmának és egy B1 típusú komponens koncentrációjának változása látható. Nyilak kapcsolják össze a fontos, összetartozó pontokat. A párcső-hőmérséklet meredek esése jelzi, hogy a deflegmáció hirtelen nagymértékben megnőtt, aminek hatására – a B1 típusú komponensre jellemző elméleti lepárlási görbétől eltérően – nem az következett be, hogy az utópárlat elválasztási pont felé haladva a B1 típusú komponens koncentrációja meredeken emelkedett, hanem a deflegmáció mértékének erőteljes növekedése miatt az adott komponens koncentrációja meredeken esni kezdett. Így sokkal kevesebb aromakomponens juthatott a középpárlatba, mint amennyi akkor jutott volna, ha egyenletes maradt volna a deflegmáció mértéke.

6. Következtetések

A deflegmáció mértékének szerepét a gyümölcspárlatok minőségének kialakításában úgy összegezhetjük, hogy adott összetételű gyümölcscefre alapanyagból magasabb vezéaroma koncentrációval rendelkező, illatosabb, ízesebb termék állítható elő, ha nem túl-

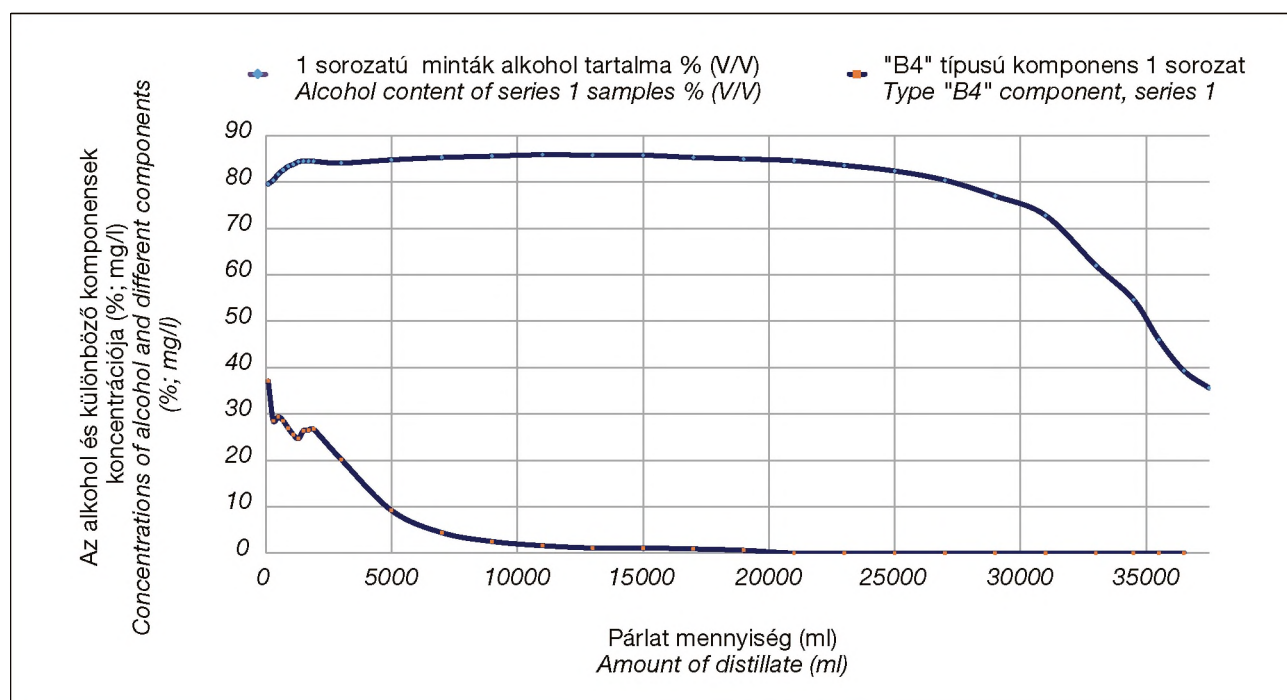


4. ábra. „B3” típusú lepárlási görbe. Az előpárlat megjelenésétől kezdve rövid ideig meredeken emelkedik, miután maximumát elérte kezdetben meredeken, majd enyhébb mértékben folyamatosan esik a középpárlat végéig.
Figure 4. Type „B3” distillation curve. It rises sharply for a short time after the appearance of the heads and, after reaching its maximum, it drops steadily until the end of the hearts, first sharply and then less steeply.

zotán erőteljes deflegmációval történik a lepárlás. Az alacsonyabb deflegmációs mértéknek további előnye, hogy a termék metanolkoncentrációja is alacsonyabb lesz. Ezen előnyök mellett hátrányként jelentkezik, hogy a középpárlatra vetítve az alkoholkhozatal jellemzően kissé alacsonyabb lesz, mintha erőteljesebb deflegmációt alkalmaztunk volna.

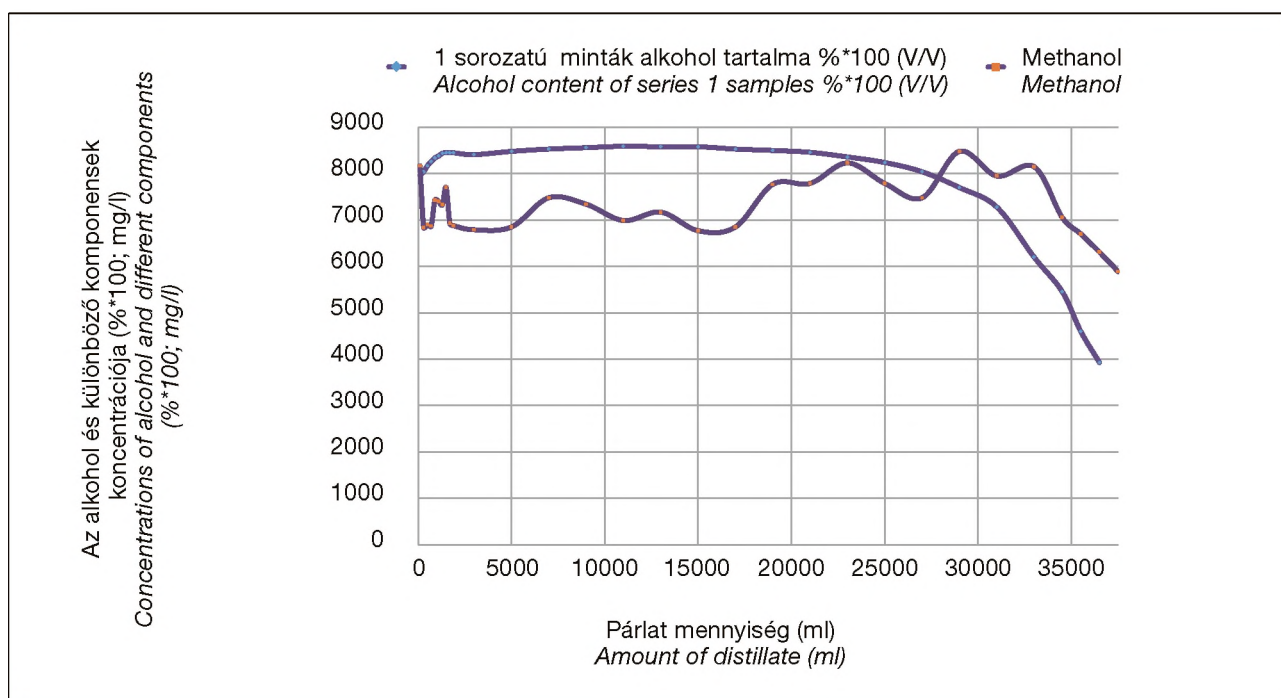
7. Irodalom

- [1] Európai Parlament és a Tanács (2008): 110/2008/EK rendelete a szeszes italok meghatározásáról, megnevezéséről, kiszerezéséről, címkézéséről és földrajzi árujelzőinek oltalmáról, valamint az 1576/89/EK tanácsi rendelet hatályon kívül helyezéséről
- [2] A Bizottság (2000): 2870/2000/EK rendelete a szeszesitalok elemzésére vonatkozó közösségi referenciamódszerek megállapításáról
- [3] Dr. Korány Kornél, Csóka Mariann, Majoros Emese (2006): Sárgabarack-gyümölcs,- pálinka és -szeszesital aromatulajdonságainak feltérképezése GC-MS vizsgálatokkal. Élelmiszervizsgálati Közlemények 2. füzet, 77-84.
- [4] <http://www.thegoodscentscompany.com/> (Hozzáférés 2013.02.10.)
- [5] Tibor Cserhati (2010): Chromatography of Aroma Compounds and Fragrances
- [6] Henk Maarse (1991): Volatile Compounds in Foods and Beverages
- [7] A.J.Wiley and Sons, Inc. Publication (2010.): Handbook of fruits and vegetable Flavors, New jersey, Canada
- [8] Soltész M. (1998.): Gyümölcsfajta-ismeret és használat. Mezőgazda Kiadó, Budapest
- [9] George.A. Burdock (2009.): Feneroli's Handbook of Flavor ingredients CRS. Press. Taylor and Francis Group, London, New York
- [10] Háger-Veress Ádám (2012): Agárdi szakmai napok – Vilmoskörte aromatikája – előadás
- [11] W.Schwab,[et al.] (1990): Glycosidically bound aroma components from sour cherry – Phytochemistry, Vol.29. pp.607-612
- [12] Alan. J. Buglass (2010.): Handbook of Beverages Technical, analytical and Nutritional Aspects, Department of Chemistry, KAIST, Republic of Korea
- [13] E.D.louw, K.i.Theron (2012): Volatile dynamics during maturation, ripening and cold storage of three Japanese plum cultivars (Prunus salicina Lindl.) – Postharvest Biology and Technology 70 (2012) 13-24.
- [14] Incilay Gokbulut, Ihsan Karabulut (2012): SP-ME-GC-MS detection of volatile compounds in apricot varieties – Food Chemistry 132 (2012) 1098-1102.
- [15] H.M. Solis-Solis, [et al.] (2007): Characterization of aroma potential of apricot varieties using different extraction techniques - Food Chemistry 105 (2007) 829-837.

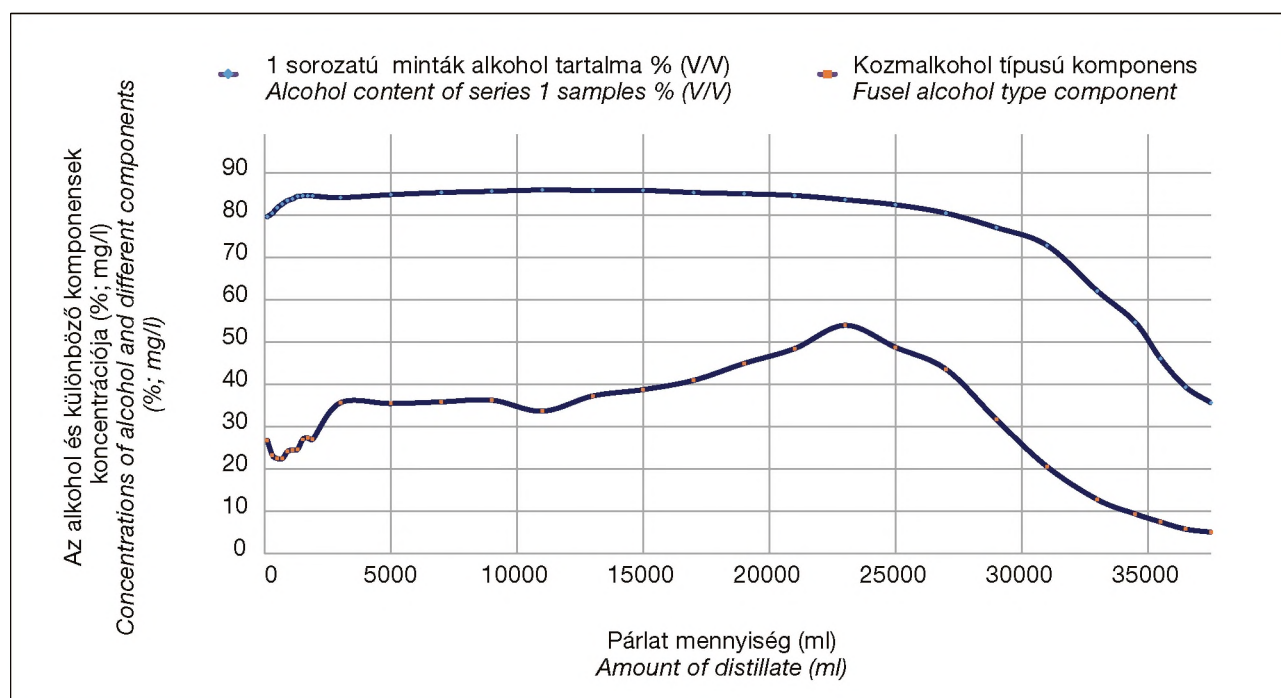


5. ábra. „B4” típusú lepárlási görbe. Az „A” típusú görbénél kevésbé meredeken esve, általában a középpárlat közepéig csökken.

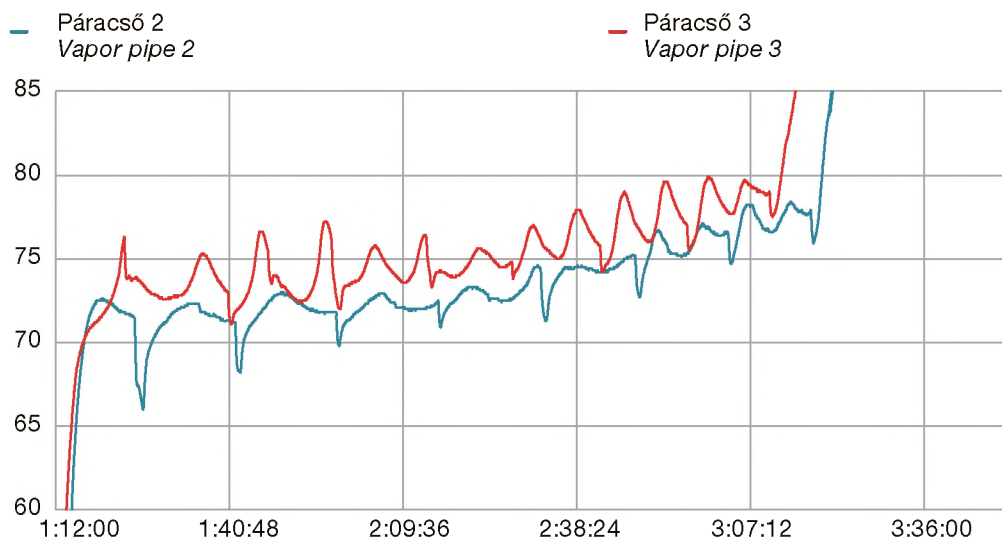
Figure 5. Type „B4” distillation curve. It drops less sharply than the type „A” curve, generally until the middle of the hearts.



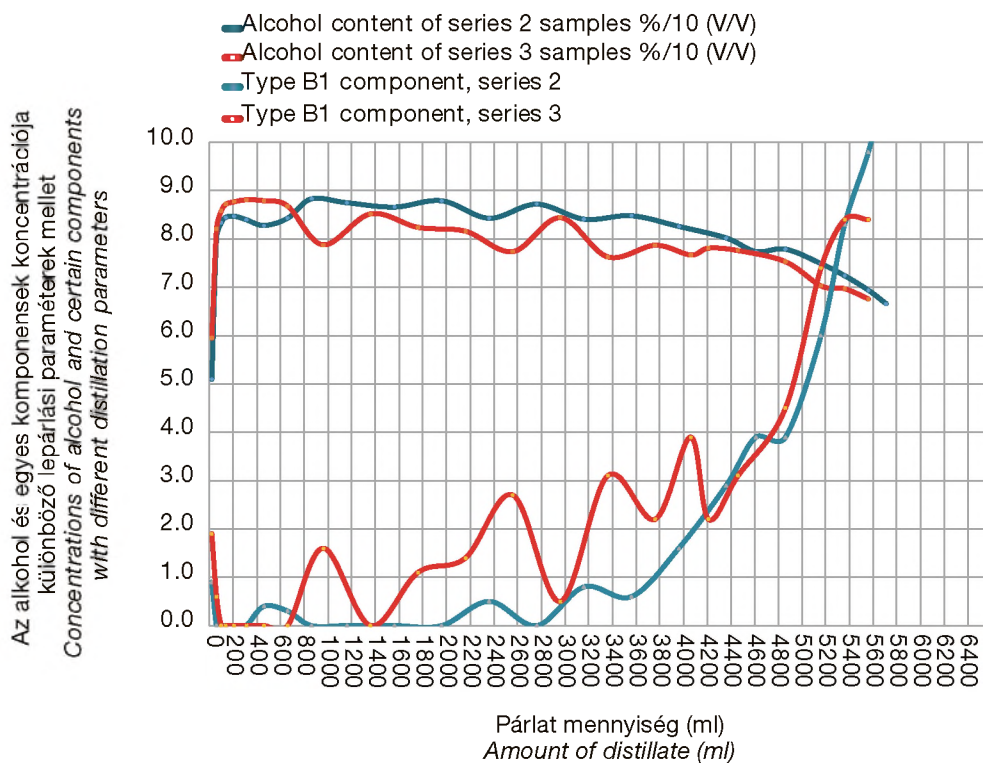
6. ábra. Metanol lepárlási görbe. Az előpárlati szakasztól kezdve közel állandó értéken marad. A jelleggörbe az utópárlat elválasztás felé haladva enyhén emelkedhet.
Figure 6. Methanol distillation curve. Starting with the heads stage, it remains almost constant. The curve can rise slightly towards the end-cut.



7. ábra. Kozmaalkohol típusú lepárlási görbe. Közel egyenletes értéken marad a jelleggörbe a középpárlati szakasz feléig-kétharmadáig, majd az alkoholgörbe csökkenését követve enyhén esik.
Figure 7. Fusel alcohol type distillation curve. The curve remains approximately constant until the middle/two thirds of the hearts, and then it drops gently, following the drop in the alcohol curve.



Párlási folyamat időtartama óra:perc:mp
Distillation process time hr:min:sec



Az alkohol és egyes komponensek koncentrációja különböző lepárlási paraméterek mellett
Concentrations of alcohol and certain components with different distillation parameters

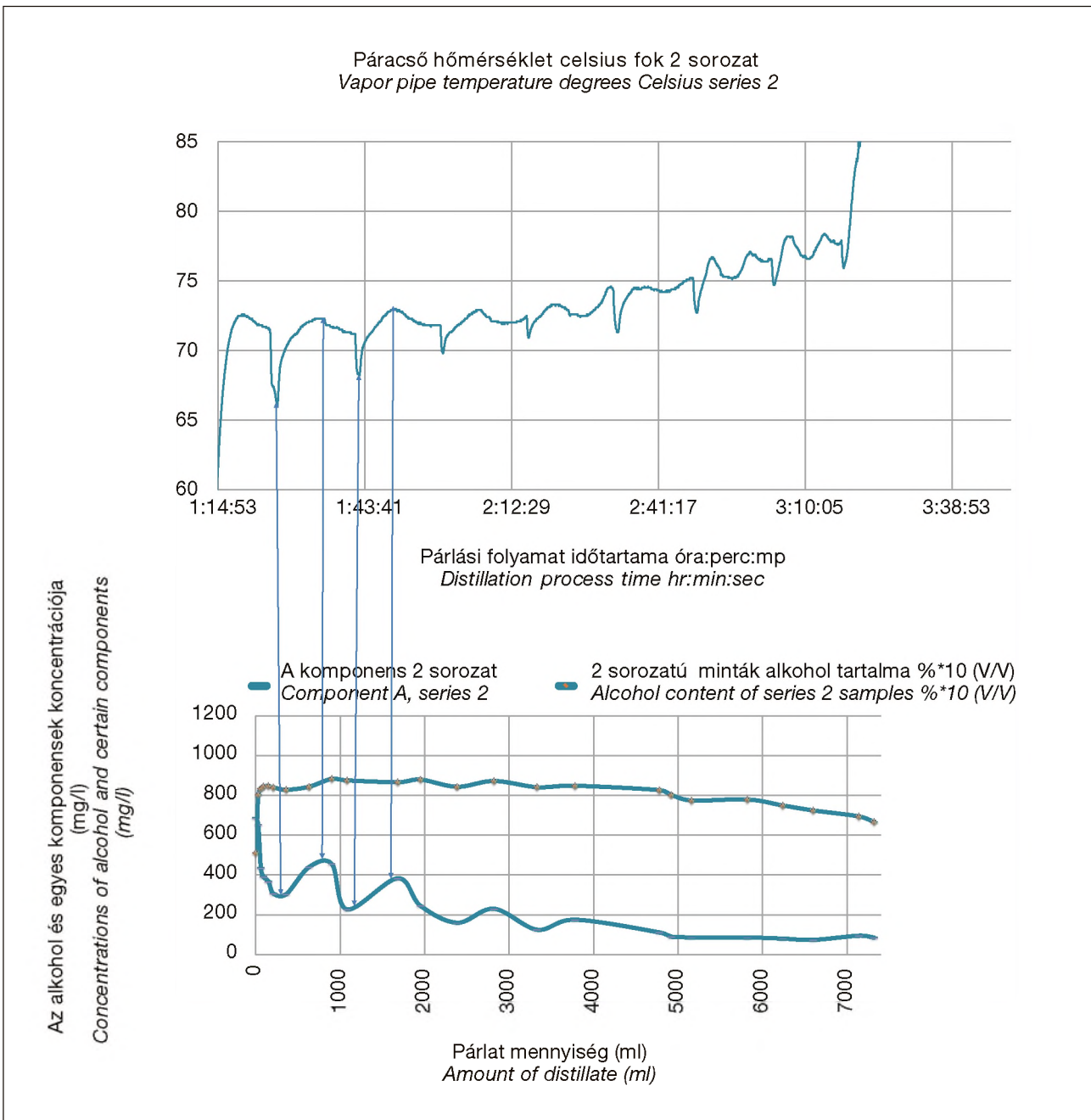
8. ábra. A deflegmáció mértékének növekedésekor a vizsgált illékony komponens koncentrációja csökken a középpárlatban
Figure 8. With increasing dephlegmation degree, the concentration of the volatile component analyzed decreases in the hearts



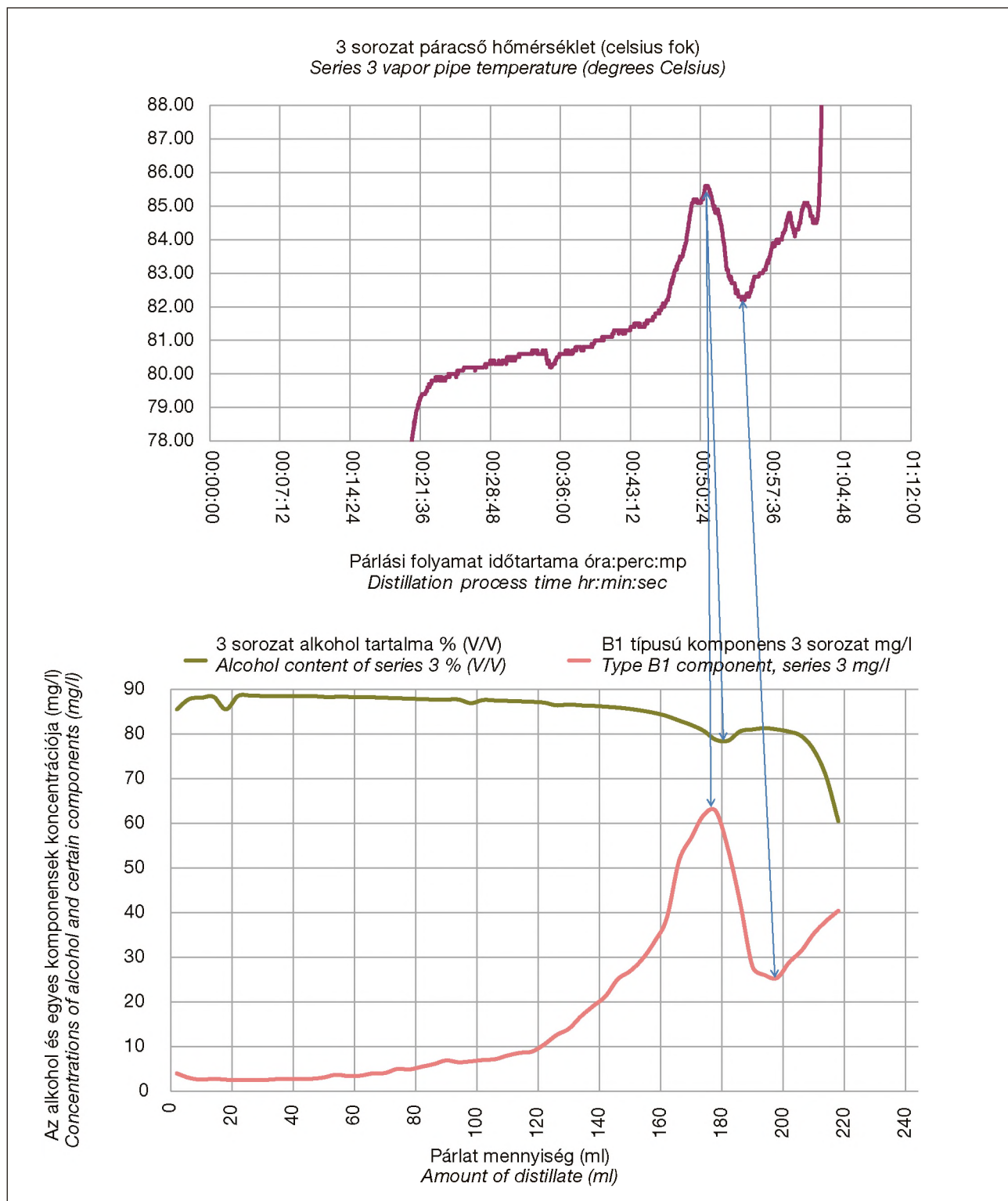
A kép illusztráció / Picture is for illustration only
Fotó/Photo: Tolokán Adrienn



A kép illusztráció / Picture is for illustration only
Fotó/Photo: Tolokán Adrienn



9. ábra. A párcső hőmérsékletének szabályozásával összefüggő deflegmációs mérték változására az illékony komponens is változással reagál. Az összetartozó pontokat nyilak jelölik.
Figure 9. The volatile component reacts to the change in the dephlegmation degree, related to the vapor pipe temperature regulation. Corresponding points are indicated by arrows.



10. ábra. A deflegmáció mértékének ugrásszerű változása jelentősen megváltoztathatja az adott komponensre jellemző lepárlási görbét.
Az összetartozó pontokat nyilak jelölik.

Figure 10. A sudden change in the dephlegmation degree can alter significantly the distillation curve characteristic of the given component.
Corresponding points are indicated by arrows..