

Proizvodnja i analiza kvalitete votke od batata

Slunjski, Natalija

Master's thesis / Diplomski rad

2024

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, FACULTY OF FOOD TECHNOLOGY / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:109:760258>

Rights / Prava: [Attribution-ShareAlike 4.0 International/Imenovanje-Dijeli pod istim uvjetima 4.0 međunarodna](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-01-13**

REPOZITORIJ

PTF

PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK

dabar
DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJI

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of Food Technology Osijek](#)



**SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU
PREHRAMBENO - TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK**

Natalija Slunjski

**PROIZVODNJA I ANALIZA KVALITETE VOTKE OD
BATATA**

DIPLOMSKI RAD

Osijek, rujan, 2024.

TEMELJNA DOKUMENTACIJSKA KARTICA

DIPLOMSKI RAD

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku
Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek
Zavod za prehrambene tehnologije
Katedra za tehnologiju ugljikohidrata
Franje Kuhača 18, 31000 Osijek, Hrvatska

Diplomski sveučilišni studij Prehrambeno inženjerstvo

Znanstveno područje: Biotehničke znanosti
Znanstveno polje: Prehrambena tehnologija
Nastavni predmet: Tehnologija jakih alkoholnih pića
Tema rada je prihvaćena na X. redovitoj sjednici Fakultetskog vijeća Prehrambeno-tehnološkog fakulteta Osijek u akademskoj godini 2023./2024. održanoj 24. srpnja 2024.
Mentor: izv. prof. dr. sc. *Ante Lončarić*

Proizvodnja i analiza kvalitete votke od batata

Natalija Slunjski, 0113147162

Sažetak:

Cilj ovog diplomskog rada bio je ispitati utjecaj različitih proizvodnih postupaka poput dvostruke i trostruke destilacije te destilacije različitim uređajima na kvalitetu votke od batata. Batat za proizvodnju votke je procesiran mljevenjem i ukomljavanjem prije fermentacije. Nakon fermentacije, provedena je dvostruka destilacija na destilacijskoj koloni dok je treća destilacija provedena na destilacijskom kotlu, destilacijskoj koloni i vakuum destilacijom. Svi dobiveni destilati su filtrirani kroz aktivni ugljen, a na dobivenim proizvodima su određeni sljedeći parametri: udio etanola, ukupnog ekstrakta, udjela ukupnih kiselina te pojedinačnih kongenera.

Ključne riječi: votka, batat, destilacija, alkohol, kongeneri

Rad sadrži: 72 stranice
31 sliku
19 tablica
1 prilog
41 literaturnih referenci

Jezik izvornika: hrvatski

Sastav Povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada i diplomskog ispita:

| | |
|---------------------------------------|---------------|
| 1. izv. prof. dr. sc. Antun Jozinović | predsjednik |
| 2. Izv. prof. dr. sc. Ante Lončarić | član-mentor |
| 3. doc. dr. sc. Krunoslav Aladić | član |
| 4. prof. dr. sc. Đurđica Ačkar | zamjena člana |

Datum obrane: 16. rujna 2024.

Rad je u tiskanom i elektroničkom (pdf format) obliku pohranjen u Knjižnici Prehrambeno-tehnološkog fakulteta Osijek, Franje Kuhača 18, Osijek.

BASIC DOCUMENTATION CARD

GRADUATE THESIS

Josip Juraj Strossmayer University of Osijek
Faculty of Food Technology Osijek
Department of Food Technology
Subdepartment of Carbohydrates Technology
Franje Kuhača 18, HR-31000 Osijek, Croatia

Graduate program Food Engineering Study

Scientific area: Biotechnical sciences

Scientific field: Food technology

Course title: Technology of Strong Alcoholic Beverages

Thesis subject was approved by the Faculty of Food Technology Osijek Council at its session no. X. held on July 24, 2024.

Mentor: *Ante Lončarić*, PhD, prof.

Technical assistance: *Name and surname*, title

Production and Quality Analysis of Sweet Potato Vodka

Natalija Slunjski, 0113147162

Summary:

The aim of this thesis was to examine the influence of different production processes such as double and triple distillation and distillation with different devices on the quality of sweet potato vodka. Sweet potatoes for the production of vodka was processed by grinding and crushing before fermentation. After fermentation, a double distillation was carried out on a distillation column, while the third distillation was carried out on a still, a distillation column and vacuum distillation. All obtained distillates were filtered through activated carbon and the following parameters were determined on the obtained products: the proportion of ethanol, the total extract, the proportion of total acids, and individual congeners.

Key words: vodka, sweet potato, distillation, alcohol, congeners

Thesis contains: 72 pages
31 figures
19 tables
1 supplements
41 references

Original in: Croatian

Defense committee:

- | | |
|---|--------------|
| 1. <i>Antun Jozinović</i> , PhD, associate prof. | chair person |
| 2. <i>Ante Lončarić</i> , PhD, associate prof. | Supervisor |
| 3. <i>Krunoslav Aladić</i> , PhD, assistant prof. | Member |
| 4. <i>Đurđica Ačkar</i> , PhD, prof. | stand-in |

Defense date: September 16, 2024

Printed and electronic (pdf format) version of thesis is deposited in Library of the Faculty of Food Technology Osijek, Franje Kuhača 18, Osijek.

DIPLOMSKI RAD JAVNO JE OBRANJEN DANA

16. 9. 2024.

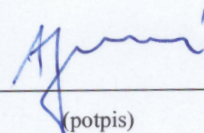
TE OCIJENJEN USPJEHOM

12 vrstama (5)

Pred Povjerenstvom za obranu diplomskog rada:

1. izv. prof. dr. sc., Antun Jozinović

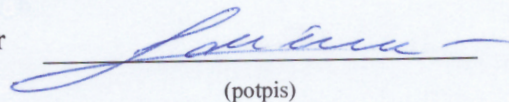
predsjednik



(potpis)

2. izv. prof. dr. sc., Ante Lončarić

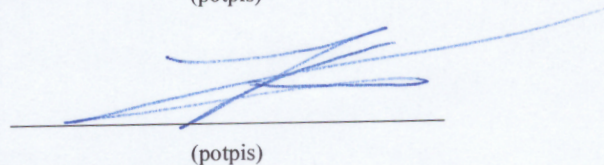
član-mentor



(potpis)

3. doc. dr. sc. Krunoslav Aladić

član



(potpis)

Zahvaljujem svom mentoru izv. prof. dc. sc. Anti Lončariću na strpljenju, podršci i pomoći tijekom cjelokupnog procesa izrade ovog diplomskog rada.

Najveću zahvalnost dugujem svojoj obitelji, posebno roditeljima, koji su me podupirali tijekom cijelog mog školovanja. Vaša podrška mi je bila najveći motiv kroz ovo životno putovanje.

Posebno bih željela zahvaliti mojim prijateljima te kolegama s fakulteta, koji su mi pružali moralnu podršku te učinili teške trenutke lakšima.

Na kraju, zahvaljujem se svim profesorima i osoblju Prehrambeno – tehnološkog fakulteta Osijek, čije su znanje, rad i trud uvelike doprinijeli mom akademskom razvoju i postignućima.

Hvala Vam svima od srca.

Sadržaj

| | |
|--|-----------|
| 1. UVOD..... | 1 |
| 2. TEORIJSKI DIO | 3 |
| 2.1. VOTKA..... | 4 |
| 2.2. SIROVINE ZA PROIZVODNJU VOTKE | 5 |
| 2.2.1. Žitarice..... | 5 |
| 2.2.2. Krumpir | 6 |
| 2.2.3. Ostale sirovine | 7 |
| 2.3. PROIZVODNJA VOTKE | 9 |
| 2.3.1. Obrada sirovine | 10 |
| 2.3.2. Fermentacija | 12 |
| 2.3.3. Destilacija..... | 13 |
| 2.4. POSTDESTILACIJSKE OPERACIJE..... | 17 |
| 2.4.1. Filtracija..... | 17 |
| 2.4.2. Odležavanje votke | 18 |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO | 19 |
| 3.1. ZADATAK | 20 |
| 3.2. MATERIJALI..... | 20 |
| 3.3. METODE..... | 20 |
| 3.3.1. Priprema sirovine..... | 20 |
| 3.3.2. Konverzija šećera | 21 |
| 3.3.3. Fermentacija | 26 |
| 3.3.4. Destilacija | 29 |
| 3.3.5. Postdestilacijske operacije..... | 37 |
| 3.3.6. Analiza kvalitete proizvedene votke..... | 39 |
| 4. REZULTATI I RASPRAVA..... | 49 |
| 4.1. KEMIJSKA ANALIZA | 50 |
| 4.2. ODREĐIVANJE UDJELA ETANOLA | 51 |
| 4.2.1. Određivanje etanola u frakcijama..... | 51 |
| 4.2.2. Određivanje etanola u votki proizvedenoj različitim tipom destilacije | 52 |
| 4.3. ODREĐIVANJE UDJELA KONGENERA..... | 53 |
| 4.3.1. Određivanje udjela kongenera u frakcijama | 53 |
| 4.3.2. Određivanje kongenera u votki proizvedenoj u destilacijskom kotlu | 55 |
| 4.3.3. Određivanje kongenera u votki proizvedenoj u destilacijskoj koloni..... | 56 |
| 4.3.4. Određivanje kongenera u votki proizvedenoj u vakuum destilacijom | 58 |
| 4.4. SENZORSKA ANALIZA..... | 60 |
| 5. ZAKLJUČCI..... | 63 |

| | |
|---------------------------|-----------|
| 6. LITERATURA..... | 65 |
| 7. PRILOZI..... | 71 |

Popis oznaka, kratica i simbola

ABV – volumena alkohola

ABW – alkohola po težini

AC – aktivni ugljen

CAGR – složena godišnja stopa rasta

DK – destilacijska kolona

DLG - Deutsche Landwirtschafts-Gesellschaft (Njemačko poljoprivredno udruženje)

FAO – Organizacija za prehranu i poljoprivredu

GC – plinski kromatograf

I.S. – interni standard

IWSR – International Wine and Spirits Record

RRF – faktor odzivanja detektora

v/v – volumen po volumenu

VD – vakuum destilacija

1. UVOD

Votka je najpopularnije alkoholno piće Poljske, Rusije te zemalja Sjeverne Europe. Dobivena je od etilnog alkohola dobivenog fermentacijom sirovina poljoprivrednog porijekla bogatih škrobom, kao na primjer: krumpir, žitarice, batat i sl. U Rusiji se najčešće koriste žitarice kao sirovina za proizvodnju votke, dok se u Poljskoj najviše koristi krumpir (Wiśniewska i sur., 2015).

Sama povijest votke potječe iz 16. st. gdje se pojam „votka“ koristio za destilirani alkohol dobiven iz žitarice. U to vrijeme, votka se nije konzumirala kao čisti destilirani produkt već se u nju dodavalo voće te bilje kako bi se prikrio njen okus i potencijalno lošija kvaliteta. Filtracija votke s ciljem uklanjanja nepoželjnih kongenera okusa, kao što su na primjer: patočna ulja, viši alkoholi, esteri te acetaldehid, korištena je tek od 19. stoljeća. Za revoluciju votke kakva se konzumira danas, odnosno kao piće koje obožavaju mnogi, najzaslužniji su Rusi. S druge strane Poljaci se mogu pohvaliti sa posebnom vrstom votke Zubrowka, odnosno votkom s dodatkom bisonove trave, a smatra se da su upravo tu votku pili bogati plemići (Pauley i Maskell, 2017).

U današnje vrijeme kažemo da je votka piće bez arome, okusa te boje, međutim njen karakter se odražava u teksturi. Isto tako je piće bez kojeg se ne može napraviti gotovo ni jedan koktel (Hodel, 2023).

2. TEORIJSKI DIO

2.1. VOTKA

Votka je jako alkoholno piće neutralnog okusa, dobiveno od etilnog alkohola koji je nastao fermentacijom uz pomoć kvasca te ugljikohidrata poljoprivrednog porijekla. Najčešće je konzumirana samostalno, ali se također koristi i za dobivanje drugih alkoholnih pića. Najpopularnije je alkoholno piće Poljske, Rusije te drugih europskih zemalja, a može se reći da je popularna i kod stanovnika Ujedinjenog Kraljevstva te Sjedinjenih Američkih Država. Europsko zakonodavstvo opisuje votku kao piće dobiveno od etanola proizvedenog fermentacijom krumpira, žitarica te drugih poljoprivrednih sirovina. Neutralni karakter definiran je tako što votka treba imati vrlo malo aroma, odnosno minimalni udio ostalih kongenera. Također, nužno je da bude bezbojna i bistra (Wiśniewska i sur., 2015). Promatrajući tržište, votka i dalje ostaje vodeći alkoholni destilat u prodaji i količini u SAD-u, prema podacima Vijeća za destilirana pića SAD-a. Kategorija votke u SAD-u generirala je 7,2 milijarde američkih dolara prihoda u 2022. godini, što je pad od 0,3% u odnosu na prethodnu godinu, dok je njezina količina pala za 1,5 % na 76,9 milijuna devet-litarskih kutija.

Unatoč padu u SAD-u, globalno se procjenjuje da će kategorija do 2023. godine vrijediti 40,25 milijardi američkih dolara, prema izvješću „*Research and Markets*“. Izvješće predviđa složenu godišnju stopu rasta (CAGR) od 5,6 % za prognozirano razdoblje. IWSR je naveo da je premium i viši segment zabilježio pozitivniji rast, povećavši potrošnju u volumenu za 6 % u 2022. godini, s očekivanim CAGR-om od 3 % u volumenu od 2022. do 2027. godine (World Spirits Report, 2023).

Kada se promatra regulativa, najvažnija je upravo jačina alkoholnog destilata nakon destilacije. Odnosno, prema Europskoj regulativi ona treba biti 96 v/v %, dok prema regulativi Sjedinjenih Američkih Država traženi postotak jest 95 v/v %. Sljedeće na što regulativa obavezuje proizvođače jest to da je etilni alkohol dobiven iz sirovina poljoprivrednog porijekla. Najpopularnije sirovine su upravo žitarice i krumpir, no i druge slične namirnice su dozvoljene. Na tržištu se mogu pronaći votke dobivene od žitarica, leguminoza, krumpira, šećerne repe, artičoke, konzumnog šećera, melase, tapioke i sl. (Hodel, 2023).

Različitost početne jačine alkohola dovodi i do različitog okusa. Upravo zbog toga smatra se kako koristeći se s 96 % etilnim alkoholom, koji je propisan Europskom regulativnom, dobiva poželjan neutralan i okus sa svilenkastom teksturom. Razlikama u proizvodnji definirana su četiri tipa votke:

- sjeverni stil – neutralni okus dobiven od sirovina koje nisu uklonjene,
- zapadni stil – neutralna i svilena,
- aromatizirana – dodatak aroma u prethodno dva navedena tipa i
- odležana – jako alkoholno piće je u doticaju s drvenim bačvama ili drugim drvenim alternativama (Hodel, 2023).

Kao što je već spomenuto votka se dobiva od različitih sirovina, a samim time konačan produkt može biti drugačiji. Također, zbog izrazito niske koncentracije kongenera (osim etanola) u votki vrlo ju je teško kemijski analizirati. Najčešća analiza koja se koristi jest plinska kromatografija koja ima mnoge prednosti poput visoke osjetljivosti i rezolucije. Ova metoda omogućava identifikaciju velikog broja komponenata (Wiśniewska i sur., 2015).

2.2. SIROVINE ZA PROIZVODNJU VOTKE

Sirovina može biti bilo koja škrobna namirnica kao što su žitarice, krumpiri, sirovine bogate saharozom, kasava, melasa i sl. Sirovine se mogu koristiti samostalno ili se mogu kombinirati (Hodel, 2023). Sve ove sirovine osiguravaju nužne ugljikohidrate za fermentaciju. Sirovine se podliježu primarnoj obradi kako bi se dobila smjesa bogata nutrijentima i ugljikohidratima. U tu smjesu dodaje se kvasac koji nakon kraćeg vremena provodi fermentaciju. Ključan postupak prilikom proizvodnje jest kada se iz sirovine dugački lanci škroba (polimer) prevode u manje monomere, koji su nužni za samu fermentaciju i dobivanje alkohola, ugljičnog dioksida te drugih metabolita kvasca tijekom fermentacije (Wiśniewska i sur., 2015).

2.2.1. Žitarice

Pšenica i kukuruz (**Slika 1**) glavne su žitarice za proizvodnju alkohola. Osim njih potencijalne sirovine koje su se pokazale kao dobar izvor škroba su sirak i proso (Agu i sur. 2006).

a) Pšenica (*lat. Triticum*) – koristi se kao sirovina u mlinarstvu, prehrambenoj i farmaceutskoj industriji. Najznačajniji je ratarski usjev jer se njome zasijava $\frac{1}{4}$ obradivih površina na svijetu. Iz posijanog zrna pšenice razvijaju se 1,0 do 1,5 m visoke vlati koje se u vrijeme zriobe oboje u zlatno - žutu boju (Web 1). Zrno pšenice sadrži prosječno 66,4 % ugljikohidrata, 13 % bjelančevina, 3 % celuloze, 1,5 % masti, 1,7 % mineralnih tvari i 14,4 % vode. Najveći

proizvođači su Kina, Indija te Sjedinjene Američke Države, dok se u Hrvatskoj pšenica uzgaja na 215 000 ha, uglavnom u područjima Slavonije i Baranje (Web 2).

b) Kukuruz (*lat. Zea mays*) – jednogodišnja je biljka jarog tipa razvoja. Osnovni gospodarski značaj kukuruza proizlazi iz svojstava same biljke, raznovrsnosti upotrebe i obima proizvodnje. Gotovo svi dijelovi biljke mogu poslužiti za preradu, pa to kukuruzu daje poseban ekonomski značaj. Prema sastavu sadrži 70 – 75 % ugljikohidrata, 10 % bjelančevina, 5 % ulja, 15 % mineralnih tvari te 2,5 % celuloze. Za proizvodnju votke koristi se njeno zrno (Web 3).



Slika 1 Zrna kukuruza (lijevo) i pšenice (desno) (Web 4)

Zbog gore navedenih visokih udjela ugljikohidrata, ove namirnice su idealne za korištenje prilikom proizvodnje etilnog alkohola. One se melju, a mljevena žitarica se kuha u vodi. Tijekom kuhanja dolazi do želatinizacije škroba koji se hidrolizira do glukoze koristeći amilolitičke enzime. Glukoza se u procesu fermentacije prevodi u alkohol i ugljični dioksid, nakon uklanjanja ugljičnog dioksida alkohol se koncentrira destilacijom (Smith i sur., 2006).

2.2.2. Krumpir

Krumpiri su jako važni usjevi, a od njih se jedino uzgaja više pšenica, kukuruz i riža. Uzgoj krumpira (*lat. Solanum tuberosum*) (**Slika 2**) prema Organizaciji za prehranu i poljoprivredu (FAO) iznosila je u 2022. godini 375 milijuna tona na 19,2 milijuna hektara zemlje (FAO).



Slika 2 Gomolj krumpira lat. *Solanum tuberosum* (Web 5)

Krumpir je višegodišnja zeljasta biljka. Sirovi gomolji u prosjeku sadrže 75 % vode, 18,2 % škroba, 2 % bjelančevina, 15 % šećera, 1 % celuloze, 0,1 % masti, 0,2 % kiselina. Odličan je izvor složenih ugljikohidrata, odnosno škroba, vitamina C i B, ne sadrži kolesterol i sol, a sadrži potrebne minerale kao kalij, magnezij i željezo (Web 5). Proizvodnja alkoholnih pića temeljena je na kvaščevo - kataliziranoj kemijskoj konverziji šećera u etilni alkohol i ugljični dioksid. Alkohol koji se dobiva nakon ovog procesa koristi se za proizvodnju votke (Menezes i sur., 2016).

2.2.3. Ostale sirovine

Ostale sirovine koje se mogu koristiti su kasava, melasa, batat, riža, tapioka i druge slične namirnice.

Kasava je biljka koja se najčešće uzgaja u Brazilu ili drugim zemljama Južne Amerike, ali se sve češće uzgaja na svim tropskim područjima. Ova biljka je izvor velike količine škroba, ali zbog nedostatka saharifikacijskog enzima (celuloza, pentoza, amiloza) ne koristi se prečesto u proizvodnji alkohola (Benvenga i sur., 2016).

Melasa je nusproizvod šećerne industrije. Većinom se koristi kao stočna hrana, a može se koristiti i kao supstrat za proizvodnju pekarskog kvasca te u proizvodnji etanola. Osim smanjivanja otpada, korištenjem melase u alkoholnoj industriji omogućuje se i razvoj ove tehnologije u zemljama koje su vodeće pri proizvodnji šećera (Kopsahelis i sur., 2007).

2.2.3.1 Batat

Batat (*lat. Ipomoea batatas*) (**Slika 3**) je višegodišnja biljka koja pripada porodici slakova (*Convolvulaceae*). Potječe iz Srednje i Južne Amerike. U Europi je do nedavno bila relativno nepoznata kultura te je njegova proizvodnja u Hrvatskoj tek na početku. Zbog naziva koji dolazi iz engleskog jezika (*eng. Sweet potato*) često se krivo povezuje s krumpirom s kojim ne dijeli porodicu. U prehrani se konzumira kao kuhan ili pečen, a sadržava mnoštvo ugljikohidrata, vitamina (A, C, E, B6), minerala (Cu, Mn, K, Fe). Budući da sadržava vrlo malo masti, često se može pronaći u prehrani sportaša. Osim u prehrani, česta je njegova primjena u farmaceutskoj industriji za proizvodnju dijetetskih proizvoda, a koristi se kao i stočna hrana (Web 6).



Slika 3 Poprečni presjek različite vrste batata (Web 7)

Kada je riječ o kemijskom sastavu, on sadrži 76 % vode, 20,7 % ugljikohidrata, 2 % bjelančevina, te 1,3 % otpada na ostale tvari. Njegova svojstva mijenjaju se tijekom termičke obrade, ali u njegovom slučaju postoji zanimljiva činjenica. Sirovi batat ima velik udio škroba koji tijekom kuhanja ili pečenja prelazi u maltozu, odnosno, sladni šećer, pa se njegovom obradom povećava i slatkoća namirnice. Navedena konverzija je moguća jer batat sadrži značajnu količinu endogenih enzima amilaze. Ti se enzimi, između ostalog, mogu koristiti u proizvodnji maltoze iz batata, ali i za djelomičnu pred-hidrolizu škroba, koja se zatim završava dodatkom komercijalnih amilolitičkih enzima.

Također, dužim čuvanjem dozrijeva i postaje opet još slađi, jer se škrob pretvara u šećer. Važno je napomenuti da se batat skladišti na temperaturi između 13 i 16 °C kako bi sačuvalao

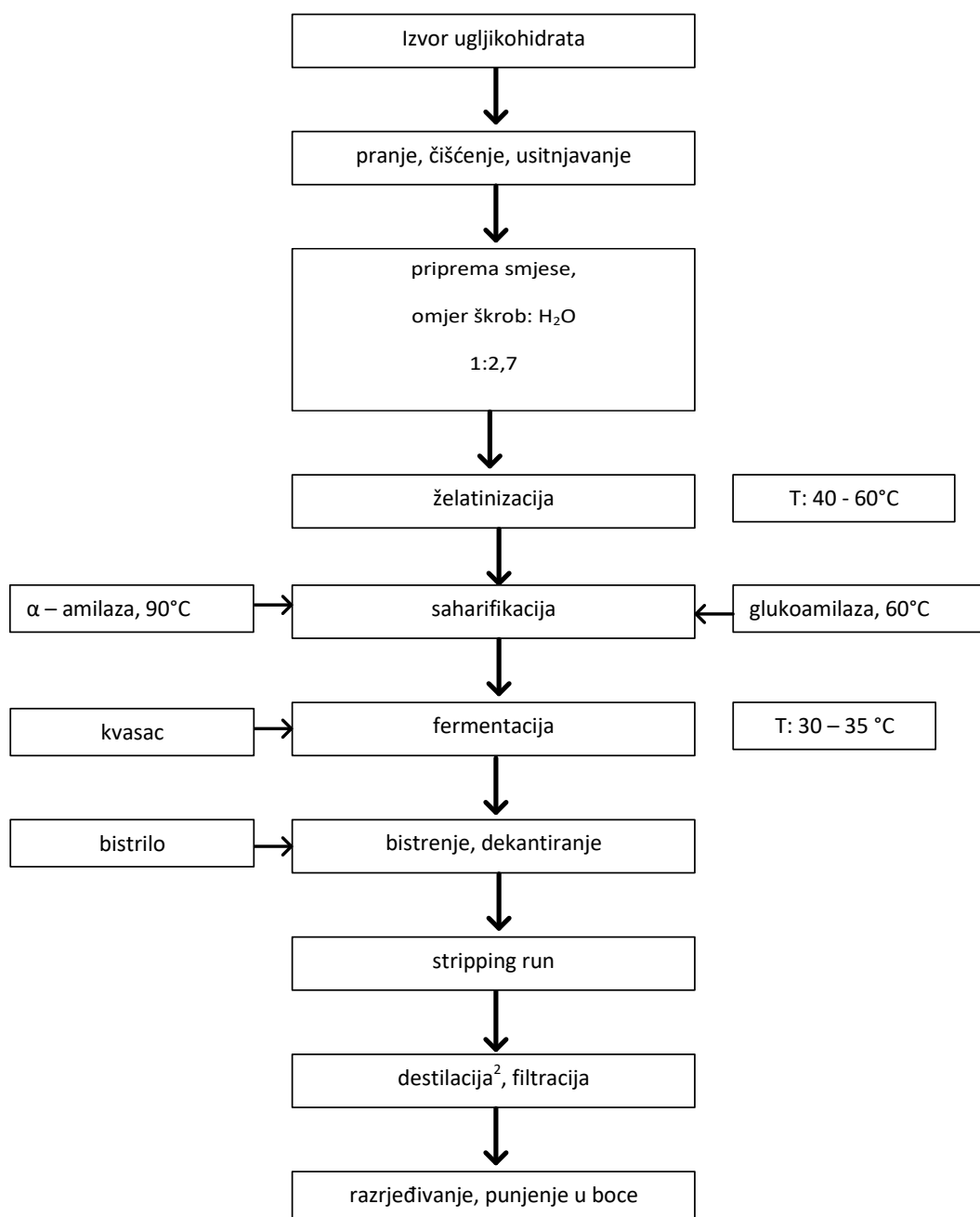
svoja nutritivna svojstva i kako bi se spriječilo njegovo kvarenje. Iz tih razloga ne smije se čuvati i skladištiti u hladnjačama (Web 8).

Zabilježeno je da se batat proizvodi u 111 zemalja, a čak 90 % proizvodnje čini Azija, od koje je upravo Kina najveći svjetski proizvođač batata. Kina godišnje proizvede oko 70 milijuna tona batata. Osim u alkoholnoj industriji, može se koristiti i u industriji bezalkoholnih pića, a najčešće se koristi u prehrambenoj industriji kao dodatak džemovima, pahuljicama, tjestenini, brašnu ili kao čips. U alkoholnoj industriji osim za dobivanje votke može se još i koristiti i za dobivanje Shochu-a, tradicionalnoj japanskog jakog alkoholnog pića (Weber i sur., 2018).

Batat zbog svojeg visokog udjela škroba pokazuje potencijal za proizvodnju, već spomenutih, jakih alkoholnih pića, odnosno votke. Batat se lako prilagođava bilo kakvom tlu gdje se on uzgaja. Također, bolje je otporan na štetočine i bolesti u odnosu na ostale usjeve te ima kraći ciklus uzgoja. Uzgoj batata traje četiri do šest mjeseci. Također, svi dijelovi biljke mogu se koristiti za alkoholnu fermentaciju. Zbog ovih razloga, treba imati na umu kako je batat potencijalno odlična sirovina za proizvodnju votke jer kada se uzmu u obzir da je uzgoj tek u začetku te postoji mogućnost napredovanja, on bi mogao biti sirovina koja će najmanje koštati proizvođača, a samim time i cjenovno krajnje piće će biti jeftinije za potrošača. Proizvodnja alkoholnih pića od ove sirovine i dalje nije dovoljno razvijena, odnosno, nije iskorišten njen potpuni potencijal (Cantos-Lopes i sur., 2018).

2.3. PROIZVODNJA VOTKE

Proizvodnja etilnog alkohola, a samim time i votke, uključuje prevođenje ugljikohidrata u fermentirajuće šećere, fermentaciju pod djelovanjem mikroorganizam kvasaca te odvajanje etanola od vode i kongenera, odnosno postupak destilacije. Destilacija je ključna, a poslije nje slijede operacije filtracija i odležavanje. Radi postizanja neutralnog, votki karakterističnog okusa, tijekom cijelog procesa važno se je pridržavati određenih temperatura tijekom procesa prikazanog na shemi proizvodnje votke (**Slika 4**) (Hodel, 2023).



Slika 4 Shematski prikaz proizvodnje votke (Hodel, 2023)

2.3.1. Obrada sirovine

Ovisno o početnoj sirovini određujemo parametre saharifikacije i želatinizacije. Najčešće je potrebno sirovinu kuhati te u nju dodati sladovinu ili enzime. Konverzija šećera je postupak kojim ugljikohidrate pretvaramo u fermentirajuće šećere. Ova operacija ovisi o tome koju sirovinu koristimo za proizvodnju etanola. Škrob je molekula koja se sastoji od dva polimera glukoze, linearne amiloze i razgranatog amilopektina. Upravo oni se moraju transformirati u

fermentirajuće šećere. Veze amiloze (α -(1→4)) te intramolekularne veze amilopektina (α -(1→6)) su čvrste i ne pucaju u hladnoj vodi. Proces saharifikacije u destilerijama vrši se djelovanjem temperature uz postupak poznat kao enzimska likvefakcija. Želatinizacija je ireverzibilan postupak. Kod ovog postupka pod djelovanjem temperature (**Tablica 1**) voda ulazi u granulu škroba, granula bubri te pucaju veze. Enzimi poput α - amilaze i glukoamilaze koriste se kako bi se hidrolizirao škrob ispod njegove temperature želatinizacije (Hodel, 2023).

Tablica 1 Temperatura želatinizacije različitih sirovina (Hodel, 2023)

| IZVOR ŠKROBA | TEMPERATURA ŽELATINIZACIJE (°C) |
|---------------------|--|
| Pšenica | 58 – 64 |
| Kukuruz | 62 – 72 |
| Krumpir | 60 – 70 |
| Batat | 65 – 76 |

2.3.1.1 Konverzija šećera batata

Uspješnost fermentacije, odnosno cijela uspješnost proizvodnje votke, ovisi upravo o konverziji škroba u fermentirajuće šećere te o fermentaciji tih šećera koristeći mikroorganizme. Batat sadrži, ovisno o vrsti, 35 – 85 % škroba u odnosu na suhu biomasu. Također, sadrži i malu količinu glukoze, fruktoze i saharoze (5 – 38 %). Kako bi se dobili fermentirajući šećeri, batat se može hidrolizirati enzimima, kiselinama i ionskim otopinama. Najpopulariji i najbolji način jest upravo korištenje enzima. α – amilaza katalizira α -(1→4)-glikozidnu vezu škroba u dekstrine, maltozu i glukozu, dok amiloglukoksidaza djeluje na α -(1→4) i α -(1→6) - glikozidnu vezu škroba i daje glukozu (Dewan i sur., 2013).

2.3.2. Fermentacija

Za dobivanje alkohola najčešće se koristi kvasac *Saccharomyces cerevisiae* koji je eukariotski organizam, a pripada carstvu Gljiva (*lat. Fungi*). Osim njega, rjeđe se koriste i *Candida apicola*, *Hanseniaspora occidentalis*, *Pichia subpelliculosa*, and *Schizosaccharomyces pombe*, *Schwanniomyces occidentalis*, *Brettanomyces bruxcellensis*, *Pichia stipitis*, *Pachysolen tannophilus* te *Torulasporea delbrueckii* (Hodel, 2023). Kvasac može biti dostupan u destilerijama u nekoliko formi, najpopularniji je svježi (15 – 20 % suhe tvari) te suhi aktivni kvasac (95 % suhe tvari). Odabir tipa kvasca kojeg će koristiti tijekom fermentacije je na samoj destileriji, ali velike industrije najčešće odabiru svježi kvasac iako ima znatno kraći vijek. Odnosno, svježi kvasac ima rok trajanja nekih 28 dana, dok suhi kvasac ima rok čak godinu dana. Manje destilerije zbog toga koriste suhi kvasac jer je očekivano da će oni potrošiti manju količinu kroz određeni period u odnosu na velike industrije (Pauley i Maskell, 2017).

Fermentacija svih alkoholnih pića je slična te ima optimalne uvjete za djelovanje kvasca. Razlika prilikom proizvodnje votke od drugih alkoholnih pića jest ta da se želi brza fermentacija, s visokim prinosom alkohola i minimalnim udjelom drugih hlapivih kongenera. Kod drugih alkoholnih pića fokus je na stvaranju drugih aroma. Bez obzira o kojem tipu kvasca se radi (svježi ili suhi) voda je nužan sastojak za provedbu fermentacije. Osim vode kvascu je potrebno i:

- ugljik – fermentirajući oblik ugljikohidrata. Ugljikohidrati su nužni kao izvor ugljika, ali i kao izvor energije, odnosno oni su hrana kvascu. Kvasac prvo konzumira monosaharide: glukozu, manozu, fruktozu i galaktozu, a kasnije tek disaharid maltozu,
- dušik – potreban za rast i sintezu enzima. Većina dušika se nalazi upravo u sirovini, no postoje sirovine koje ga nemaju dovoljno pa se izvor dušika može osigurati i dodatkom diamonijevog fosfata,
- vitamini – potrebni za rast. Vitamini se ponašaju kao koenzimi ili prekursori i
- anorganski ioni – sudjeluju u metabolizmu kvasca. Metalni ioni kao magnezij, olovo, cink, kalcij, mangan, bakar i željezo nužni su za fermentaciju. Većina ih je prisutna u svim sirovinama koji se koriste za dobivanje votke (Hodel, 2023).

Proces fermentacije započinje dodatkom kvasca u smjesu, provodi kratka aeracija, te nakon kratkog perioda započinje fermentacija (Pauley i Maskell, 2017). Biokemija fermentacije je

kompleksna, jednom kada se doda kvasac započinje niz reakcija. Glikoliza opisuje metabolizam glukoze, kod kojeg će glukoza biti metabolizirana do piruvata uz djelovanje enzima. Esteri su inače vrlo poželjni kao aroma u mnogim pićima, no u votki ih želimo minimalno. Dakle, kongeneri nastali fermentacijom kvasca se mogu podijeliti u ove četiri skupine:

- alkoholi: etanol, propanol, butanol, amilni alkoholi, glicerol, fenilni etanol,
- kiseline: octena, kaproična, kaprilna, pirogroždana, jantarna,
- esteri: etil acetat, isoamil acetat, etil kaproat, etil kapriolat, etil oktanoat, etil dekanolat i
- ostali: ugljični dioksid, acetaldehid, diacetil, H₂S, merkaptan, tioli (Hodel, 2023).

2.3.3. Destilacija

Destilacija je proces kojim se iz smjese koja se sastoji od dvije ili više komponenata one razdvajaju na principu njihove različite hlapivosti (Hodel, 2023). Smjesa se destilira, najčešće, u koloni, a broj kolona ovisi o samoj industriji. Radi se o kontinuiranom procesu, koji najčešće ima minimalno dvije do pet kolona gdje se unutar svake kolone izdvaja drugačija hlapiva komponenta (Pauley i Maskell, 2017). Razdvajanje vode i etanola destilacijom dobro je poznat postupak. Na atmosferskom tlaku voda i etanol stvaraju azeotrop minimalnog vrenja na 78 °C (etanol vrije na 70 °C, a voda na 100 °C). To znači da je u ovom trenutku koncentracija etanola u parnoj fazi y_i jednaka onoj u tekućoj fazi x_i (0,9843 mol %), što znači da ih nije moguće razdvojiti klasičnom destilacijom. To je 97,2 % volumena alkohola (ABV) ili 95,6 % alkohola po težini (ABW). Odnos toga opisan je Raoultovim zakonom ($P_i = x_i P_i^{sat}$) i Daltonovim zakonom ($P_i = y_i P$), ali ga treba proširiti koeficijentima fugacitivnosti ϕ (plin) i koeficijentima aktivnosti γ (tekućina) za neidealna rješenja:

$$y_i \phi_i P = x_i \gamma_i P_i^{sat}$$

Na lijevoj strani jednadžbe Daltonov zakon nalaže da je tlak P_i koji stvara mješavina plinova u fiksnom volumenu jednak zbroju tlaka P svakog pojedinačnog plina, a Raoultov zakon kaže da je parcijalni tlak pare svakog spoja P_i u tekućoj smjesi jednak tlaku pare čistog spoja P_i^{sat} pomnoženom s molnim udjelom tekućine.

Omjer molnog udjela u pari i tekućini naziva se omjer ravnoteže para-tekućina K_i ili K -vrijednost:

$$K_i = \frac{y_i}{x_i}$$

Ako se K-vrijednosti stave u međusobni odnos, dobivamo relativnu volatilitnost:

$$\alpha_{ij} = \frac{K_i}{K_j} = \frac{\frac{y_i}{x_i}}{\frac{y_j}{x_j}} = \frac{\frac{\gamma_i^{p^{sat}}}{\varphi_i}}{\frac{\gamma_j^{p^{sat}}}{\varphi_j}}$$

$\alpha_{ij} > 1$ govori da je spoj i hlapljiviji od spoja j,

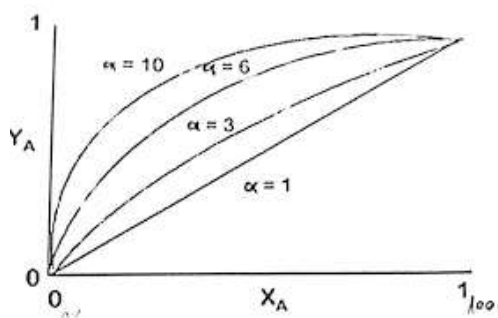
$\alpha_{ij} < 1$ znači da je spoj i manje hlapljiv od spoja j,

$\alpha_{ij} = 1$ znači da je jednako hlapljiv (Hodel, 2023).

Relativna hlapivost je mjera razlike hlapivosti tj. točki vrelišta dviju komponenata te pokazuje koliko je lako ili teško odvojiti jednu komponentu od druge, a definira se na sljedeći način: Destilacija gdje su Y_A i Y_B molarni udjeli komponenata A i B u pari, a X_A i X_B molarni udjeli komponenata A i B u kapljevinu.

$$\alpha = \frac{\frac{Y_A}{X_A}}{\frac{Y_B}{X_B}}$$

Kako bi razdvajanje komponenata bilo čim jednostavnije, vrijednost α ne smije biti 1, jer u tom slučaju komponente A i B imaju slične karakteristike pare i blisku temperaturu vrelišta čime je separacija vrlo otežana. Kod lakše hlapivih komponenti, gdje je $\alpha > 1$, razdvajanje je olakšano. Ovisnost molarnog udjela neke komponente u pari o molarnom udjelu komponente u kapljevinu se može prikazati grafički (**Slika 5**):

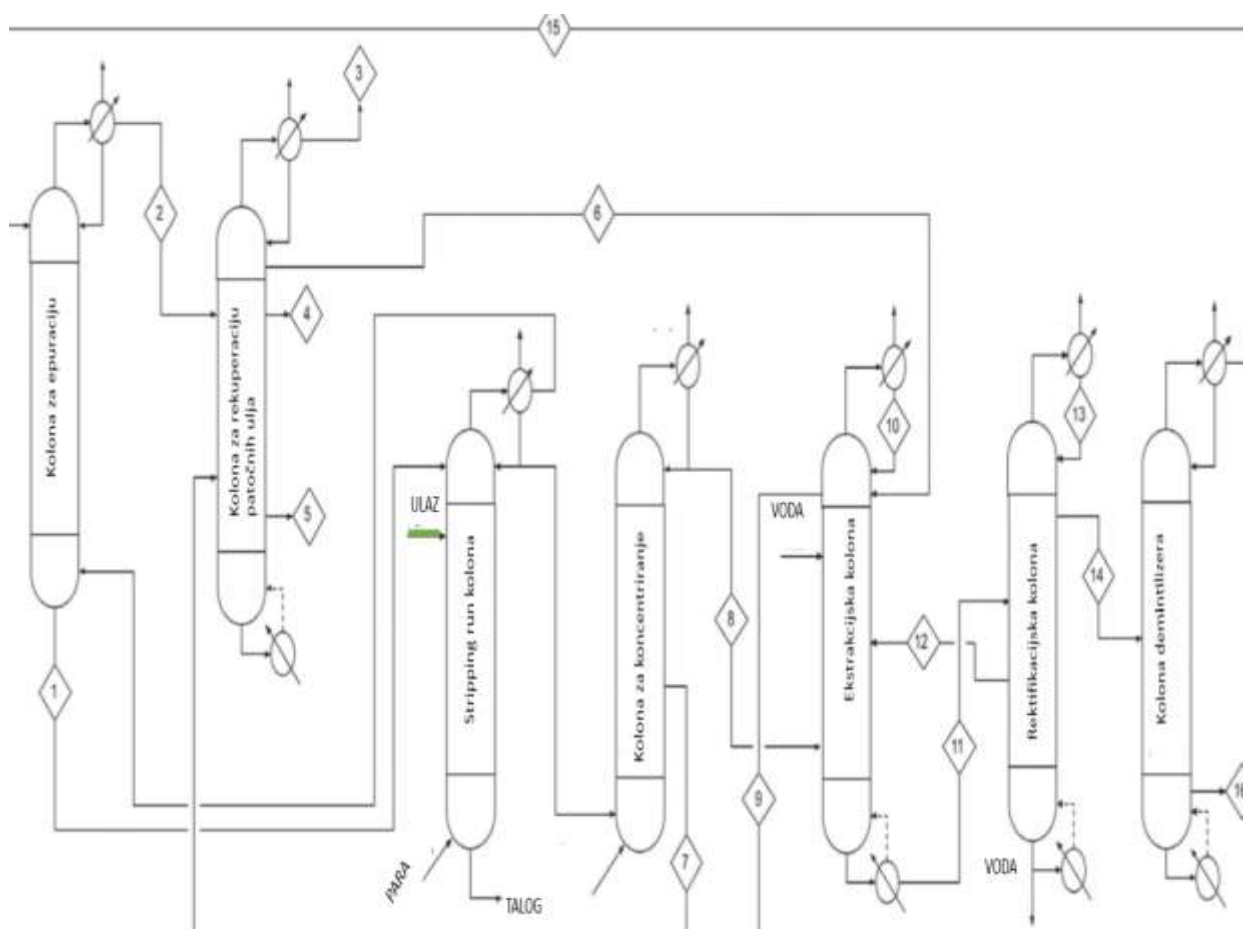


Slika 5 Graf relativne hlapivosti i molarnog udjela komponenti u pari (Cvetković, 2020)

Iz grafa se može primijetiti da povećanjem relativne hlapljivosti komponente raste i molarni udio komponente u pari (Cvetković, 2020).

Destilacijom u koloni dobiva se destilat koji ima oko 96 % v/v alkohola, dok druge komponente sadrži u vrlo maloj koncentraciji. Metanol se uklanja koristeći dimetiliziranu kolonu, a treba imati na umu da njegova koncentracija ovisi, naravno, o sirovini koja se koristi za dobivanje alkohola (Pauley i Maskell, 2017).

U industriji imamo različite destilacijske kolone koje se koriste kako bi se odvojile različite komponente. Na **Slici 6** prikazana je shema destilacijskog postrojenja industrije sa svojim kolonama.



Slika 6 Shema destilacijskog postrojenja (Montevecchi i sur., 2024)

Kako se vidi na shemi prvo komina, prethodno zagrijana i otplinjena (uklonjen CO_2), kontinuirano se dovodi u „stripping“ kolonu. U ovoj se koloni čvrsta biomasa uklanja (<0,07 % ABV) i dolazi do izdvajanja alkohola iz komine. Zatim, nisko hlapljive tvari ili prvjenac iz „stripping“ kolone (1) uklanjaju se kroz kolonu za epuraciju. Iz „stripping“ kolone, para

prolazi u kolonu za koncentraciju, gdje se etanol koncentrira do 50 % – 80 % ABV; međutim, u dizajnu koji su opisali Montevecchi i sur. (2024), gornji tok (8) napušta kolonu s 93 % ABV. Donji dio, koncentrirana patoka (7), se pušta i prikuplja. Treba spomenuti da se hlapivost patočnih ulja mijenja ovisno o koncentraciji te su ona netopljiva u vodi, dok je etanol vrlo topljiv. Glavni tok kolone za koncentriranje dovodi se u ekstrakcijsku kolonu koja se često naziva hidroselektivna kolona ili kolona za hidropročišćavanje. Svrha toga je uklanjanje patočnih ulja. Za to se dodaje vruća voda na vrhu i para na dnu ekstrakcijske kolone, a patočna ulja se odvođe na vrhu (9) koji se dovodi u rekuperaciju patočnog ulja. Jedan od tokova koji se dodaje u ekstrakcijsku kolonu je gornji tok (patoka) rektifikacijske kolone (12) koji se uglavnom sastoji od viših alkohola kao što je propanol, koji se uglavnom koncentriraju oko koncentracije etanola od 80 % ABV, odnosno izoamil alkohol, koji je koncentriran oko 65 % ABV. Donji tok (11), koji je čišći, ali s nižim udjelom etanola, šalje se u rektifikacijsku kolonu. U rektifikacijskoj koloni, dolazi do odvajanja etanola od vode blizu azeotropne točke i etanol se koncentrira do 96 % ABV. Etanolna otopina 14 se zatim dovodi u kolonu demetilzera gdje se metanol uklanja kao proizvod gornjeg toka (15) zbog nižeg vrelišta i veće hlapljivosti u usporedbi s etanolom (Montevecchi i sur., 2024).

Određena je dinamika prelaska pojedinih sastojaka u destilat pomoću koeficijenta isparavanja alkohola, prema kojoj:

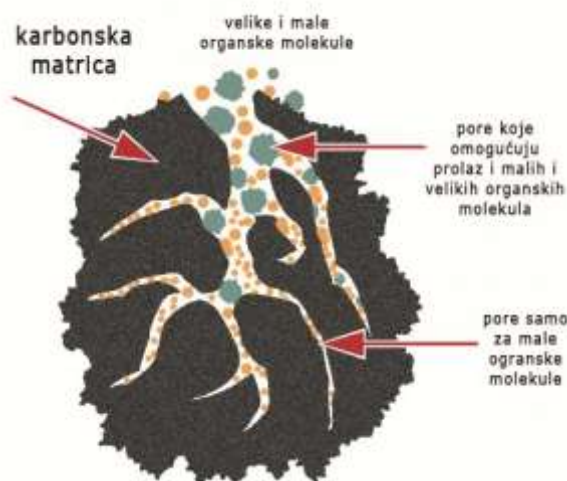
- etanol i metanol – prelaze u destilat ravnomjerno tijekom cijele destilacije, s postupnim smanjenjem sadržaja alkohola,
- aldehidi i etil formirat – intenzivno prelaze u destilat u početku destilacije, najviše ih ima u prvijencu, a zatim im se koncentracija oštro smanjuje.
- etil – acetat – destilira se u prvoj frakciji uz nagli pad koncentracije, a manje količine mogu dospjeti i u treći tok
- n – propanol – u potpunosti prelazi u prvoj frakciji destilata
- butanol, i – butanol i amilni alkohol – prelaze u većem dijelu u destilat u prvoj frakciji, a koncentracija im se smanjuje tijekom destilacije
- furfurool – pojavljuje se u početku glavnog toka i do njegovog kraja se povećava, a potom se smanjuje tijekom krajnje frakcije
- hlapive kiseline – najmanje se javljaju u prvom, a najviše u trećem toku (Hodel, 2023).

2.4. POSTDESTILACIJSKE OPERACIJE

2.4.1. Filtracija

Uz destilaciju, filtracija je ključan korak prilikom proizvodnje votke. Aktivni ugljen (AC) je vrsta adsorbirajućih i apsorbirajućih tvari kristalnog oblika (**Slika 7**). Ima veliku unutrašnju površinu pora što mu daje svojstvo velikog upijanja. Njegova struktura se dijeli u tri veličine pora:

- makropore (> 50 nm promjer)
- mezopore (promjer 2 - 50 nm)
- mikropore (promjer < 2 nm).



Slika 7 Pore aktivnog ugljena (Web 9)

Ova struktura rezultira vrlo velikom površinom (od 300 do 2000 m²/g). Drveni ugljen se može proizvesti kemijskom ili parnom aktivacijom što će utjecati na strukturu pora. Kemijska aktivacija koristi se za AC na bazi drva. U ovom procesu, drvo se miješa s aktivirajućom i dehidrirajućom tvari kao što je fosforna kiselina. Aktivacija se obično provodi na nižoj temperaturi (500 °C – 800 °C). Rezultat je vrlo porozan AC zahvaljujući fosfornoj kiselini koja sprječava da ugljik postane pregust tijekom aktivacije. Aktivacija parom koristi se za ugljen, drvo i kokosove ljuske. Tijekom faze aktivacije, para se npr. upuhuje kroz ugljen. To se događa na oko 1000 °C. Čineći to, neka zrnca postaju plinovita i rezultat će praznim prostorom koji stvara pore željene veličine u ugljiku (Hodel, 2023). Aktivni ugljen djeluje

adsorpcijom. Adsorpcija djeluje putem sila između molekula u alkoholu (neželjeni spoj okusa) i adsorpcijskog medija (aktivni ugljen). Spojevi se vežu za pore poput magneta. Uz adsorpciju, čestice se preuzimaju u medij, pri čemu se čestice lijepe na površinu (Onuki i sur., 2015). AC filtracija može se provesti kao šaržni proces dodavanjem AC votki u spremniku, te miješanjem i uklanjanjem AC. Alternativno se može koristiti kontinuirana slojna filtracija. U ovom slučaju, votka bi se stavljala na dno spremnika koji ima sloj grubog šljunka, nakon čega slijedi sloj sitnog šljunka ili pijeska i na kraju AC. Votka bi se skinula s vrha, a zaostale čestice uklonile dubinskom filtracijom. U velikim proizvodnim pogonima koristi se više kolona napunjenih AC i votka teče određenom brzinom kako bi se osiguralo vrijeme kontakta za uklanjanje nečistoća u ciljanoj količini (Hodel, 2023).

2.4.2. Odležavanje votke

Prije razrjeđivanja na željenu količinu alkohola, potrebno je provesti odležavanje. U pravilu bi to trebalo biti nekih 6 do 8 tjedana pri sobnoj temperaturi. Nakon razrjeđivanja destilata, odnosno 96 % destilata dobivenog destilacijom na željeni postotak alkohola destiliranom vodom, ponovno se votka pušta da odleži. Na taj način destilat postaje blaži i okusom ugodniji (Klaić, 2023). Kod poljske votke „Zubrowka Bison Grass“ tijekom odležavanja se dodaje sušena bisonska trava što toj votki daje specifičan okus (Web 10). Također, odležavanje se može vršiti i u drvenim bačvama gdje votka poprima aromu drveta – odležana votka (Hodel, 2023).

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. ZADATAK

Zadatak ovog diplomskog rada bio je proizvesti votku od batata koristeći tri metode destilacije (destilacijski kotao, destilacijsku kolonu, vakuum destilaciju) te provesti analizu kvalitete proizvedene votke metodama:

- kemijske analize,
- plinske kromatografije i
- senzorskom analizom.

3.2. MATERIJALI

Za proizvodnju votke od batata korištene su sljedeće sirovine:

- batat sorte Beauregard, OPG Zdravo, Cirkvena, Hrvatska,
- α – amilaza, BROWIN Sp. z.o.o. Sp. k., Poljska,
- glukoamilaza, BROWIN Sp. z.o.o. Sp. k., Poljska,
- aktivni suhi kvasac sa kvašćevim nutrijentima Turbo Grom, BROWIN Sp. z.o.o. Sp. k., Poljska,
- limunska kiselina,
- bistrilo Klarowin Turbo Spirit, BROWIN Sp. z.o.o. Sp. k., Poljska i
- destilirana voda.

3.3. METODE

3.3.1. Priprema sirovine

Priprema sirovine je prvi korak prilikom proizvodnje votke od batata. Sirovina se priprema operacijama kao što su: pranje, čišćenje, usitnjavanje.

3.3.1.1 Čišćenje

Dobiveni batat, 20 kilograma, opran je pod mlazom vode te je četkama uklonjena eventualna nečistoća, poput zemlje, kamenčića, prašine. Pošto je batat sirovina kod koje se cijeli plod

slobodno koristi za proizvodnju alkohola nije potrebno provoditi guljenje. Uklonila su se eventualna oštećenja kore.

3.3.1.2 Mljevenje

Mljevenje, odnosno, usitnjavanje rađeno je ručno noževima u dva tipa kockica. Prvi tip kockica bio je promjera 2 cm (šarža 1), a drugi tip bio je sitniji, odnosno promjera cca 1 cm (šarža 2). Na **Slici 8** prikazan je postupak usitnjavanja te izgled kockica prve šarže.



Slika 8 Usitnjavanje (lijevo) i usitjene kockice prve šarže (desno)

3.3.2. Konverzija šećera

Konverzija šećera je postupak kojim ugljikohidrate prevodimo u fermentirajuće šećere. Sastoji se od želatinizacije, likvefakcije i saharifikacije.

Dakle, to je postupak kod kojeg se sirovina prvo zagrijava i drži na povišenoj temperaturi te nakon zagrijavanja uz pomoć enzima za hidrolizu škroba pri temperaturama do 85 °C, hidroliziramo škrob do monomernih jedinica odnosno glukoze. Enzimi koji hidroliziraju

3. Eksperimentalni dio

škrob su α – amilaza te glukoamilaza (Hodel, 2023). U **Tablici 2** navedeni su uvjeti za šarže prema kojima se provodio ovaj postupak.

Tablica 2 Parametri prilikom konverzije šećera

| ŠARŽA | Temperatura želatinizacije (°C) | Volumen α – amilaza (mL) | Temperatura likvefakcije (°C) | Masa glukoamilaza (g) | Temperatura saharifikacije (°C) | Omjer batat: voda | Volumen sarže (L) |
|-------|---------------------------------|---------------------------------|-------------------------------|-----------------------|---------------------------------|-------------------|-------------------|
| 1 | 70 | 2 | 90 | 7 | 60 | 1:2,7 | 37 |
| 2 | 85 | 3 | 95 | 7 | 60 | 1:2,2 | 32 |

3.3.2.1 Želatinizacija

Usitnjeni batat stavlja se u ukomljivač marke BrewTaurus (**Slika 9**), te se ovisno o šarži dodaje određena količina vode i zagrijava na određenu temperaturu prema **Tablici 2**.



Slika 9 Ukomljivač

Želatinizacija traje 40 minuta nakon postignuća željene temperature (**Slika 10**).



Slika 10 Želatinizacija

3.3.2.2 Likvefakcija

Likvefakcija se provodi dodatkom enzima α – amilaze. U ovom postupku dodavan je enzim proizvođača Browin, Poljska. α – amilaza je enzim kojim se provodi likvefakcija škroba koji se nalazi u batatu. Efikasno radi na temperaturama od 70 – 105 °C te u pH vrijednostima 4,5 – 7,5. Najbolji uvjeti su 85 – 95 °C, pH 5-5,5. Temperature likvefakcija korištene za šarže vidljive su u **Tablici 2**. α – amilaza prije dodavanja u želatiziranu smjesu mora se otopiti u maloj količini te smjese kako bi se bolje umiješala tijekom dodavanja. Temperatura likvefakcije zadržava se kroz 1 sat uz konstantno miješanje. Nakon 60 minuta izmjerili smo udio šećera te pH u smjesi te su prikazani u **Tablici 3**. Količina šećera mjeri se koristeći Mini – Browin saharometar (**Slika 11**). On se koristi za mjerenje šećera, a vrijednost je prikazana u stupnjevima po Ballingu (°Bgl). Uređaj je baždaren na temperaturu od 20 °C, te stoga je potrebno uzorak ohladiti na tu temperaturu prije mjerenja. Mjerenje se provodi tako da se menzura napuni do 2/3 visine instrumenta za mjerenje, kako prilikom uranjanja ne bi bilo prolijevanja koje bi utjecalo na promjenu rezultata mjerenja. Količina tekućine unutar menzure mora biti dovoljna da se instrumentu omogući plutanje bez da dodiruje stjenke menzure ili dno.



Slika 11 Mini – Browin saharometar

Tablica 3 Količina šećera i pH nakon likvefakcije

| SARŽA | Količina šećera (°B _{lg}) | pH |
|-------|-------------------------------------|----|
| 1 | 5 | 5 |
| 2 | 12 | 5 |

3.3.2.3 Saharifikacija

Saharifikacija se provodi dodatkom enzima glukoamilaze (Slika 12). U ovom postupku dodavan je enzim brenda Browin, Poljska. Nakon likvefakcije, smjesa se hladi na temperaturu saharifikacije (Tablica 2). Za saharifikaciju važno je da je pH smjese između 4 – 4,5. Likvefakcijske smjese imale su pH 5 te je stoga bilo važno korigirati pH. Željeni pH postigao se dodatkom manje količine limunske kiseline.



Slika 12 Dodavanje glukoamilaze

Temperatura saharifikacije održava se kroz 90 minuta, nakon toga se smjesa hladi na 30 °C i određuje količina dobivenog šećera Mini – Browin saharometrom koja će biti hrana kvascu tijekom fermentacije (**Tablica 4**).

Tablica 4 Količina šećera nakon saharifikacije

| SARŽA | Količina šećera (°Blg) |
|-------|------------------------|
| 1 | 12 |
| 2 | 14 |

Dobivena je smjesa izrazito ljepljiva i sjajna što je znak uspješne konverzije šećera (**Slika 13**). Nakon saharifikacije tekući dio se prebaci u odgovarajuće bačve, a od krutog dijela, odnosno kuhanog batata napravi se smjesa slična „pireu“ (**Slika 13**) te se također doda u bačve.



Slika 13 Dobivena smjesa nakon konverzije šećera

3.3.3. Fermentacija

Nakon uspješne konverzije šećera slijedi fermentacija. Za ovaj proces korišten je suhi aktivni kvasac sa kvašćevim nutrijentima Turbo Grom. Takav kvasac je kombinacija aktivnog, visoko aktivnog kvasca korištenog u destilerijama i njegovih nutrijenata. Selekcionirani kvasac pruža garanciju brze, čiste i efikasne fermentacije šećera u alkohol kakva je potrebna za proizvodnju votke. Priprema se na način da se za 100 L smjese kojoj je potrebno 510 g kvasca, za kvasac otopi oko 28 kg šećera (saharoza) ili 37,2 kg dekstroze, u 24 L vruće vode. Nekoliko trenutaka kasnije, odnosno kada se šećer otopi dodaje se 60 L hladne vode te se pričekava dok otopina šećera i vode ne postigne temperaturu od 30 °C te se takvoj otopini dodaje kvasac. S obzirom na to da je smjesa nakon konverzije šećera imala 32 L dodano je 163,2 g kvasca pripremanog na isti način koji je prethodno objašnjen uz dodatak šećera (**Slika 14**).



Slika 14 Aktivirani kvasac

Nakon aktivacije kvasca isti je dodan u smjesu batata. Provedena je aeracija, nakon čega su bačve zatvorene vrenjačom (**Slika 15**). Uvjeti fermentacije koje je opisao Hodel (2023). su prikazani u **Tablici 5** te su takvi uvjeti održavani i prilikom provedbe ove fermentacije.

Tablica 5 Uvjeti fermentacije prilikom proizvodnje votke

| UVJETI FERMENTACIJE | |
|----------------------------|-------------------------------|
| Temperatura (°C) | 20 – 30 |
| aw | 0,95 – 0,90 |
| Kisik | Aerobi |
| pH | 4,5 – 5,5 (toleriraju 3 – 10) |

Fermentacija je trajala 3 dana, što je utvrđeno mjerenjem količine šećera saharimetrom, a koja je nakon tri dana iznosila 0 °Blg. Odnosno, kvasac je sav šećer pretvorio u alkohol i druge produkte fermentacije.



Slika 15 Bačve s vrenjačama

Nakon završetka fermentacije dodano je bistrilo kako bi se provelo bistenje smjese (**Slika 16**), a nakon bistenja provedeno je dekantiranje, odnosno odvajanje tekućeg dijela od taloga.



Slika 16 Bistenje smjese

3.3.4. Destilacija

Nakon fermentacije slijedi izdvajanje etilnog alkohola od ostalih komponenti u smjesi (voda, metanol, i sl.). Za odvajanje se koristi proces prethodno objašnjen kao destilacija. Destilacijom se dakle omogućava destileru odvajanje i sakupljanje različitih kongenera nastalih tijekom fermentacije na temelju različite hlapivosti, odnosno različite točke vrelišta.

3.3.4.1 Destilacijska kolona

Destilacijska kolona je rektifikacijski uređaj, odnosno kućište napravljen od bakra ili nehrđajućeg čelika s mnogo većom visinom u odnosu na promjer, kojim se dovodi struja pare u najuži dodir s protustrujećom tekućinom. Rektifikacija je destilacija kod koje para, koja se penje iz kotla, koji se nalazi na dnu ili pri dnu kolone, prema vrhu kolone i pri tome dolazi u kontakt s dijelom kondenzirane pare prethodno dobivene u istom toku. Promjena koncentracije pare i tekućine, te izmjena topline posljedica su tog kontakta koji osigurava veće obogaćenje pare na hlapljivoj komponenti, nego što bi bio slučaj kod čiste destilacije uz isti trošak topline. Crijevnim grijačem dovedena toplina na dnu kotla grije tekućinu koja isparava. Para se kroz kolonu vodi prema gore, izlazi iz nje i potpuno se kondenzira. Jedan dio kondenzata se kao željeni produkt izdvoji, a preostali dio tekućine, tj. refluks, odvede se natrag sa vrha kolone i struji prema dolje s dijelom tekućine koja se već u koloni kondenzirala iz pare koja struji s dna kolone prema gore. Destilacija je završena kada ostatak (džibra) u kotlu ima manje od 1% v/v alkohola. U unutrašnjosti kolone se nalaze tavani koji imaju svrhu uspostaviti što bolji kontakt između izlazeće pare i refluksa koji struji prema dolje. Tavani se sastoje od tri zvana okrenuta prema gore i jednog okrenutnog prema dolje, a koji služi kao nepovratni ventil. Tavani su napravljeni od bakra, te se slažu jedan na drugoga kako bi se dobio visoki tavanski stupac koji se postavlja iznad kotla za vrenje s ciljem koncentriranja etanola. Rub zvana može biti zupčast ili može imati proreze. Para se diže od donjih tavana kroz „dimnjake“, kondenzira se na zvonu i u mjehurićima izlazi kroz proreze. Na tavanima se drži sloj tekućine pomoću dovodne i odvodne cijevi, a visina tog sloja tekućine mora biti tolika da zvana svojim rubovima urone u tekućinu. Obično se tekućina na jednoj strani tavana dovodi i struji u dijagonali preko tavana, a otječe na drugoj strani kroz odvodne cijevi na donji tavan. Katkad su postavljeni razvodni limovi između zvana koji bolje razdjeljuju tekućinu i uspostavljaju jednoličnije strujanje. Zvana mogu biti okrugla ili četvrtasta. U velikim kolonama postavlja se katkad više dovodnih i odvodnih cijevi (Tomas i sur., 2019). Na **Slici 17** prikazana je destilacijska kolona Prehrambeno – tehnološkog fakulteta Osijek.



Slika 17 Destilacijska kolona

Destilacija na ovoj koloni se sastoji od četiri faze:

- početak – ovo su prvi kongeneri koji će ispariti te sadrže vrlo toksične komponente kao što je metanol. Metanol je neurotoksičan i može biti iznimno opasan i u malim koncentracijama. Ova faza odvija se pri 75 °C u kotlu,
- glava – ova faza odvija se na temperaturama između 75 – 80 °C. U ovoj fazi izlaze komponente koje utječu na sam okus votke,
- srce – ova faza je bogata etanolom koji čini kvalitetu votke. Ova faza događa se na temperaturama između 80 °C i 92 °C. Ova faza se mora kontrolirati i zaustaviti prije početka sljedeće faze,
- rep – slična faza glavi destilacije. Može sadržavati nepoželjne arome, te će se tijekom ove faze početi spuštati koncentracija alkohola kako voda koja vrije na 100 °C počne isparavati.

Votka se smije destilirati na koloni koliko god puta želimo (Web 11). Tijekom izrade ovog diplomskog rada destilirali smo votku na destilacijskoj koloni dva puta, a destilacijska kolona na kojoj smo provodili destilaciju (**Slika 17**) imala je 4 tavana.

Prva destilacija poznata je kao „stripping run“. Konačan produkt ove destilacije nikada nije finalan proizvod. Ovim postupkom iz koncentriranog destilata koji ima oko 8 % ABV dobiva se oko 40 % ABV. Ovo je brz postupak gdje destiler ne mora odvajati frakcije. Iz obojene smjese dobiva se bistra, bezbojna otopina (Web 12).

Prilikom izrade ove votke, nakon „stripping run-a“ dobivena je bistra, bezbojna tekućina s još nešto mirisa po fermentiranom batatu (**Slika 18**). Ovaj proces provoden je na 95 °C, otprilike 2 sata (do nekih 50 % ABV) te nakon toga 2 sata na 100 °C do 2 % ABV. Izmjereno je 40 % ABV u konačnom produktu nakon „stripping run-a“.

Nakon prve destilacije, slijedila je druga destilacija na destilacijskoj koloni. Proces je opisan prethodno. Prilikom ove destilacije sakupljani su uzorci za analizu, odnosno faze same destilacije: početak, početak nakon filtracije aktivnim ugljenom, srce te rep destilacije.



Slika 18 Tekućina nakon „stripping run-a“

Na kraju ove destilacije dobiveno je 87 % ABV. Jedna trećina ove votke odvojena je za destilaciju na destilacijskoj koloni, druga trećina za vakuum destilaciju, a od treće trećine napravljeno je piće svojstava navedenih u **Tablici 6**.

Tablica 6 Svojstva votke nakon druge destilacije

| VOTKA NAKON II. DESTILACIJE | |
|--|--------|
| ALKOHOL NAKON DESTILACIJE (% ABV) | 87 |
| ALKOHOL NAKON RAZRJEĐENA (% ABV) | 40,42 |
| GUSTOĆA (g/cm³) | 0,9474 |
| OSTATAK EKSTRAKTA (g/mL) | 0,2 |

Navedena svojstva (alkohol, gustoća, ostatak ekstrakta) mjereni su na uređaju Anton Paar Alex 500, odnosno alkohol ekstraktometru. Osim alkohola i ekstrakta može mjeriti i kalorije, stupnjeve fermentacije. Može mjeriti ove parametre u soku, sladovini ili kaši tijekom fermentacije i destilacije (Web 13).

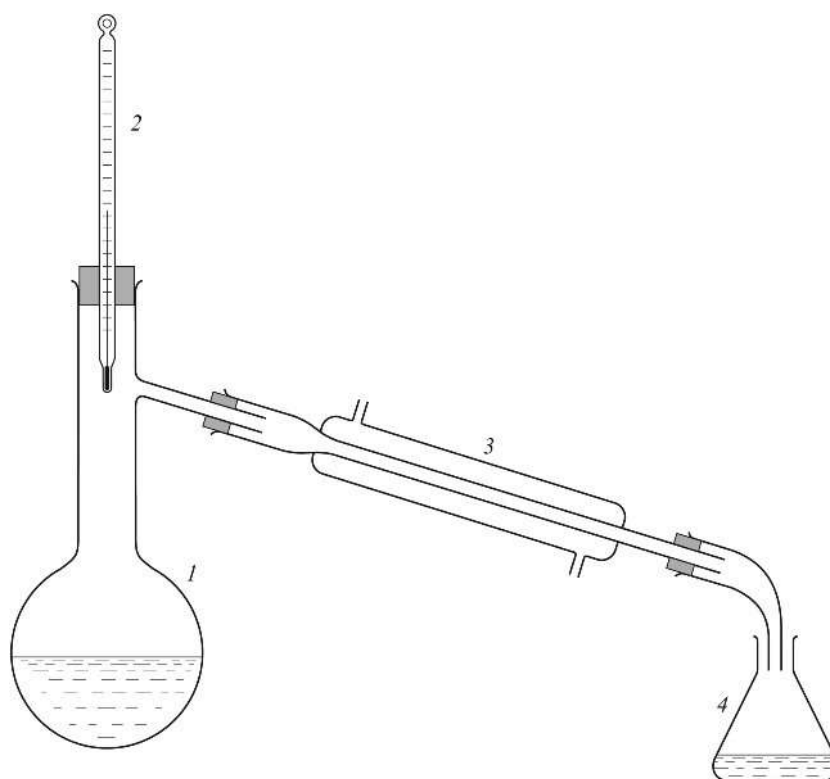
3.3.4.2 Destilacijski kotao

Jednostavna (diferencijalna) destilacija jest destilacija kod koje određena količina smjese ulazi u destilacijski kotao i grije se do temperature ključanja pare koja se izdvaja iz tekuće smjese te se neprekidno ukapljuje u kondenzatoru. Kao destilat se odvodi van uređaja, a u prvim trenucima destilacije ima najviše lakše hlapive komponente, a kasnije se ta količina smanjuje. Destilacija prestaje kada je sastav destilata postao jednak molnom udjelu lakše hlapive komponente u destilatu. Zbog toga ostatak u destilacijskom kotlu nakon provedene destilacije nije u ravnoteži s količinom destilata, nego samo s onim dijelom pare koja tog trenutka napušta destilacijski kotao. Jednostavna destilacija pri atmosferskom tlaku koristi se za pročišćavanje tekućina čije je vrelište do 200 °C, ali i razdvajanje smjesa tekućina čija se vrelišta komponenti smjese razlikuju za više od 80 – 100 °C. Na **Slici 19** može se vidjeti

aparatura za jednostavnu destilaciju koja se sastoji od: 1. tikvica s okruglim dnom, 2. termometar, 3. hladilo, 4. predložak za hvatanje destilata (najčešće Erlenmeyerova tikvica) (Web 14).

Destilacijska kolona jest neprekidna frakcijska destilacija (smjesa se neprekidno dovodi, a frakcije odvođe) uz upotrebu destilacijske kolone (rektifikacija). U koloni se ostvaruje dodir pretoka, koji se slijeva prema dnu kolone i pare koja se diže prema vrhu, pri čemu se parna faza obogaćuje lakše hlapljivom komponentom. Nakon uspostavljanja stacionarnog stanja u koloni se među fazama koje se protu strujno gibaju, difuzijom odvija obostrani prijenos tvari u mnogo ravnotežnih stupnjeva. Postoji mnogo različitih izvedba destilacijskih kolona od kojih je svaka projektirana na specifičnu separaciju. Jedan od načina podjele kolona je prema načinu rada te tako postoje diskontinuirane i kontinuirane kolone. Diskontinuirane su one kod kojih se određena količina smjese dovodi u kolonu, provodi se destilacija te nakon željene separacije u kolonu se dovodi nova količina smjese. S druge strane, kod kontinuiranih kolona razdvaja se kontinuirano smjesa bez prekida rada. Također, kontinuirane kolone mogu raditi s velikim protocima smjese. Druga podjela jest ona s obzirom na izvedbu unutrašnjosti kolone. Tako postoje kolone s pliticama i kolone s punilima. Kolone s pliticama imaju plitice različitih izvedbi koje služe za zadržavanje kapljevine kojim se osigurava bolji kontakt između pare i kapljevine, odnosno bolja je separacija. Kod kolona s punilima, koja mogu biti nasipna i strukturirana, punila poboljšavaju međufazni kontakt. Destilacijske kolone sastoje se od nekoliko dijelova koje služe za prijenos topline ili poboljšanje procesa prijenosa tvari. Osnovne komponente kolone su:

- vertikalno cilindrično tijelo u kojem se odvija separacija komponenti,
- unutrašnji dijelovi (plitice/tavani ili punila) koji poboljšavaju proces separacije
- isparivač koji osigurava isparavanje kapljevine
- kondenzator za kondenzaciju gornjeg produkta
- posuda u kojoj se zadržava kondenzirana para sa vrha kolone kako bi se dio mogao vraćati natrag u kolonu kao refluks (Jazbec, 2017).



Slika 19 Aparatura za jednostavnu destilaciju (Web 14)

Treća destilacija ovog diplomskog rada rađena je na destilacijskoj koloni Prehrambeno – tehnološkog fakulteta Osijek (**Slika 20**). Za zagrijavanje je korišten uređaj LabHeat, odnosno grijače gnijezdo, osmišljeno za zagrijavanje tikvica okruglog dna. Ovaj uređaj ima savitljivu staklenu pređu koja služi za zagrijavanje. Može zagrijavati do temperature 450 °C (Web 15).



Slika 20 Destilacijska kolona

Nakon treće destilacije koja je rađena prema ovom principu dobivena je votka s svojstvima prikazanim u **Tablici 7**.

Tablica 7 Svojstva votke nakon treće destilacije

| VOTKA NAKON III. DESTILACIJE (DK) | |
|--|--------|
| ALKOHOL NAKON DESTILACIJE (% ABV) | 93 |
| ALKOHOL NAKON RAZRJEĐENA (% ABV) | 40,46 |
| GUSTOĆA (g/cm³) | 0,9471 |
| OSTATAK EKSTRAKTA (g/mL) | 0,0 |

3.3.4.3 Vakuum destilacija

Vakuum destilacija je destilacija koja se koristi prilikom moderne proizvodnje pića. Često se koristi za proces dealkoholizacije, odnosno uklanjanje manje količine alkohola iz tekućine koja ne bi smjela sadržavati alkohol. Stoga, ova metoda je korištena kako bi se napravila bezalkoholna pića, čuvajući sve ostale komponente, uklanjajući alkohol.

Dakle, vakuum destilacija je operacija prilikom koje se smanjuje tlak unutar destilacijske tikvice, a samim time smanjuje se i vrelište komponenata, samim time i etanola. Ova metoda, stoga, omogućava nježno uklanjanje alkohola pri nižim temperaturama, čuvajući delikatan okus i arome koje se često žele sačuvati pri tradicionalnoj proizvodnji alkoholnih pića.

Proces započinje stavljanjem tekućine u tikvicu. Kako se tlak smanjuje, tako se snižava i vrelište alkohola značajno ispod standardne temperature 78,37 °C. Ovo omogućava isparavanje alkohola pri puno nižim temperaturama. Ispareni alkohol zatim odlazi u hladilo, kondenzira se te se tako razdvaja od ostatka tekućine u tikvici (Web 16).

Iako je ova metoda najčešće korištena za uklanjanje neželjenog alkohola, tijekom izrade ovog diplomskog rada, ona je također korištena izdvajanje alkohola od tekućine, samo što je alkohol, odnosno etanol, bio željeni produkt. Tijekom ove destilacije korišten je uređaj Heidolph rotacijski evaporator (**Slika 21**).



Slika 21 Heidolph rotacijski evaporator

Izdvojena količina votke nakon druge destilacije stavlja se u tikvicu. Uvjeti na kojima je provedena vakuum destilacija su: tlak 75 mbar, rotacija 101 rpm te temperatura od 50 °C. Dobivena je željena količina alkohola prikazana u **Tablici 8** sa svojim svojstvima pri znatno nižoj temperaturi nego uobičajene temperature vrelišta, za puno kraće vremena.

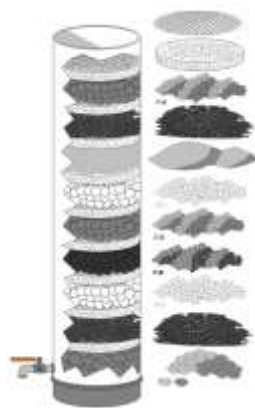
Tablica 8 Svojstva votke nakon treće destilacije

| VOTKA NAKON III. DESTILACIJE (VD) | |
|-----------------------------------|--------|
| ALKOHOL NAKON DESTILACIJE (% ABV) | 91 |
| ALKOHOL NAKON RAZRJEĐENA (% ABV) | 40,50 |
| GUSTOĆA (g/cm ³) | 0,9471 |
| OSTATAK EKSTRAKTA (g/mL) | 0,0 |

3.3.5. Postdestilacijske operacije

Nakon destilacije slijedile su slijedeće operacije filtracija, razrjeđivanje, punjenje u boce te odležavanje.

Filtracija je provedena odmah nakon druge destilacije, a filter sa aktivnim ugljenom (**Slika 22**) bio je odmah spojen u niz sa destilacijskim kotlom (**Slika 23**).



Slika 22 Unutrašnji izgled AC filtera (Web 17)



Slika 23 AC filter spojen direktno na destilacijski kotao

Razrjeđivanje je rađeno odmah nakon destilacije (u kotlu, u koloni, vakuum) na željenih 40 % ABV prikazanih u **Tablicama 6, 7, 8**.

Nakon razrjeđivanja votka je napunjena u boce i tikvice (**Slika 24**), te skladištena na sobnoj temperaturi do daljnjih analiza (senzorska, kemijska, plinska kromatografija).



Slika 24 Konačne votke nakon svih provedenih operacija

3.3.6. Analiza kvalitete proizvedene votke

3.3.6.1 Kemijska analiza

Kemijska analiza uključivala je određivanje ukupnih kiselina votke.

Princip: temelji se na titraciji votke s 0,1 mol/L otopine NaOH uz fenolftalein (1 % – tna otopina u etanolu) kao indikator, a ovaj princip se osim u votki, koristi i za određivanje ukupnih kiselina kod svih vrsta alkoholnih pića.

Postupak: Uzeti 50 mL uzorka, prenijeti u E. tikvicu s brušenim grlom, dodati 20 mL destilirane vode i kuhati 10 minuta u aparatu s povratnim hladilom radi uklanjanja ugljične kiseline (Slika 25). Potom se tikvica s uzorkom zatvori odgovarajućim čepom i ohladi pod mlazom vode. Zatim se otopini dodaju dvije kapi otopine fenolftaleina i titrira s 0,1 mol/L NaOH do pojave ružičaste boje koja mora biti stabilna 15 sekundi.

Ukupna količina kiselina se iskazuje u miligramima octene kiseline na litru alkoholnog pića po formuli: $ukupna\ količina\ kiselina = 6 * a * f * 1000 / mL\ uzorka.$

a – utrošeni broj mL 0,1 mol/L otopine NaCl

f – faktor 0,1 mol/L otopine NaCl (MPŠVG, 2005).



Slika 25 Aparatura za uklanjanje ugljične kiseline

3.3.6.2 Plinska kromatografija

Plinska kromatografija (GC) je vrsta tehnike koja se koristi u analitičkoj kemiji za odvajanje i analizu tvari koje isparavaju bez razgradnje kao npr. manje hlapive i poluhlapive organske molekule (ugljikovodici, alkoholi, aromati, pesticidi, steroidi, masne kiseline i hormoni). Primjenjiva je za vrijednosti temperature do 350 °C te uzoraka mase do 600 D, što ovu analitičku tehniku čini uobičajenom u mnogim područjima primjene, a pogotovo u industriji za ispitivanje sigurnosti hrane te prilikom ispitivanja okoliša (Žvorc i sur., 2021).

Sustav plinske kromatografije sastoji se od spremnika tekućine, pumpe, uzorkivača, kromatografske kolone, detektora i snimača. Mobilna faza u spremniku tekućine pumpa se u sustav pomoću visokotlačne pumpe, otopina uzorka ulazi u mobilnu fazu kroz injektor, a mobilna faza se unosi u kromatografsku kolonu (stacionarnu fazu). S različitim koeficijentima raspodjele, kada se dvije faze pomiču jedna u odnosu na drugu, nakon ponovljenih procesa distribucije adsorpcije – desorpcije, svaka komponenta ima veliku brzinu kretanja, te se odvaja u jednu komponentu i naizmjenice istječe iz stupca. Prilikom prolaska kroz detektor, koncentracija uzorka se pretvara u električni signal i prenosi na snimač, a podaci se ispisuju u

obliku karte. Tekućina kromatografa uglavnom uključuje sustav za ubrizgavanje uzorka, sustav za infuziju, sustav za odvajanje, sustav za detekciju i sustav za obradu podataka.

Sustav plinskog kromatografa:

- sustav plina nosača: uključujući izvor plina, pročišćavanje plina te kontrolu i mjerenje protoka plina,
- sustav uzorkovanja: uključujući uzorkovač, komoru za isparavanje,
- temperatura kolone i kolone: uključujući termostatsku kontrolu (odvaja višekomponentne uzorke u pojedinačne),
- sustav detekcije: uključujući detektor, uređaj za kontrolu temperature,
- sustav snimanja: uključujući pojačalo, snimač ili uređaj za obradu podataka, radnu stanicu.

Princip rada plinskog kromatografa (**Slika 26**) je korištenje različitih koeficijenata raspodjele komponenata u uzorku između plinovite faze i tekuće faze nepokretne tekućine. Kada se ispareni uzorak unese u kromatografsku kolonu pomoću plina nosača, komponente su u ponavljanoj distribuciji između dvije faze, zbog različite sposobnosti adsorpcije ili otapanja svake komponente u stacionarnoj fazi, brzine rada svake komponente u kromatografskoj koloni je drugačija, nakon određene duljine kolone se odvajaju jedna od druge i napuštaju kromatografsku kolonu u nizu. Kolona ulazi u detektor, a generirani signal ionske struje se pojačava, a kromatografski pikovi svake komponente su prikazane na snimaču (Web 17).



Slika 26 Plinski kromatograf Shimadzu GC 2010-Plus (Web 18)

Tijekom izrade diplomskog rada ova metoda je korištenja za detekciju kongenera u votki jer ih je drugim metodama izrazito teško odrediti jer ih ima u izrazito malim količinama (osim etanola), a GC ima visoku osjetljivost.

Uzorci su pripremljeni na način tako da se prvo izvaže vijalica, a nakon toga se otpipetira 0,9 mL uzorka, ponovno izvaže, doda interni standard (acetonitril) 0,1 ml te ponovno zabilježi masa.

Uzorci su bili sljedeći:

- 1 – „stripping run“
- 2 – početak druge destilacije
- 3 – početak druge destilacije kroz AC filter
- 4 – srce destilacije
- 5 – rep destilacije
- 6 – votka nakon dvije destilacije
- 7 – votka nakon tri destilacije (DK)
- 8 – votka nakon tri destilacije (VD).

Pripremljeni uzorci su injektirani i analizirani na GC-u.

Udio etanola (stvarna jakost, % vol.) u uzorcima votke određen je prema metodi Wang i sur. (2003) dok je udio metanola, etil acetata, propan-1-ola, 2-metil-propan-1-ola i 3-metil-butan-1-ola određen prema metodi III.2. Određivanje hlapivih srodnih spojeva plinskom kromatografijom: aldehida, viših alkohola, etil acetata i metanola, opisanog u Prilogu 1. Pravilnika o analitičkim metodama za jaka alkohola i alkoholna pića (MPŠVG, 2005).

Analiza je provedena na Shimadzu GC-2010 Plus uređaju za plinsku kromatografiju. Korišteni uređaj se sastoji od pećnice sa temperaturnim rasponom od + 4 do + 450 °C, auto injektora AOC-20i, automatskog uzorkivača AOC-20s i plameno-ionizacijskog detektora (FID). Sustav je spojen sa izvorima plinova vodika, dušika i zraka, a upravljanje se vrši pomoću specijalnog računalnog programa LabSoultion GCsolution (Release 2.41SU1). Određivanje hlapivih spojeva se vrši direktnim injektiranjem alkoholnog pića, odnosno njegovog odgovarajućeg razrjeđenja uz interni standard u kromatograf. Odjeljivanje spojeva je postignuto temperaturnim programiranjem kolone uz plameno-ionizacijski detektor. Za odjeljivanje sastojaka uzorka korištena je GC kolona InertCap Pure-Wax dimenzija 0,53 mm

x 30 m, debljine filma 1,0 μm . Temperature injektora i detektora iznosile su 250 i 260 $^{\circ}\text{C}$. Volumen injektiranja uzorka iznosio je 1 μL (cijepanje 1:10). Početna temperatura kolone iznosila je 45 $^{\circ}\text{C}$. Nakon 8 minuta uslijedio je porast temperature od 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ do konačne temperature od 200 $^{\circ}\text{C}$, na kojoj je kolona održavana još 5 min. Kao plin nosioc korišten je dušik (N_2) protoka 2,42 mL/min.

3.3.6.2.1 Određivanje udjela etanola

Određivanje udjela etanola provedeno je prema metodi Wang i sur. (2003). Identifikacija etanola provedena je na osnovu vremena zadržavanja usporedbom sa vremenom zadržavanja standarda etanola (Dr. Ehrenstorfer, Njemačka) čistoće 99,9 %, a udio etanola određen je metodom unutrašnje (interne) kalibracije. Kao interni standard (I.S.) korišten je acetonitril, čistoće $\geq 99,9$ % (J.T. Baker, Nizozemska). Prije određivanja udjela etanola u uzorcima, određen je faktor odziva detektora (*eng. relative response factor*, RRF). U tu svrhu pripremljene su otopine osnovne otopine etanola (E) i acetonitrila (ACN) u koncentraciji od 1 % (w/v) sa destiliranom vodom. Za izračun RRF-a iz osnovnih otopina etanola i acetonitrila napravljene su otopine sljedećih omjera (E/ACN) 15:1, 10:1, 5:1, 2:1, 1:1, 1:2, 1:5, 1:10 i 1:15. Svaka otopina je injektirana u plinski kromatograf i napravljen je pravac linearne regresije. Na pravcu linearne regresije ordinata predstavlja omjer površina E i ACN, a apscisa je omjer njihovih masenih koncentracija. Faktor odziva detektora (RRF) za etanol u odnosu na interni standard predstavlja nagib dobivenog pravca linearne regresije. Za analizu uzorka votke otpipetirano je 0,1 mL uzorka i dodano 1 mL otopine 1% -tnog internog standarda (I.S.) i otopina direktno injektirana u plinski kromatograf. Masena koncentracija etanola (γ_E) izračunava se prema formuli:

$$\gamma_E \left(\frac{\text{mg}}{\text{mL}} \right) = \left(\frac{A_E}{A_{I.S.}} \right) \cdot \left(\frac{m_{I.S.}}{RRF} \right) \cdot \frac{1}{V}$$

gdje je:

A_E – površina ispod pika etanola

$A_{I.S.}$ – površina pika internog standarda

$m_{I.S.}$ – masa internog standarda (mg)

RRF – faktor odzivanja detektora za etanol

V – volumen uzorka votke (mL)

Stvarna alkohola jakost (% vol.) dobivena je množenjem koncentracije etanola, γE (mg/mL) s faktorom 0,1167. Analiza uzorka provedena je u dva ponavljanja, a svaka otopina injektirana dva puta.

3.3.6.2.2 *Određivanje hlapivih srodnih spojeva*

Određivanje udjela metanola, etil acetata, propan-1-ola, 2-metilpropan-1-ola i 3-metilbutan-1-ola određen je prema metodi III.2. iz Priloga 1. Pravilnika o analitičkim metodama za jaka alkoholna i alkoholna pića (MPŠVG, 2005). Metoda je prikladna za određivanje aldehida, alkohola i estera u različitim alkoholnim pićima (whiskey, brandy, rum, rakija od grožđa, voćna rakija i lozovača). Identifikacija srodnih spojeva provedena je na osnovu vremena zadržavanja usporedbom sa vremenom zadržavanja standarda, a kvantifikacija metodom internog standarda. Kao interni standard (I.S.) korišten je pentan-1-ol (Dr.Ehrenstorfer, Njemačka), čistoće $\geq 99,8$ %. Standardi hlapivih srodnih spojeva kupljeni su od firme Dr.Ehrenstorfer, Njemačka, a čistoća spojeva bila je prikladna za GC analizu ($\geq 98,5$ %). Kao i kod određivanja udjela etanola, određeni su faktori odziva detektora za pojedini hlapivi srodni spoj. Interni standard pripremljen je na način da je otpipetirano 3 mL pentan-1-ola u tikvicu od 100 mL i dopunjeno 40 % (V/V) etanolom. Zabilježena je masa internog standarda i ukupna masa tikvice. Za pripremu otopine hlapivih srodnih spojeva otpipetirano je po 3 mL otopine svakog spoja u odmjernu tikvicu od 100 mL, zapisana je masa svakog dodanog spoja pojedinačno nakon čega je tikvica dopunjena 40 % (V/V) etanolom. Zapisana je ukupna masa tikvice. Za pripremu otopine za injektirane (otopina A) otpipetirano je 1 mL otopine hlapivih srodnih spojeva i 1 mL internog standarda u odmjernu tikvicu od 100 mL i dopunjeno 40 % (V/V) etanolom. Zapisana je masa tikvice, masa svake dodane komponente i ukupna masa tikvice. Faktor odzivanja detektora (RRF_x) za svaki hlapivi srodni spoj izračunava se prema formuli:

$$RRF(X) = \frac{A_{I.S.}}{A_x} \cdot \frac{w_x}{w_{I.S.}}$$

gdje je:

$A_{I.S.}$ – površina pika internog standarda

A_x – površina pika hlapivog srodnog spoja

w_x – maseni udio hlapivog srodnog spoja u otopini A (ug/g)

$w_{I.S.}$ – maseni udio internog standarda u otopini A (ug/g)

Za analizu uzorka votka izvagana je prvo vijalica za uzorak. Zatim je otpipetirano 0,9 mL uzorka votke te zabilježena masa. U vijalicu za uzorak otpipetirano je 0,1 mL internog standarda te ponovno zabilježena masa. Prilikom vaganja treba se zabilježiti i temperatura prostorije obzirom da se u konačni izračun udjela hlapivog srodnog spoja uzima gustoća etanola pri temperaturi vaganja (ρ) koji se očitava iz Tablice: Gustoća kao funkcija temperature i alkoholne jakosti izražene volumenom dane u Prilogu 2. Pravilnika o analitičkim metodama za jaka alkoholna i alkoholna pića (MPŠVG, 2005). Izvagana otopina uzorka se promiješa i direktno injektira u plinski kromatograf. Analiza uzorka votke provedena je u dva ponavljanja, a svaka otopina injektirana dva puta. Maseni udio srodnog spoja (w_x) izračunava se pomoću formule:

$$w_x = \frac{A_x}{A_{I.S.}} \cdot \frac{m_{I.S.}}{m_{uzorka}} \cdot w_{I.S.} \cdot RRF_x$$

gdje je:

w_x – maseni udio hlapivog srodnog spoja u otopini za analizu (ug/g)

A_x – površina pika hlapivog srodnog spoja

$A_{I.S.}$ – površina pika internog standarda

$m_{I.S.}$ - masa internog standarda (g)

m_{uzorka} - masa uzorka votke (g)

$w_{I.S.}$ – maseni udio internog standarda u otopini za analizu (ug/g)

RRF_x – faktor odziva detektora za hlapivi srodni spoj

Konačni prikaz rezultata, odnosno masena koncentracija hlapivog srodnog spoja (γ_x) u uzorku izračunava se prema formuli:

$$\gamma_x = w_x \cdot \rho \cdot \frac{10}{alk.jakost_{uzorka} \cdot 1000}$$

gdje je:

γ_x – masena koncentracija hlapivog srodnog spoja (g/100 L.a.a.)

w_x – maseni udio hlapivog srodnog spoja u otopini za analizu (ug/g)

ρ – gustoća alkohola (kg/m^3)

$alk.jakost_{uzorka}$ – stvarna alkoholna jakost uzorka votke (% vol.)

3.3.6.3 Senzorska analiza

Senzorska analiza je znanstvena disciplina koja tumači reakcije na one značajke hrane koji opažaju osjetila vida, mirisa, okusa i sluha. Ona mjeri, analizira i interpretira reakcije. Definicija naglašava znanstveni pristup mjerenju svojstava proizvoda. Za senzorsku kakvoću proizvoda ne postoji tehnički instrument, već se koriste sva ljudska osjetila. Ova široka definicija obuhvaća i kvalitativan i kvantitativan pristup i ne pravi razlike između toga je li svojstvo utvrdio potrošač ili tretirani ocjenjivač/senzoričar ili jesu li objektivna ili subjektivna pitanja postavljena o proizvodu (Četrtek, 2017).

Analize dakle uključuju testove na boju, okus, miris i teksturu, a određuju se uz pomoć ovih metoda potrošaču daju sliku o proizvodu:

- testovi diferencijacije: duo-trio test, test trokuta, test u paru,
- sustav bodovanja,
- opisno senzorska analiza.

Za senzorsku analizu votke od batata odabran je sustav bodovanja, odnosno DLG metoda, a primjer ocjenjivačkog listića nalazi se u **Prilogu 1**.

DLG (Deutsche Landwirtschafts-Gesellschaft) je jedno od važnijih njemačkih međunarodnih udruženja za ocjenjivanje kvalitete prehrambenih proizvoda. Cilj metode je opisati sve ili pojedine karakteristike, kao na primjer izgled, miris, okus, boja, bistroća i ostalo. Dakle, to je standardna njemačka metoda za ocjenjivanje alkoholnih pića. Kod ovakvog tipa testiranja ocjenjivači ne traže vrline, već traže nedostatke (Ilić, 2017). Ova metoda sadrži ponderirane bodove za svako određeno svojstvo koje se promatra. Nakon toga se statistički obrade svi podaci čime se subjektivne ocjene pretvaraju u jedan objektivni rezultat svakog uzorka (Web 18).

U DGL metodi ocjenjivanja votke od batata sudjelovalo je 9 ocjenjivača, a svaki ocjenjivač dobio je po tri uzorka. Svaki uzorak je bio obilježen brojem, a ocjenjivači nisu znali o kojoj vrsti votke je riječ.

Uzorak 1 – votka nakon dvije destilacije

Uzorak 2 – votka nakon tri destilacije (DK)

Uzorak 3 – votka nakon tri destilacije (VD)

3. Eksperimentalni dio

Ocjenjivači su morali dati ocjene (1 – 5) za boju, okus, bistroću, miris i okus za sva tri uzorka. Značenje svake ocjene prikazano je u **Tablici 9**. Navedene ocjene množe se s faktorima značaja koji je za boju 3, za bistroću 3, za miris 5 te za okus 9. Množenjem ocjene i faktora značaja dobiju se bodovi, a zbroj bodova daje konačnu ocjenu proizvoda.

Tablica 9 Opis ocjena za DLG metodu

| OCJENA OSOBINE | OPIS OSOBINE |
|--------------------------|-------------------------------|
| 5 vrlo dobro | pun, potpun, standard kakvoće |
| 4 dobro | neznatno odstupanje |
| 3 zadovoljavajuće | znatno odstupanje |
| 2 slabo zadovoljavajuće | jasna greška |
| 1 nezadovoljavajuće | jaka greška |
| 0 ne može se procijeniti | ne može se procijeniti |

Zbrajanjem svih ocjena za pojedini uzorak, računa se srednja ocjena, koja je reprezentativna ocjena senzorske analize tog uzorka.

4. REZULTATI I RASPRAVA

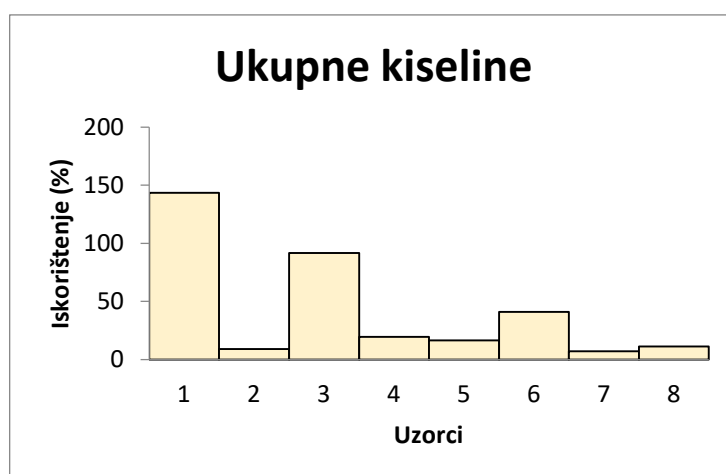
4.1. KEMIJSKA ANALIZA

Kemijskom analizom, odnosno određivanjem ukupnih kiselina, dobiveni su rezultati prikazani u **Tablici 10**.

Tablica 10 Iskorištenje kiselina određenih metodom titracije

| UZORAK | ISKORIŠTENJE (%) |
|--------|------------------|
| 1 | 143,34 |
| 2 | 9,10 |
| 3 | 91,70 |
| 4 | 19,58 |
| 5 | 16,48 |
| 6 | 40,93 |
| 7 | 7,10 |
| 8 | 11,37 |

Prema rezultatima može se zaključiti da kada uspoređujemo frakcije (**Slika 27**), najviše ukupnih kiselina ima „stripping run“ (uzorak 1). To se može prepisati tome da je taj uzorak prošao kroz samo jednu destilaciju, te nije filtriran kroz AC filter. Shodno tome, uspoređujući ukupne kiseline, votka s najmanjim brojem destilacija, odnosno votka nakon dvije destilacije na destilacijskom kotlu (uzorak 6) ima više ukupnih kiselina od uzorka 7 i 8 koje su provedene kroz još jednu dodatnu destilaciju, svaka na drugačijem uređaju.



Slika 27 Grafički prikaz iskorištenja ukupnih kiselina određenih titracijom

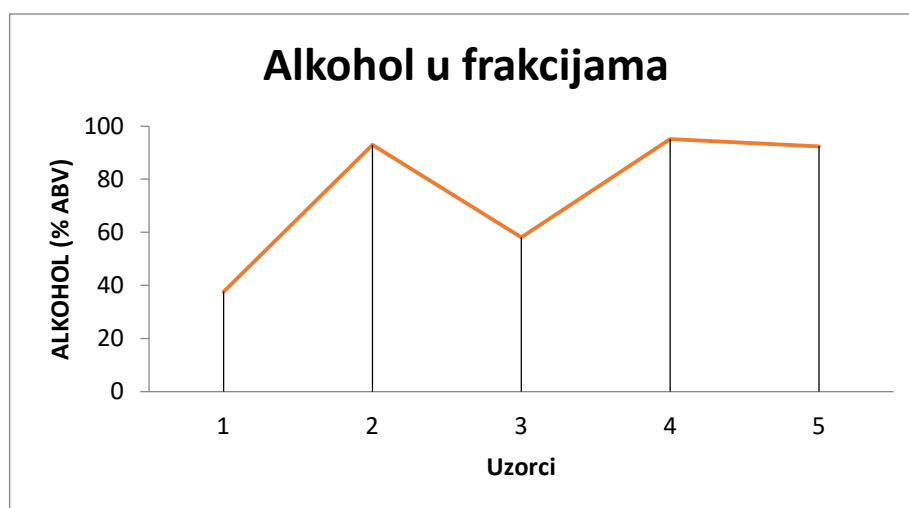
4.2. ODREĐIVANJE UDJELA ETANOLA

4.2.1. Određivanje etanola u frakcijama

U **Tablici 11** prikazani su rezultati alkoholne vrijednosti u uzorcima za pojedine frakcije. Može se zaključiti kako uzorak 1 („stripping run“) ima najmanju alkoholnu vrijednost, a uzorak 4 (srce destilacije) ima najvišu. Ovi rezultati su očekivani s obzirom na to da je votka piće koje je bogato alkoholom, a za vrijeme faze srce destilacije najviše isparava upravo alkohol te je prema tom podatku ta faza frakcije i dobila ime „srce“. U frakciji 5 alkohol se ponovno počinje smanjivati zbog toga što počinje isparavati voda (**Slika 28**).

Tablica 11 Alkohol u pojedenim frakcijama određen na GC-u

| UZORAK | ALKOHOL (% ABV) | A (EtOH) | A (ACN) | GUSTOĆA UZORKA (g/L) |
|--------|-----------------|-----------|----------|----------------------|
| 1 | 37,63 | 2996444,4 | 501006,4 | 951,74 |
| 2 | 93,02 | 7655693,2 | 517824 | 818,78 |
| 3 | 58,15 | 5145672,4 | 556782 | 913,20 |
| 4 | 95,17 | 7717529 | 510244,7 | 810,71 |
| 5 | 92,30 | 7405195 | 504849,1 | 821,33 |



Slika 28 Grafički prikaz promjene udjela alkohola tijekom druge destilacije određene na GC-u

4.2.2. Određivanje etanola u votki proizvedenoj različitim tipom destilacije

Tablica 12 Određivanje udjela alkohola u gotovim votkama na GC-u

| UZORAK | ALKOHOL (% ABV) | ALKOHOL PRIJE RAZRJEĐENJA (% ABV) | GUSTOĆA UZORKA (g/L) |
|--------|---------------------|--------------------------------------|----------------------|
| 6 | 40,42 | 87 | 947,4 |
| 7 | 40,46 | 93 | 947,1 |
| 8 | 40,50 | 91 | 947,1 |

Nakon provedene analize na GC-u dobiveni su rezultati za etanol za sva tri uzorka votke prikazani u **Tablici 12**. Ovakvi rezultati bili su očekivani jer je upravo to i postotak alkohola na koje se je određeni tip votke razrijedio nakon odrađene destilacije. Također, votka na tržištu je najčešće upravo 40 % ABV.

Kada se uspoređuje udio alkohola u pojedinim votkama prije razrjeđenja vidi se da se više alkohola dobije sa većim brojem destilacija (uzorak 7,8). Također, tijekom izrade ovog rada nije bilo moguće dobiti 96 % ABV etilni alkohol na koji nas Europska regulativa kao proizvođača obavezuje. Razlog za nešto manji udio etilnog alkohola jest manjak tavana na destilacijskom kotlu Prehrambeno – tehnološkog fakulteta Osijek (ima 4 tavana, a neke industrije znaju ih imati i po 40). Također, regulativa nalaže da u gotovom proizvodu mora biti minimum 37,5 % ABV. Ova votka sadrži 40 % ABV što znači da odgovara ovom zahtjevu regulative.

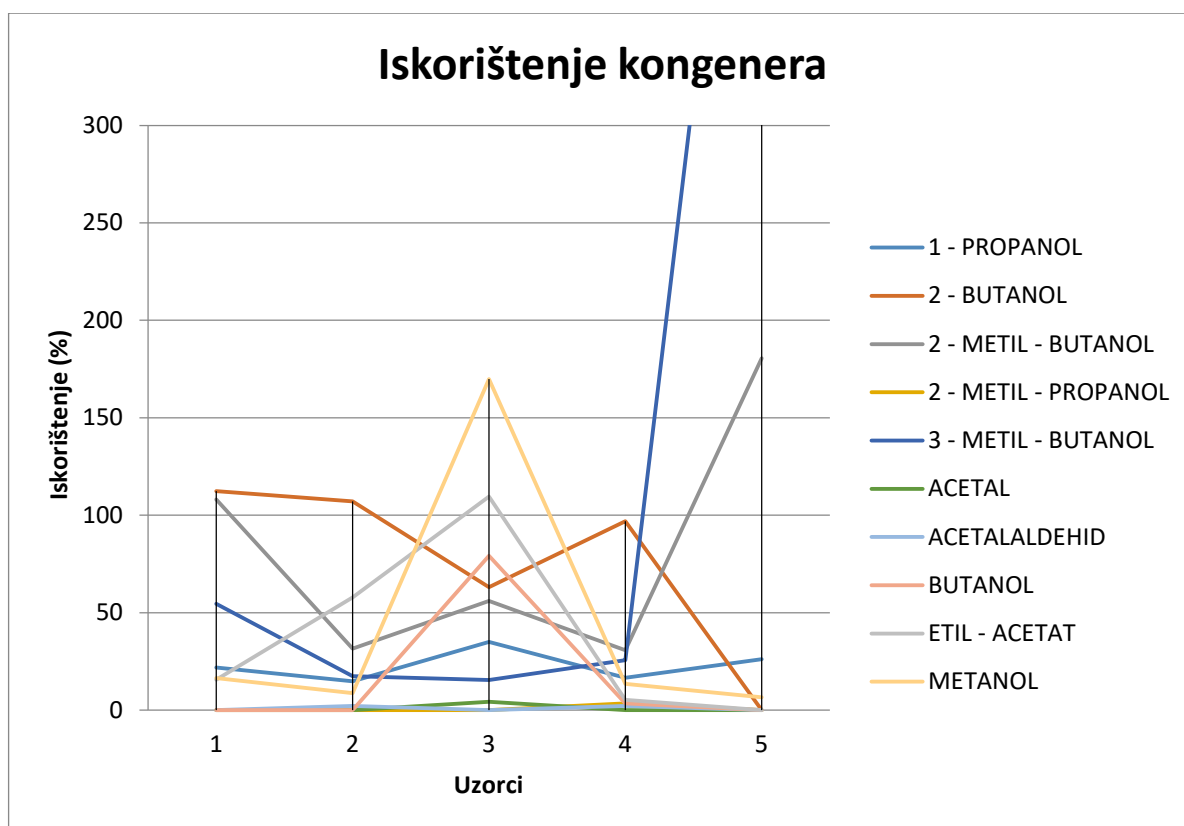
Najbliži udio alkohola traženom bio je upravo u frakciji destilacije „srce“ gdje je dobiveno 95,17 % ABV (**Tablica 11**). Prema istraživanju koje je proveo Hodel (2023) upravo ta frakcija inače je i najbogatija etanolom od svih frakcija koje se izdvajaju prilikom proizvodnje votke.

4.3. ODREĐIVANJE UDJELA KONGENERA

4.3.1. Određivanje udjela kongenera u frakcijama

Tablica 13 Iskorištenje kongenera u frakcijama druge destilacije

| KONGENER | ISKORIŠTENJE (%) | | | | | |
|--|------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| | UZORAK | | | | | |
| | g/100 La.a. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1 - PROPANOL | 85,14062584 | 21,93 | 14,78 | 35,01 | 16,60 | 26,09 |
| 2 - BUTANOL | 83,31773677 | 112,36 | 107,16 | 63,15 | 96,88 | 0 |
| 2 - METIL - BUTANOL | 86,97953888 | 108,12 | 31,54 | 56,09 | 30,75 | 180,47 |
| 2 - METIL - PROPANOL | 86,98953888 | 0 | 0 | 0 | 3,41 | 0 |
| 3 - METIL - BUTANOL | 93,18612295 | 54,53 | 17,43 | 15,47 | 25,70 | 607,91 |
| ACETAL | 89,09450684 | 0 | 0 | 4,21 | 0 | 0 |
| ACETALALDEHID | 87,54119281 | 0 | 2,17 | 0 | 2,17 | 0 |
| BUTANOL | 85,13423309 | 0 | 0 | 79,18 | 3,43 | 0 |
| ETIL - ACETAT | 87,91358845 | 15,64 | 57,81 | 109,49 | 5,22 | 0 |
| METANOL | 89,99759569 | 16,49 | 8,79 | 169,82 | 13,51 | 6,58 |
| HLAPIVE KOMPONENTE (kongeri + kiseline) | | 329,07 | 239,68 | 532,42 | 197,71 | 821,05 |



Slika 29 Grafički prikaz iskorištenja kongenera čije su koncentracije određene na GC-u

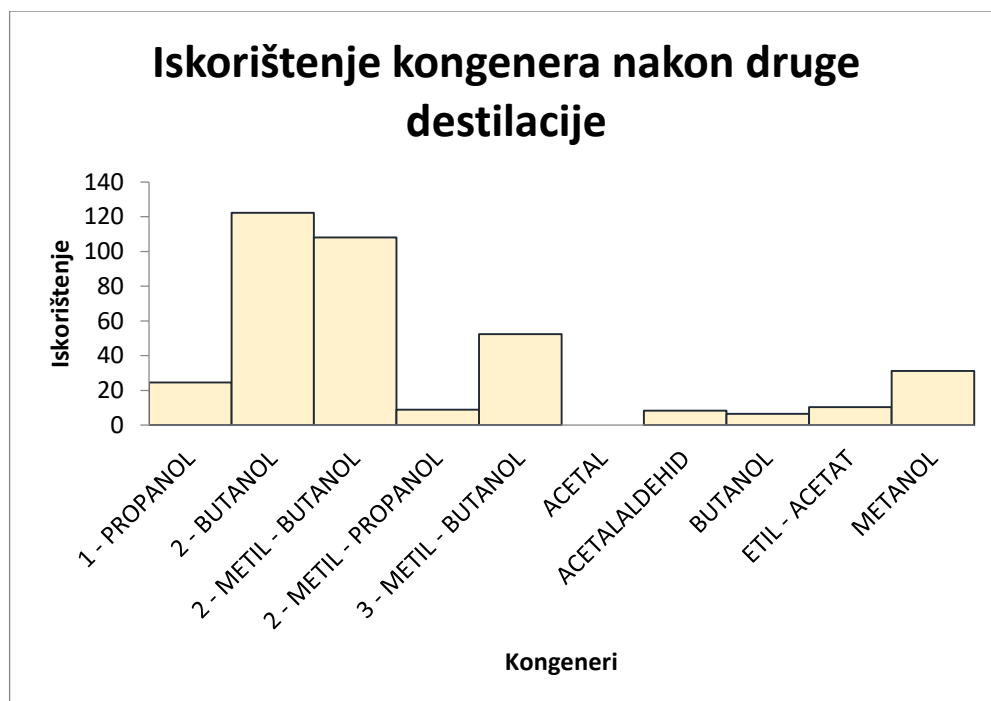
Prema dobiveni rezultatima prikazanim u **Tablici 13**, a grafički prikazanim na **Slici 29**, može se zaključiti da je najviše hlapivih komponenata bilo u frakciji 5 (kraj destilacije). Ta frakcija zove se rep te je i inače bogata aromama koje su nepoželjne u piću kao što je votka. Također, može se vidjeti kako u svim frakcijama ima malo komponenata poput acetala i acetalaldehida. Frakcija koja je najbogatija različitim kongenerima jest frakcija 3, odnosno početak destilacije nakon prolaska kroz AC filter. To je faza u kojoj izlaze komponente koje utječu na konačan okus votke.

Hodel (2023), govori kako na početku destilacije izlaze komponente kao što su butanol, etil – acetat, dok metanol izlazi ravnomjerno tijekom cijele destilacije, a najviše u frakciji 3.. Također, možemo vidjeti kako je etil acetata najviše bilo u frakciji 3, te onda naglo pada te ga u frakciji 5 više ni nema.

4.3.2. Određivanje kongenera u votki proizvedenoj u destilacijskom kotlu

Tablica 14 Iskorištenje kongenera u votki nakon druge destilacije

| KONGENER | ISKORIŠTENJE (%) | |
|---|------------------|---------------|
| | UZORAK | |
| | g/100 La.a | 6 |
| 1 - PROPANOL | 85,14062584 | 24,59 |
| 2 - BUTANOL | 83,31773677 | 122,21 |
| 2 - METIL - BUTANOL | 86,97953888 | 108,04 |
| 2 - METIL - PROPANOL | 86,98953888 | 8,85 |
| 3 - METIL - BUTANOL | 93,18612295 | 52,38 |
| ACETAL | 89,09450684 | 0 |
| ACETALALDEHID | 87,54119281 | 8,29 |
| BUTANOL | 85,13423309 | 6,50 |
| ETIL - ACETAT | 87,91358845 | 10,35 |
| METANOL | 89,99759569 | 31,18 |
| HLAPIVE KOMPONENTE (kongeneri + kiseline) | | 372,39 |



Slika 30 Grafički prikaz iskorištenja kongenera u uzorku 6 nakon druge destilacije provedene u destilacijskom kotlu

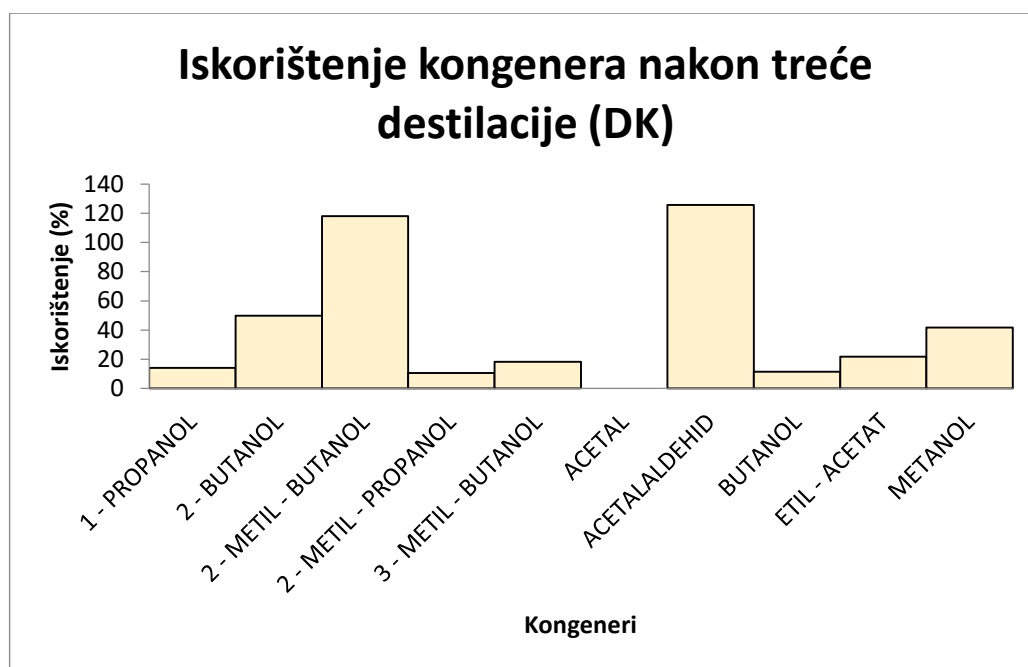
Za votku nakon druge destilacije, odnosno nakon destilacije na destilacijskom kotlu dobiveno je da ima ukupno iskorištenje hlapivih komponenata 372,39 %. Udio pojedinih kongenera u uzorku 6 vidljiv je u **Tablici 14**. Kada je riječ o kongenerima u ovoj votki osim etanola, najviše ima 2 – butanola, 2 – metil butanola te 3 – metil – butanola (**Slika 30**).

Također, uspoređujući ovu votku s Europskom regulativom koja nalaže da votka na tržištu ne smije imati više od 30 g/hL metanola, 0,5 g/hL viših alkohola (2-metil-propanol), te 0,5 g/hL acetaldehida može se zaključiti kako uzorak 6, odnosno, votka od batata svojim sastavom kongenera odgovara zahtjevima regulative. Treba napomenuti kako votka nakon dvije destilacije sadrži suhog ekstrakta u količini od 0,2 g/L, a maksimum koji smije imati jest 0,01 g/L.

4.3.3. Određivanje kongenera u votki proizvedenoju destilacijskoj koloni

Tablica 15 Iskorištenje kongenera u votki nakon treće destilacije (DK)

| KONGENER | ISKORIŠTENJE | |
|---|--------------|---------------|
| | UZORAK | |
| | g/100 La.a | 7 |
| 1 - PROPANOL | 85,14062584 | 14,07 |
| 2 - BUTANOL | 83,31773677 | 49,78 |
| 2 - METIL - BUTANOL | 86,97953888 | 117,96 |
| 2 - METIL - PROPANOL | 86,98953888 | 10,53 |
| 3 - METIL - BUTANOL | 93,18612295 | 18,28 |
| ACETAL | 89,09450684 | 0 |
| ACETALALDEHID | 87,54119281 | 125,64 |
| BUTANOL | 85,13423309 | 11,40 |
| ETIL - ACETAT | 87,91358845 | 21,85 |
| METANOL | 89,99759569 | 41,64 |
| HLAPIVE KOMPONENTE (kongeneri + kiseline) | | 411,15 |



Slika 31 Grafički prikaz iskorištenja kongenera u uzorku 7 nakon treće destilacije provedene u destilacijskoj koloni

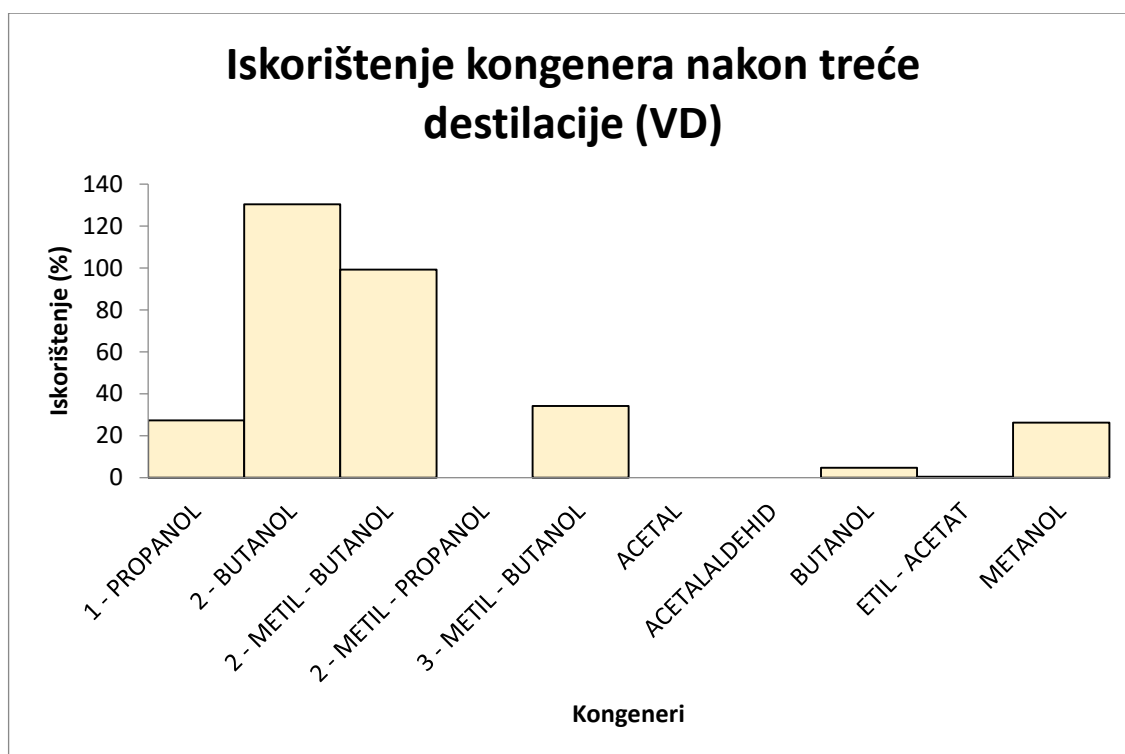
U uzorku 7, odnosno nakon treće destilacije (DK), ukupno iskorištenje hlapivih komponenata jest 411, 15 % (**Tablica 15**). Ova votka uz etanol, najbogatija je kongenerima poput 2 – metil butanola i acetalaldehida (**Slika 31**).

Ova votka odgovara zahtjevima regulative prema sastavu kongenera. Također, ova votka nema ostataka suhog ekstrakta, odnosno on iznosi 0 g/L.

4.3.4. Određivanje kongenera u votki proizvedenoj vakuum destilacijom

Tablica 16 Iskorištenje kongenera u votki nakon treće destilacije (VD)

| KONGENER | ISKORIŠTENJE (%) | |
|--|------------------|--------------|
| | UZORAK | |
| | g/100 La.a | 8 |
| 1 - PROPANOL | 85,14062584 | 27,37 |
| 2 - BUTANOL | 83,31773677 | 130,35 |
| 2 - METIL - BUTANOL | 86,97953888 | 99,30 |
| 2 - METIL - PROPANOL | 86,98953888 | 0 |
| 3 - METIL - BUTANOL | 93,18612295 | 34,20 |
| ACETAL | 89,09450684 | 0 |
| ACETALALDEHID | 87,54119281 | 0 |
| BUTANOL | 85,13423309 | 4,86 |
| ETIL - ACETAT | 87,91358845 | 0,48 |
| METANOL | 89,99759569 | 26,24 |
| HLAPIVE KOMPONENTE (kongeneri + kiseline) | | 322,8 |



Slika 32 Grafički prikaz iskorištenja kongenera u uzorku 8 nakon treće destilacije provedene u destilacijskoj koloni

Prema rezultatima dobivenima na GC-u, za votku dobivenu vakuum destilacijom, ona ima iskorištenje hlapivih komponenata 322,8 % (najmanje od sve tri votke) (**Tablica 16**). Prema **Slici 32** može se reći da ova votka uz etanol ima najviše 2 – butanola, i 2 – metil – butanola.

Uspoređujući dobivene rezultate s Europskom regulativom, ova votka sadrži najmanje kongenera čiji je maksimum reguliran regulativom. Odnosno ne sadrži acetalaldehid i 2 – metil-propanol čija bi prisutnost mogla ograničiti proizvodnju i prodaju ovog tipa votke. Također, sadrži zadovoljavajuću količinu metanola, te ne sadrži suhi ekstrakt.

4.4. SENZORSKA ANALIZA

Tablica 17 Rezultati senzorske analize votke nakon dvije destilacije po DLG metodi

| VOTKA OD BATATA NAKON 2. DESTILACIJE | |
|---|-----------------------|
| OCJENJIVAČ | KONAČNA OCJENA |
| 1 | 60 |
| 2 | 83 |
| 3 | 95 |
| 4 | 100 |
| 5 | 61 |
| 6 | 68 |
| 7 | 83 |
| 8 | 97 |
| 9 | 81 |
| Srednja vrijednost: | 80,89 |

Tablica 18 Rezultati senzorske analize votke nakon tri destilacije po DLG metodi

| VOTKA OD BATATA NAKON 3 . DESTILACIJE (DK) | |
|---|-----------------------|
| OCJENJIVAČ | KONAČNA OCJENA |
| 1 | 77 |
| 2 | 71 |
| 3 | 77 |
| 4 | 86 |
| 5 | 86 |
| 6 | 79 |
| 7 | 72 |
| 8 | 100 |
| 9 | 72 |
| Srednja vrijednost: | 80,00 |

Tablica 19 Rezultati senzorske analize votke nakon tri destilacije po DLG metodi

| VOTKA OD BATATA NAKON 3 . DESTILACIJE (VD) | |
|---|-----------------------|
| OCJENJIVAČ | KONAČNA OCJENA |
| 1 | 72 |
| 2 | 100 |
| 3 | 77 |
| 4 | 86 |
| 5 | 97 |
| 6 | 74 |
| 7 | 91 |
| 8 | 97 |
| 9 | 88 |
| Srednja vrijednost: | 86,89 |

Prema dobivenima rezultatima u **Tablicama 17, 18, 19** može se zaključiti kako se ocjenjivačima najviše svidjela votka proizvedena vakuum destilacijom. Ako se taj rezultat poveže s **Tablicom 16** vidimo da upravo ta votka ima najmanje drugih hlapivih komponenata, odnosno, kongenera. Odnosno mirisom je najsličnija votki koja se nalazi na tržištu.

Također, kada uspoređujemo sastav votki prikazanih u **Tablicama 14, 15, 16** te količinu etanola u sve tri votke, može se zaključiti kako votka dobivena vakuum destilacijom najviše odgovara zahtjevima Europske regulative za etilni alkohol dobiven iz poljoprivrednih sirovina.

5. ZAKLJUČCI

Na osnovi rezultata istraživanja provedenih u ovom radu, mogu se izvesti sljedeći zaključci:

1. Batat je pogodna sirovina za proizvodnju votke.
2. Na konverziju šećera batata utječu početni uvjeti konverzije kao na primjer: stupanj usitnjavanja sirovine, temperatura želatinizacije, likvefakcije i saharifikacije, količina enzima. Kod šarže kod koje je korišteno više enzima, te više temperature kod postupaka tijekom konverzije šećera dobiveno je i više šećera. Također, sitnije rezana šarža dala je više šećera od krupnije rezane šarže.
3. Broj ponavljanja postupka destilacije ima utjecaja na količinu ekstrakta u samoj votki, odnosno, nakon treće destilacije količina ekstrakta bila je 0, dok nakon druge destilacije ima i dalje zaostalog ekstrakta.
4. Broj ponavljanja postupka destilacije ima i utjecaja na količinu ukupnih kiselina. Porastom broja provedenih destilacija količina ukupnih kiselina se snižava.
5. Broj tavana na destilacijskoj koloni ima velik utjecaj na proizvodnju votke. Ukoliko ih nema dovoljno neće biti moguće proizvesti votku koja se zahtijeva regulativom ili je potrebno destilaciju provoditi na destilacijskom kotlu znatno više puta.
6. Dobivena votka može se nazvati karakternom votkom zbog toga što miris odaje koja sirovina je korištena za proizvodnju pića. Bistre je boje, ugodnog mirisa, svilenog okusa te odgovara po svim parametrima votki koja se nalazi na tržištu.

6. LITERATURA

- Agu, R. C., Bringham, T. A., Brosnan, J. M. Production of grain whisky and ethanol from wheat, maize and other cereals. *Journal of the Institute of Brewing*, 112(4), 314-323, 2006.
- Benvenega, M. A. C., Librantz, A. F. H., Santana, J. C. C., Tambourgi, E. B. Genetic algorithm applied to study of the economic viability of alcohol production from Cassava root from 2002 to 2013. *Journal of Cleaner Production*, 113, 483-494, 2016.
- Cantos-Lopes, A., Vilela-de Resende, J. T., Machado, J., Perez-Guerra, E., Vilela-Resende, N. Alcohol production from sweet potato (*Ipomoea batatas* (L.) Lam.) genotypes in fermentative medium. *Acta Agronómica*, 67(2), 231-237, 2018.
- Cvetković, T. Fizikalne, kemijske i senzorske karakteristike voćnih rakija s područja Like (Doctoral dissertation, University of Zagreb. Faculty of Food Technology and Biotechnology. Department of Food Engineering. Laboratory for Fermentation and Yeast Technology), 2020.
- Četrtek, J. Senzorsko ocjenjivanje kave za domaćinstvo (Doctoral dissertation, Karlovac University of Applied Sciences. The Department of Food Processing Technology), 2017.
- Dewan, A., Li, Z., Han, B., Karim, M. N. Saccharification and fermentation of waste sweet potato for bioethanol production. *Journal of Food Process Engineering*, 36(6), 739-747, 2013.
- Hodel, J. Vodka. In *Distilled Spirits* (pp. 37-60). Academic Press, 2023.
- Ilić, J. Senzorna svojstva likera od rogača i kadulje (Doctoral dissertation, Polytechnic in Pozega. Biotechnical department), 2017.
- Jazbec, J. Metode vođenja kontinuiranog procesa destilacije (Doctoral dissertation, University of Zagreb. Faculty of Chemical Engineering and Technology), 2017.
- Klaić, F. Proizvodnja viskija u Hrvatskoj (Doctoral dissertation, Josip Juraj Strossmayer University of Osijek. Faculty of Agrobiotechnical Sciences Osijek. Department of Plant Production and Biotechnology), 2023.

- Kopsahelis, N., Agouridis, N., Bekatorou, A., Kanellaki, M. Comparative study of spent grains and delignified spent grains as yeast supports for alcohol production from molasses. *Bioresource technology*, 98(7), 1440-1447, 2007.
- Menezes, A. G. T., Menezes, E. G. T., Alves, J. G. L. F., Rodrigues, L. F., Cardoso, M. D. G. Vodka production from potato (*Solanum tuberosum* L.) using three *Saccharomyces cerevisiae* isolates. *Journal of the Institute of Brewing*, 122(1), 76-83, 2016.
- Montevecchi, G., Cannio, M., Cancelli, U., Antonelli, A., & Romagnoli, M. Evaluation of Distillery Fractions in Direct Methanol Fuel Cells and Screening of Reaction Products. *Clean Technologies*, 6(2), 513-527, 2024.
- MPŠVG, Ministarstvo poljoprivrede, šumarstva i vodnoga gospodarstva: Pravilnik o analitičkim metodama za jaka alkoholna pića i alkoholna pića. Narodne novine 38705, 2005.
- Onuki, S., Koziel, J. A., Jenks, W. S., Cai, L., Rice, S., van Leeuwen, J. H. Ethanol purification with ozonation, activated carbon adsorption, and gas stripping. *Separation and Purification Technology*, 151, 165-171, 2015.
- Pauley, M., Maskell, D. Mini-review: the role of *Saccharomyces cerevisiae* in the production of gin and vodka. *Beverages*, 3(1), 13, 2017.
- Smith, T. C., Kindred, D. R., Brosnan, J. M., Weightman, R. M., Shepherd, M., Sylvester-Bradley, R. Wheat as a feedstock for alcohol production. *HGCA Research Review*, 61, 2006.
- Tomas, S., Planinić, M., & Bucić-Kojić, A. Jedinične operacije u prehrambenom i procesnom inženjerstvu, 2019.
- Wang, M. L., Choong, Y. M., Su, N. W., Lee, M. S. A rapid method for determination of ethanol in alcoholic beverages using capillary gas chromatography. *Journal of Food and Drug Analysis*, 11(2), 3, 2003.
- Web 1: <https://www.agroklub.com/sortna-lista/zitarice/psenica-108/> , datum pristupa: 29.5.2024.
- Web 2: <https://www.enciklopedija.hr/clanak/psenica>, datum pristupa: 29.5.2024.

Web 3: <https://www.agroklub.com/sortna-lista/zitarice/kukuruz-115/>, datum pristupa 29.5.2024.

Web 4: <https://www.world-grain.com/articles/19862-usda-corn-wheat-acres-down-soy-up>, datum pristupa 29.5.2024.

Web 5: <https://www.agroklub.com/sortna-lista/repa-krumpir/krumpir-124/>, datum pristupa: 29.5.2024.

Web 6: <https://www.agroklub.com/sortna-lista/povrce/batat-356/>, datum pristupa: 29.5.2024.

Web 7: <https://batat.hr/nutritivne-vrijednosti-batata/>, datum pristupa: 29.5.2024.

Web 8: <https://zdravakuhinja.com/home-full-mode/page/31/>, datum pristupa: 29.5.2024.

Web 9: <https://m-kvadrat.ba/wp-content/uploads/2019/05/Activated-Carbon.jpg>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 10: <https://ecuga.com/proizvod/zubrowka>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 11: <https://felenevodka.com/club-felene/vodka-101-how-vodka-is-made/>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 12: <https://thealchemistbrew.com.au/unveiling-the-art-of-distillation-stripping-runs-vs-spirit-runs/>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 13: <https://www.anton-paar.com/corp-en/products/details/alcohol-and-extract-meter-alex-500/>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 14: <https://www.enciklopedija.hr/clanak/destilacija>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 15: <https://profilab24.com/en/laboratory/heating-technology/isoheat-km-g-1-standard-heating-mantles-for-flasks-round-bottom>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 16: <https://bevzero.com/what-is-vacuum-distillation/>, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 17: https://www.wikiwand.com/hr/Filtracija_aktivnim_ugljenom, datum pristupa: 31.5.2024.

Web 18: <https://www.shimadzu.at/products/gas-chromatography/gas-chromatograph/gc-2010-pro/features.html> datum pristupa: 21.8.2024.

Web 19: <https://www.agroklub.com/poljoprivredne-vijesti/proizvodi-se-i-pije-sve-kvalitetnija-rakija/5983/>, datum pristupa: 31.5.2024.

Weber, C. T., Trierweiler, L. F., Casagrande, T., Trierweiler, J. O. Economic evaluation of sweet potato distilled beverage produced by alternative route. *International Journal of Development and Sustainability.[Tóquio]. Vol. 7, no. 10 (June 2018), p. 1759-2062, 2018.*


Wiśniewska, P., Śliwińska, M., Dymerski, T., Wardencki, W., Namieśnik, J. The analysis of vodka: a review paper. *Food Analytical Methods, 8, 2000-2010, 2015.*

World Spirits Report 2023: Vodka

Žvorc, D., Purić-Hranjec, M. P. H., Varga, A. V., Pintarić, L. P. Instrumentizacija u analitici održivoga razvoja-Plinska kromatografija-masena spektrometrija GC-MS. *Zbornik radova Međimurskog veleučilišta u Čakovcu, 12(1), 193-204, 2021.*

7. PRILOZI

Prilog 1 Primjer obrasca za senzorsku analizu po DLG metodi



Uzorak _____ Ocjenjivač: _____

OBRAZAC ZA SENZORSKU ANALIZU PO DLG metodi

| ISPITIVANA OSOBINA | FAKTOR ZNAČAJA | OCJENA (1-5) | BODOVI |
|-----------------------|----------------|--------------|--------|
| boja | 3 | | |
| bistroća | 3 | | |
| miris | 5 | | |
| okus | 9 | | |
| KONAČNA OCJENA | | | |

NAPOMENA: _____

| OCJENA OSOBINE | OPIS OSOBINE |
|--------------------------|--|
| 5 vrlo dobro | pun, potpun, standard kakvoće neznatno odstupanje znatno odstupanje jasna greška jaka greška ne može se procijeniti |
| 4 dobro | |
| 3 zadovoljavajuće | |
| 2 slabo zadovoljavajuće | |
| 1 nezadovoljavajuće | |
| 0 ne može se procijeniti | |

Osijek, 15.12.2023.

Potpis ocjenjivača