

▪ Institut für Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften ▪  
Lehrstuhl für Lebensmitteltechnologie/-biotechnologie

---

# **Prozessbewertung der Osmotischen Destillation zur Entalkoholisierung von Wein**

## **I n a u g u r a l - D i s s e r t a t i o n**

zur

Erlangung des Grades

Doktor-Ingenieur  
(Dr.-Ing.)

der

Hohen Landwirtschaftlichen Fakultät

der

Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität

zu Bonn

vorgelegt am: 10. November 2008

von

Dipl.-Ing. Reimar Gutte

aus

Recife/Brasilien

**Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Benno Kunz**

**Korreferent: Prof. Dr. rer. nat. habil. Rudolf Galensa**

**Tag der mündlichen Prüfung: 09. Januar 2009**

**Diese Dissertation ist auf dem Hochschulschriftenserver der ULB Bonn unter  
[http://hss.ulb.uni-bonn.de/diss\\_online](http://hss.ulb.uni-bonn.de/diss_online) elektronisch publiziert**

**Erscheinungsjahr: 2009**

Die vorliegende Arbeit wurde am Lehrstuhl für Lebensmitteltechnologie/-biotechnologie des Instituts für Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften der Landwirtschaftlichen Fakultät der Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität Bonn in der Zeit von Januar 2005 bis November 2008 unter der Leitung von Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Benno Kunz angefertigt.

### **Danksagung**

Mein herzlicher Dank gilt:

Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Benno Kunz für die Überlassung des Themas, die wissenschaftliche Betreuung und die Übernahme der Erstkorrektur,

Herrn Prof. Dr. rer. nat. habil. Rudolf Galensa für die Übernahme der Zweitkorrektur,

Frau Dr. troph. Christine Siekmann-Steffens für die hilfreiche Unterstützung bei den sensorischen Untersuchungen,

Frau Dr.-Ing. Jenny Weißbrodt, Frau Dipl.-Ing. Marzena Wiewiora und Herrn Dipl.-Ing. Martin Fink für die gewissenhafte Durchsicht des Manuskripts und die zahlreichen Anregungen,

allen Mitarbeitern des Fachgebiets Lebensmitteltechnologie für ihre Hilfsbereitschaft, ein angenehmes Arbeitsklima und die Teilnahme an den sensorischen Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit,

der Palmberg eG aus Laumersheim/Pfalz für die kostenlose Forschungshilfe in Form des untersuchten Weins

und der Firma Lanxess für die Bereitstellung des Velcorin® zur Kaltentkeimung der verkosteten Proben.

Ein ganz herzlicher Dank gilt meinen Eltern und meiner Familie!

*Meiner Familie*

## **Prozessbewertung der Osmotischen Destillation zur Entalkoholisierung von Wein**

Die Suche nach einer Technologie zur Entalkoholisierung von Wein ist nach wie vor ein aktuelles Thema für die Weinindustrie, obwohl das erste Patent für die Entalkoholisierung von Wein schon vor 100 Jahren eingereicht wurde. Seit dem wurden verschiedene Ansätze zur Herstellung von entalkoholisierten Weinen untersucht, die sich in den verschiedenen Bereichen der Trenntechnik, wie z.B. Destillation, Extraktion oder Zentrifugation, bewegen und thermische sowie athermische Prozesse umfassen. Zu der Gruppe der Verfahren ohne Hitzeeinwirkung gehören in erster Linie Membranverfahren, die seit den siebziger Jahren des 20. Jahrhunderts zur Abtrennung von Ethanol aus Getränken eingesetzt werden und deren Triebkraft entweder ein Druck- (z.B. Reversosmose) oder ein Konzentrationsgradient (z.B. Dialyse) ist.

In dieser Arbeit wurde als neues Verfahren der Membrantrenntechnik die Osmotische Destillation als mögliche Alternative zur Entalkoholisierung von Weinen untersucht. Es sollten zum einen verfahrenstechnische und zum anderen sensorische Kriterien zur Beurteilung der Eignung der Osmotischen Destillation zur Entalkoholisierung von Wein analysiert werden. Hierzu wurde zuerst der Einfluss wichtiger Prozessparameter auf die Abtrennung des Ethanols und wichtiger Aromastoffe untersucht und anschließend die gewonnenen Weine unterschiedlicher Ethanolgehalte (6, 3 und 0,5 Vol.-%) chromatographisch analysiert und sensorisch bewertet. So war es möglich, eine Bewertung über den gesamten Herstellungsverlauf abzugeben. Mit Hilfe statistischer Auswertungen wurden die sensorischen Attribute bestimmt, die die Akzeptanz des Konsumenten am stärksten beeinflussten. Die Umlaufgeschwindigkeit der Stripplösung und die Temperatur wurden als signifikante Einflussgrößen für die Selektivität des Prozesses identifiziert, wobei die maximal gewählten Faktorstufen von  $300 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  für die Strippgeschwindigkeit und  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  für die Prozesstemperatur als optimal für die Selektivität festgestellt wurden. Da sich jedoch die Parameter unterschiedlich auf die wichtigen, aromatisch wirksamen Ester und Terpenalkohole auswirkten, waren zur abschließenden Beurteilung sensorische Untersuchungen notwendig. In diesen hatte der Verlust der Aromakomponenten während des Prozesses einen signifikanten Einfluss auf die Aromaprofile aller behandelten Weine und führte mit abnehmender Ethanolkonzentration zu immer geringerer Akzeptanz der Produkte. Die zur Auswertung herangezogene PLS Regression ergab darüber hinaus, dass der Ethanolentzug einen gewichtigeren Einfluss auf die Ablehnung des Endproduktes hatte als der Verlust der Aromakomponenten. Daher wurden allein die 6prozentigen Weinproben durch die Prüfer als „beliebt“ eingestuft. Damit zeigten die Untersuchungen, dass sich die Osmotische Destillation als Verfahren zur Herstellung teilentalkoholisierter Weine bis ca. 6 Vol.-% eignete, jedoch in dieser Studie keine Alternative zur Herstellung von entalkoholisierten Weinen darstellt.

### **Evaluation of osmotic distillation for the dealcoholisation of wine**

The quest for a new technology for dealcoholisation of wine is still an ongoing process in the wine industry, though the first patent on the removal of ethanol from wine was handed in 100 years ago. Since then different approaches on the production of dealcoholised wines have been tested, comprising different processes in the field of separation technology, i.e., distillation, extraction or centrifugation. These processes can be either thermal or athermal. Membrane processes mainly belong to the group of processes with no heat impact on the product. Since the 1970s they have been used for removing ethanol from beverages and are either pressure-driven (i.e. reverse osmosis) or concentration-driven (i.e. dialysis) processes.

In the frame of this thesis the osmotic distillation, which is driven by a partial pressure gradient over the membrane, was chosen as a new membrane process. It was investigated as a possible alternative for removing ethanol from wines. Therefore different criteria were explored, either from the process engineering point of view or from sensory perspectives, in order to assess the ability of the osmotic distillation to remove alcohol from wine. In a first step the influence of important process parameters on the removal of ethanol and of valuable aroma components were tested. Subsequently, the produced wines of different ethanol concentrations (6, 3, and 0.5 % vol.) were analyzed chromatographically and evaluated using sensory tests. Thus, it was possible to assess the quality of the products during the whole process. By means of statistical evaluations the sensory attributes, which account most for the consumer's acceptance were identified. The velocity of the strip solution and the operation temperature have been found to be of significant influence on the selectivity of the process, whereas the maximum values of the factors chosen ( $300 \text{ ml} \cdot \text{min}^{-1}$  for the strip solution and  $50 \text{ }^\circ\text{C}$  for the process temperature) could be identified as the optimum for the selectivity. Since the parameters had different influence on the aroma active compounds, such as esters and terpenes, sensory evaluation was necessary for a final assessment of the wines. Thereby the loss of aroma compounds during the process had a significant influence on the aroma profiles of all wines treated. With less ethanol concentration less acceptance of the products was achieved. The evaluation by means of PLS regression lead to the result that the removal of ethanol itself had a bigger influence on the disliking of the product than the loss of aroma components. Therefore only the samples with 6 % vol. have been judged as "accepted" by the panelists. These results showed that the osmotic distillation can be used as a process to produce partially dealcoholised wines up to an ethanol concentration of 6 % vol. but is probably no better alternative to existing dealcoholisation methods.

**I. Inhaltsverzeichnis**

1	Einleitung .....	14
2	Theoretische Grundlagen .....	18
2.1	Membranen .....	18
2.2	Membrankontaktoen .....	20
2.3	Osmotische Destillation .....	22
2.3.1	Stofftransport in Membransystemen .....	26
2.3.2	Theoretischer Stofftransportkoeffizient .....	26
2.3.3	Experimenteller Stofftransportkoeffizient .....	33
2.4	Weininhaltsstoffe .....	36
2.4.1	Aroma und Aromastoffe .....	37
2.4.2	Weinbukett und Bukettstoffe .....	38
2.5	Sensorische Verfahren .....	42
2.5.1	Analytische Prüfverfahren .....	42
2.5.2	Hedonisch/Affektive Prüfverfahren .....	43
2.5.3	Verknüpfung deskriptiver und affektiver sensorischer Daten .....	44
3	Ziel der Arbeit .....	45
4	Material und Methoden .....	47
4.1	Material .....	47
4.1.1	Membrananlage .....	47
4.1.2	Weitere Laborgeräte .....	49
4.1.3	Chemikalienliste .....	50
4.1.4	Verwendeter Wein .....	50
4.1.5	Sensorische Untersuchungen .....	51
4.1.6	Statistische Auswertung .....	51
4.2	Methoden .....	51
4.2.1	Herstellung des Modellweins .....	51
4.2.2	Herstellung des angereicherten Weins zur Verkostung .....	52
4.2.3	Osmotische Destillation mit Modellwein .....	53
4.2.4	Membranversuche mit den Sensorikweinen .....	55
4.2.5	Kaltentkeimung der Weine .....	58
4.2.6	Ethanolanalytik .....	59
4.2.7	Aromastoffanalytik .....	61
4.2.8	Sensorische Methoden .....	63
4.2.9	Statistische Methoden zur Datenaufbereitung .....	69
5	Ergebnisse .....	78
5.1	Stofftransportkoeffizienten .....	78
5.1.1	Theoretische Stofftransportkoeffizienten .....	79

5.1.2	Experimentelle Stofftransportkoeffizienten .....	80
5.2	Sensorik.....	82
5.2.1	Ergebnisse der Profilprüfung .....	83
5.2.3	Varianzanalyse der Profilprüfung .....	89
5.2.4	Hauptkomponentenanalyse (PCA).....	94
5.2.5	Beliebtheitstest .....	98
5.3	Gaschromatographische Ergebnisse für die verkosteten Weine .....	103
5.4	Korrelation analytischer und deskriptiv sensorischer Daten.....	103
6	Diskussion .....	106
6.1	Vergleich der theoretischen mit den experimentellen Daten .....	106
6.2	Einfluss der Prozessparameter auf die Abtrenkinetik .....	109
6.2.1	Einfluss der Prozessparameter auf die Ethanolabreicherung .....	109
6.2.2	Einfluss der Prozessparameter auf die Aromastoffabreicherung .....	114
6.3	Sensorische Bewertung der OD zur Entalkoholisierung von Wein .....	122
6.3.1	Sensorische Veränderungen bei der Entalkoholisierung von Wein mittels OD ....	123
6.3.2	Verknüpfung deskriptiver und affektiver Daten .....	134
6.4	Verknüpfung sensorischer und analytischer Daten .....	139
7	Zusammenfassung.....	145
8	Literaturverzeichnis.....	147
9	Anhang .....	157



## II. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des Trennverhaltens von Membranen .....	18
Abbildung 2.2: Klassifizierung von Membranen.....	19
Abbildung 2.3: Hohlfaser-Membrankontaktor .....	22
Abbildung 2.4: Aufkonzentrierung von Flüssigkeiten mittels der Osmotischen Destillation .....	25
Abbildung 2.5: Isoamylacetat .....	40
Abbildung 2.6: Ethylhexanoat .....	41
Abbildung 2.7: Linalool .....	41
Abbildung 4.1: Schema der Membrananlage zur Osmotischen Destillation .....	47
Abbildung 4.2: Wirkung von Faktoren und Störgrößen auf das Ergebnis.....	70
Abbildung 4.3: Vorgehensweise bei der fraktionierten faktoriellen Versuchsplanung .....	71
Abbildung 4.4: Central Composite Design mit 3 Faktoren .....	72
Abbildung 4.5: Rotierbarer Central Composite Versuchsplan .....	72
Abbildung 4.6: Face centered Central Composite Design .....	73
Abbildung 5.1: Konzentrations-Zeit-Verlauf für Isoamylacetat.....	80
Abbildung 5.2: Profilogramm der bei 10 °C behandelten Weine im Vergleich zum Standard.....	85
Abbildung 5.3: Profilogramm der bei 30 °C behandelten Weine im Vergleich zum Standard.....	85
Abbildung 5.4: Profilogramm der bei 50 °C behandelten Weine im Vergleich zum Standard.....	86
Abbildung 5.5: Profilogramm der Weine mit 6 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Standard.....	87
Abbildung 5.6: Profilogramm der Weine mit 3 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Standard.....	87
Abbildung 5.7: Profilogramm der Weine mit 0,5 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Standard.....	88
Abbildung 5.8: Profilogramm der Weine, denen Ethanol zurückgeführt wurde im Vergleich zum Standard.....	89
Abbildung 5.9: Gesamtübersicht der Hauptkomponentenanalyse (The Unscrambler) .....	97
Abbildung 5.10: Die Faktorwerte im Hauptkomponentenraum PC1 gegen PC2 .....	98
Abbildung 5.11: Beliebtheitsprüfung des Ausgangsweins .....	99
Abbildung 5.12: Beliebtheitsskala für Weine, die bei 10 °C behandelt wurden .....	100
Abbildung 5.13: Beliebtheitsskala für Weine, die bei 30 °C behandelt wurden .....	100
Abbildung 5.14: Beliebtheitsskala für Weine, die bei 50 °C behandelt wurden .....	101
Abbildung 5.15: Beliebtheitsskala für Weine, denen Ethanol zurückgeführt wurde.....	101
Abbildung 6.1: Vergleich der theoretischen und empirischen <i>K</i> -Werte für Ethanol.....	108
Abbildung 6.2: Konzentrationsverläufe für Ethanol: T50 °C, S300 (1,2); T50 °C, S100 (3,4); T10 °C, S300 (5,6); T10 °C, S100 (7,8) .....	110
Abbildung 6.3: Wechselwirkungen der Faktoren Temperatur und Umlaufgeschwindigkeit (Strip).....	111
Abbildung 6.4: Abb.: Faktorwerte im Hauptkomponentenraum .....	126
Abbildung 6.5: Erklärte Varianz durch zwei Hauptkomponenten berechnet ohne Ausreißer, Ausgangswein und das Attribut alkoholisch-stechend.....	127
Abbildung 6.6: Faktorwerte des neu modellierten Hauptkomponentenraums.....	128
Abbildung 6.7: Darstellung der Objekte (Weine) gruppiert nach den kategorisierten Variablen Prozesstemperatur und Ethanolgehalt .....	129

Abbildung 6.8: Faktorladungen des neu modellierten Hauptkomponentenraums.....	130
Abbildung 6.9: Bi-Plot für den neu berechneten Hauptkomponentenraum.....	130
Abbildung 6.10: Root Mean Square Error der PLS Regression zur Bestimmung der Anzahl der Hauptkomponenten .....	135
Abbildung 6.11: Übersicht der Faktorwerte der PLS Regression zur Darstellung der als „ähnlich“ oder „unterschiedlich“ empfundenen Objekten (Weine).....	135
Abbildung 6.12: Übersicht der Faktorladungen der PLS Regression zur Visualisierung der Korrelation zwischen Akzeptanz und Merkmalsattributen.....	136
Abbildung 6.13: Auswahl der wichtigsten Merkmalsattribute anhand der Gewichtung der Regressionskoeffizienten aus dem PLSR Modell .....	137
Abbildung 6.14: Darstellung der Korrelation der Merkmalsattribute und der Akzeptanz der untersuchten Weine .....	137
Abbildung 6.15: Neu berechnetes PLSR Modell mit der reduzierten Anzahl von Merkmalsattributen zur Vorhersage von neu beurteilten Proben durch das Prüferpanel .....	138
Abbildung 6.16: Retentionen der zugesetzten Aromakomponenten bei 50 °C und 300 mL · min <sup>-1</sup> .....	141
Abbildung 6.17: Mittelwerte der prozentualen Aromastoffkonzentrationen bei 30 °C.....	142
Abbildung 9.1: Kalibriergerade für Ethanol .....	157
Abbildung 9.2: Kalibriergerade für Isoamylalkohol .....	157
Abbildung 9.3: Kalibriergerade für 1-Pentanol .....	158
Abbildung 9.4: Kalibriergerade für Isoamylacetat.....	158
Abbildung 9.5: Kalibriergerade für Ethylhexanoat.....	158
Abbildung 9.6: Kalibriergerade für Linalool .....	159
Abbildung 9.7: Kalibriergerade Benzaldehyd .....	159
Abbildung 9.8: Kalibriergerade Hexylacetat .....	159
Abbildung 9.9: Chromatogramm der Kalibrierung (100%).....	176
Abbildung 9.10: Chromatogramm der Kalibrierung (75%).....	176
Abbildung 9.11: Chromatogramm der Kalibrierung (50%).....	177
Abbildung 9.12: Chromatogramm der Kalibrierung (25%).....	178
Abbildung 9.13: Chromatogramm der Kalibrierung (12,5%).....	178
Abbildung 9.14: Chromatogramm der Kalibrierung (10%).....	179
Abbildung 9.15: Chromatogramm der Kalibrierung (5%).....	180
Abbildung 9.16: Chromatogramm der Kalibrierung (2,5%).....	180
Abbildung 9.17: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=0 min.....	181
Abbildung 9.18: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=15 min.....	182
Abbildung 9.19: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=30 min.....	182
Abbildung 9.20: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=45 min.....	183
Abbildung 9.21: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=60 min.....	184
Abbildung 9.22: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=120 min.....	184
Abbildung 9.23: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=180 min.....	185

### III. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1.1: Verfahren zur Herstellung teilentalkoholisierter und entalkoholisierter Weine .....	16
Tabelle 2.1: Membranprozesse .....	20
Tabelle 2.2: Membrankontaktorsysteme [42] .....	21
Tabelle 4.1: Bestandteile der Versuchsanordnung zur osmotischen Destillation .....	48
Tabelle 4.2: Gaschromatograph zur Ethanolanalyse.....	49
Tabelle 4.3: Gaschromatograph zur Aromastoffanalyse.....	49
Tabelle 4.4: Material zur Aromaanalyse .....	49
Tabelle 4.5: Verwendete Chemikalien.....	50
Tabelle 4.6: Wein .....	50
Tabelle 4.7: Hinzugefügte Aromastoffe im Grundwein .....	52
Tabelle 4.8: Versuchsparameter für den faktoriellen statistischen Versuchsplan.....	54
Tabelle 4.9: Versuchsparameter für den erweiterten statistischen Versuchsplan im Central Composite Design .....	55
Tabelle 4.10: Berechnete Prozessdauer zur Herstellung der einzelnen Weinproben.....	56
Tabelle 4.11: Codierung der zur sensorischen Beurteilung herangezogenen Weine.....	57
Tabelle 4.12: Codierung der Proben, die der Aromanalytik zur späteren Korrelation mit den verkosteten Weinen unterzogen wurden.....	58
Tabelle 4.13: Einstellungen des Gaschromatographen .....	60
Tabelle 4.14: Programm des Säulenofens .....	60
Tabelle 4.15: Einstellungen des Autosamplers .....	61
Tabelle 4.16: Einstellungen des Gaschromatographen .....	62
Tabelle 4.17: Programm des Säulenofens .....	62
Tabelle 4.18: Einstellungen des Autosamplers .....	63
Tabelle 4.19: Attribute für die Profilprüfung .....	65
Tabelle 4.20: Beliebtheitsprüfung „Hedonische Skale“ .....	68
Tabelle 5.1: Theoretische Stofftransportkoeffizienten von Ethanol zum Vergleich mit den experimentell ermittelten Stofftransportkoeffizienten.....	79
Tabelle 5.2: Experimentelle K-Werte für den Abgleich mit den theoretischen Stofftransportkoeffizienten .....	80
Tabelle 5.3: Darstellung der Stofftransportkoeffizienten, die innerhalb des faktoriellen Versuchsdesigns ermittelt wurden .....	81
Tabelle 5.4: Stofftransportkoeffizienten aus dem erweiterten statistischen Versuchsplan..	82
Tabelle 5.5: Mittelwerte der Merkmalseigenschaften für alle verkosteten Weine zur Auswertung mittels Varianzanalyse, Spiderplots und Hauptkomponentenanalyse .....	84
Tabelle 5.6: Einfluss des Weins auf die Unterschiede innerhalb der Merkmalseigenschaften .....	90
Tabelle 5.7: Auflistung der signifikant unterschiedlichen Proben innerhalb der Merkmalsattribute berechnet mit dem Post-Hoc Test nach TUKEY.....	91
Tabelle 5.8: Korrelationsmatrix der sensorischen Merkmalsattribute .....	95
Tabelle 5.9: Erklärte Gesamtvarianz.....	96
Tabelle 5.10: Codierung der Proben für die Beliebtheitsprüfungen .....	99
Tabelle 5.11: Beliebtheitskala für Weine, die in das Modell der PLS Regression einfließen, und die dazugehörigen Prozessparameter der Herstellung .....	102

Tabelle 5.12: Konzentrationen der analysierten Aromastoffe für die Korrelation mit den Mittelwerten der Merkmalseigenschaften aus den sensorischen Untersuchungen .....	103
Tabelle 5.13: Korrelationen der Weininhaltsstoffe und den sensorischen Merkmalseigenschaften .....	104
Tabelle 6.1: ANOVA Ergebnisse des faktoriellen Versuchsplans für den Stofftransportkoeffizienten $K_{ethanol}$ .....	111
Tabelle 6.2: Güte des Modells .....	112
Tabelle 6.3: Statistische Auswertung des faktoriellen Versuchsplans für die Aromakomponenten für den Faktor Temperatur und die Zielgröße Stofftransportkoeffizient $K$ .....	114
Tabelle 6.4: Physikochemische Merkmale der untersuchten Substanzen.....	116
Tabelle 6.5: Selektivität des Prozesses anhand der Verhältnisse der Stofftransportkoeffizienten .....	119
Tabelle 6.6: Mittelwerte und Tendenzen der Selektivitäten bei zunehmender Temperatur .....	120
Tabelle 6.7: Signifikanz der Selektivitäten ermittelt durch ANOVA .....	121
Tabelle 6.8: Zielvorgaben für die Prozessoptimierung bezüglich der Selektivitäten .....	121
Tabelle 6.9: Optimierte Prozessparameter für die Stofftransportkoeffizienten .....	122
Tabelle 9.1: Peakflächen der Ethanolanalytik mittels der GC-HS Methode .....	160
Tabelle 9.2: Peakflächen der Substanzen ermittelt aus der GC-Inj Methode .....	160
Tabelle 9.3: Verhältnis der Peakflächen der Substanzen zum Internen Standard.....	161
Tabelle 9.4: Konzentrationen der Substanzen in ppm .....	161
Tabelle 9.5: Internes Verhältnis innerhalb der jeweiligen Substanz zu ihrem Nullwert ...	161
Tabelle 9.6: Standardisierte Konzentrationen aus den Verhältnissen der Tabelle 5.4.....	161
Tabelle 9.7: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Frisch“ .....	162
Tabelle 9.8: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Fruchtig-Obstig“ .....	163
Tabelle 9.9: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Süßlich“ .....	164
Tabelle 9.10: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Blumig“ .....	165
Tabelle 9.11: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Alkoholisch-Stechend“ .....	166
Tabelle 9.12: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Sauer“ .....	167
Tabelle 9.13: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Adstringierend“ .....	168
Tabelle 9.14: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Frisch-Fruchtig“ .....	169
Tabelle 9.15: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Süß“ .....	170
Tabelle 9.16: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Vollmundig“ .....	171
Tabelle 9.17: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Harmonie“ .....	172
Tabelle 9.18: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (100%) .....	176

Tabelle 9.19: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (75%) .....	177
Tabelle 9.20: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (50%) .....	177
Tabelle 9.21: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (25%) .....	178
Tabelle 9.22: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (12,5%) .....	179
Tabelle 9.23: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (10%) .....	179
Tabelle 9.24: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (5%) .....	180
Tabelle 9.25: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (2,5%) .....	181
Tabelle 9.26: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=0 min .....	181
Tabelle 9.27: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=15 min .....	182
Tabelle 9.28: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=30 min .....	183
Tabelle 9.29: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=45 min .....	183
Tabelle 9.30: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=60 min .....	184
Tabelle 9.31: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=120 min .....	185
Tabelle 9.32: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=180 min .....	185

## 1 Einleitung

Seit über 6000 Jahren ist Wein Teil der menschlichen Kultur und eines der ältesten alkoholischen Getränke weltweit [82,104]. Während in den Jahren 1998 bis 2005 sowohl der Pro-Kopf-Verbrauch an alkoholischen Getränken insgesamt als auch der Bierkonsum in Deutschland stetig zurückgegangen sind, ist ein leichter Anstieg des Weinverzehrs in diesem Zeitraum festzustellen [41]. Im Jahr 2004 wurden in Deutschland insgesamt 20,1 Mio. hL Wein konsumiert [114].

Speziell der moderate Verzehr von Rotwein soll mit gesundheitlichen Vorteilen verbunden sein [58,70,80]. Hierbei können nicht nur die kardioprotektiven Effekte des Ethanol, sondern ganz besonders der hohe Polyphenolgehalt der Rotweine zu einer möglichen Senkung der Mortalität an koronaren Herzerkrankungen (KHK) führen. Der Polyphenolgehalt bewirkt eine Erhöhung des HDL-Cholesterolspiegels, verringert die Blutplättchenaggregation, steigert die Fibrinolyse und wirkt antioxidativ [2,104,105]. Diese, mit dem Rotweinkonsum verbundenen gesundheitlichen Vorteile, die auch als „French Paradox“ bezeichnet werden, konnten von der Wissenschaft jedoch bis heute nicht eindeutig nachgewiesen werden. Denn, trotz aller möglichen positiven Effekte auf die menschliche Gesundheit - Alkohol ist ein Gift für den Körper - egal durch welches Getränk er in die Blutbahn gelangt [47]. Die gesundheitlichen Schäden, die mit einem chronischen Alkoholkonsum verbunden sind, überwiegen in aller Regel die positiven Effekte [2]. Eine mögliche Alternative zu den „traditionellen“ alkoholischen Getränken, wie beispielsweise Wein, stellen alkoholreduzierte bzw. entalkoholisierte Weine dar [38].

Die ersten Versuche zur Entalkoholisierung alkoholischer Getränke wurden zu Beginn des 20. Jahrhunderts gemacht. Im Jahr 1908 wurde der Firma Carl Jung in Rüdesheim das erste Patent zur Entalkoholisierung von Wein erteilt. Das Entalkoholisierungsverfahren beruhte auf einer destillativen Abtrennung des Ethanol [38,118]. Die industrielle Anwendung von Entalkoholisierungsverfahren begann jedoch erst Ende der 80er Jahre. In dieser Zeit ist das Interesse der Konsumenten an alkoholfreien bzw. alkoholreduzierten Getränken gestiegen. Die Motive für das Bevorzugen alkoholreduzierter und entalkoholisierter Produkte beziehungsweise für den Verzicht auf Alkohol aus Sicht des Konsumenten sind vielseitig. Ein wohl bedeutender Aspekt ist der Trend zu einem allgemein erhöhten Gesundheitsbewusstsein in der Bevölkerung, der mit einem verringerten Alkoholkonsum assoziiert ist. Außerdem besteht ein erhöhtes Interesse an kalorienreduzierten Light-

Produkten, die auch im Rahmen einer Diät konsumiert werden können. Weitere Gründe für das Verbraucherinteresse sind die Abhängigkeit von Auto und Führerschein und die damit verbundene Beschränkung des Alkoholkonsums, religiöse Motive, das Leiden an bestimmten Krankheiten oder die Einnahme von Medikamenten, die eine Alkoholabstinenz erfordern sowie Schwangerschaft und Stillzeit [91]. In Ländern mit differenzierter Alkoholsteuer, wie Großbritannien und der skandinavische Raum sind alkoholfreie Weine aus finanzieller Sicht von Interesse, da diese Produkte mit preislichen Vorteilen verbunden sind [30]. Weine mit einem reduzierten Alkoholgehalt werden in „entalkoholisierte“ Weine (< 0,5 Vol.-%), Weine „mit geringem Alkoholgehalt“ (0,5%-1,2 Vol.-%) und „alkoholreduzierte“ Weine (1,2 % - 5,5-6,5 Vol.-%) eingeteilt [92]. Die Klassifizierung entalkoholisierter Weine kann allerdings zwischen Ländern, auch innerhalb der EU, variieren [91]. Nach dem derzeit gültigen deutschen Weingesetz darf ein Wein als „entalkoholisiert“ bezeichnet werden, wenn die Obergrenze von 0,5 Vol.-% nicht überschritten ist. Zu den Verfahren, die zur „schonenden Entgeistung“ des Weines zugelassen sind, zählen thermische Verfahren, Membranprozesse, wenn diese eine Volumenminderung von 25% nicht überschreiten, und die Extraktion mit überkritischem CO<sub>2</sub>. Die Bezeichnung „Alkoholfreier Wein“ ist nicht erlaubt [50]. Das verstärkte Interesse an alkoholreduzierten Alternativgetränken hat die Industrie zum Anlass genommen, ihre Entalkoholisierungstechnologien zu verbessern, um so ihre Marktchancen zu erweitern. Die heute anwendbaren Verfahren zur Entalkoholisierung sind vielfältig. Es wird zwischen den folgenden, in Tabelle 1.1 aufgelisteten Verfahren, unterschieden, von denen die Umkehrosmose das am häufigsten eingesetzte Verfahren zur Entalkoholisierung von Wein ist [30,91,101,118].

**Tabelle 1.1: Verfahren zur Herstellung teilentalkolisierter und entalkolisierter Weine [91]**

Prinzip	Methode
Reduktion der fermentierbaren Zucker in der Traube oder im Saft	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verwendung unreifer Früchte</li> <li>▪ Saftverdünnung</li> <li>▪ Gefrierkonzentration und –Fraktionierung</li> <li>▪ Enzymatische Verfahren (i.e. Glucoseoxidase)</li> </ul>
Abtrennung des Alkohols aus fertig fermentiertem Wein	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Thermische Destillation unter Vakuum oder Atmosphärendruck</li> <li>▪ Evaporation</li> <li>▪ Gefrierkonzentration</li> <li>▪ Membranverfahren: Dialyse; Reversosmose</li> <li>▪ Adsorption: Harze; Silikagele</li> <li>▪ Extraktionsverfahren: Organische Extraktionsmittel oder mit superkritischem CO<sub>2</sub></li> </ul>
Sonstige	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Verdünnung von Wein</li> <li>▪ Früher Abbruch der Fermentation</li> <li>▪ Verwendung von Hefen, die geringe Ethanolkonzentrationen produzieren</li> <li>▪ Kombination aus oben genannten Methoden</li> </ul>

Trotz dieser Vielfalt an technologischen Verfahren genügt die Qualität der auf dem Markt erhältlichen Produkte nicht den Ansprüchen der Konsumenten. Der erwünschte Markterfolg entalkolisierter Weine ist trotz des erhöhten Interesses seitens der Verbraucher bis heute ausgeblieben. Als Hauptgrund für die bisher fehlende Akzeptanz bei den Verbrauchern wird die ungenügende sensorische Qualität der Weine angeführt [91]. Zum einen ist diese reduzierte sensorische Qualität Folge des Entalkoholisierungsprozesses. Zum anderen führt der reine Ethanolentzug zwangsläufig zu einer Veränderung der sensorischen Eigenschaften. Bisherige Studien kommen zu dem Ergebnis, dass dem Wein durch die bisher eingesetzten Entalkoholisierungstechnologien nicht nur der Alkohol, sondern auch ein Großteil der Aromastoffe entzogen wird bzw. Veränderungen der Aromakomponenten eintreten [100]. Zusätzlich wird dem Wein durch den reinen Ethanolentzug die harmonisierende Wirkung des Ethanols entzogen und er verliert an Körper. Das Resultat sind Weine, deren charakteristisches Weinroma nicht mehr vorhanden ist [38]. Eine „Sonderstellung“ nehmen jedoch Weine mit Ethanolgehalten von 5-8 Vol.-% ein, da hier die Problematik des Bukettverlusts etwas verringert ist [100]. Wichtige technologische Entwicklungen, wie die Verringerung von Prozesstemperaturen und eine verbesserte Aromaretention, haben zwar zu einer



verbesserten sensorischen Qualität der Produkte geführt, dennoch stellt der Erhalt der weinigen Note und die Bewahrung des typischen Aromas, der Struktur und der Harmonie weiterhin ein technologisches Problem dar [38]. Die Osmotische Destillation, ein relativ neues Membrantrennverfahren, verspricht eine möglichst effiziente Abtrennung des Ethanol bei gleichzeitigem geringen Verlust an Aromastoffen und stellt somit eine mögliche Alternative zu den bisher eingesetzten Entalkoholisierungstechnologien dar [79].

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Membranen

Membranen können generell als Filtersysteme betrachtet werden, mit dem Zweck, Substanzen aus Stoffgemischen abzutrennen [11]. Wie bei herkömmlichen Filtrationen erfolgt eine Abtrennung aufgrund der Impermeabilität der Membran für eine oder mehrere Substanzen, während es anderen Stoffen möglich ist, diese zu passieren.

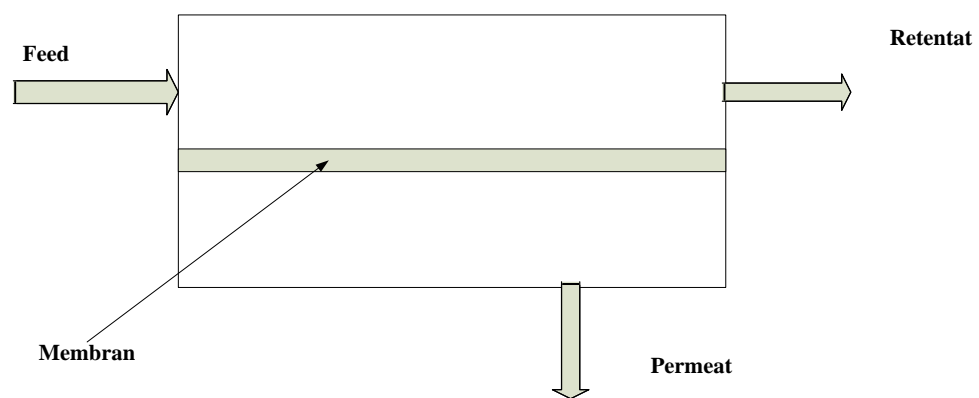
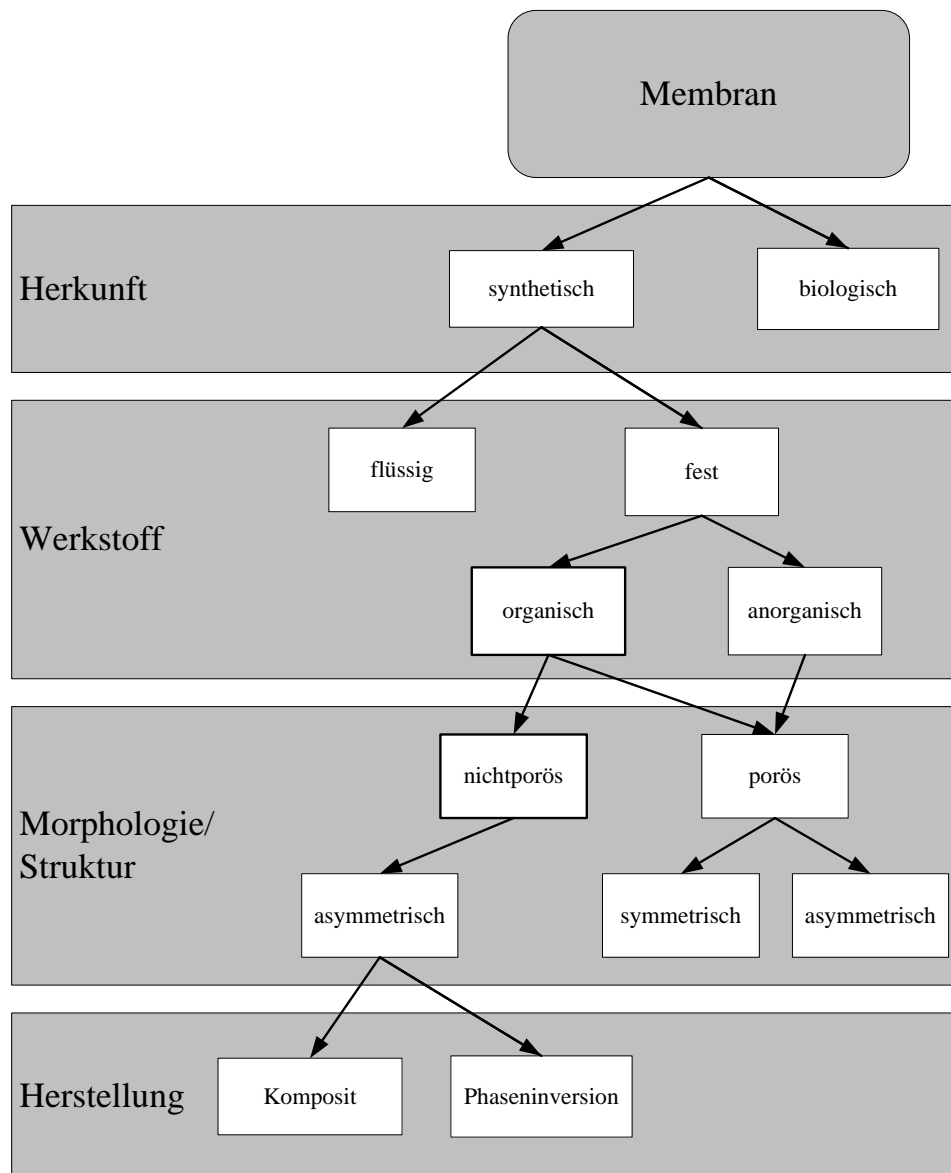


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung des Trennverhaltens von Membranen

Wie in Abbildung 2.1 zu sehen, wird der Eingangsstoffstrom als Feed bezeichnet, das sich in den von der Membran zurückgehaltenen Teil, das Retentat, und den Teil des Ausgangsgemisches, der die Membran passieren kann, das Permeat, aufteilt [106].

Die verwendeten Membranen können ebenfalls in ein Schema gebracht werden, das eine klare Einteilung nach Herkunft, Werkstoff, Morphologie und Herstellung der Membran erlaubt (Abbildung 2.2) [96].



**Abbildung 2.2: Klassifizierung von Membranen**

RAUTENBACH et al. charakterisieren Membrantrennprozesse anhand zweier Hauptmerkmale: Eine Abtrennung erfolgt alleine aufgrund physikalischer Eigenschaften; d.h. thermische, biologische oder chemische Reaktionen spielen keine Rolle während des Prozesses. Zweitens sind Membransysteme immer modular konstruiert, so dass sie einfach an größere Kapazitäten angepasst werden können [96].

Im Gegensatz zu traditionellen Filtersystemen, ist es mit Membranen möglich, die Abtrennung bis auf die molekulare Ebene zu bringen. Damit bieten Membranen eine Alternative zu Grundoperationen wie Destillation und Absorption. Tabelle 2.1 zeigt die

gängigsten Membranprozesse und ihre Anwendungen in der Lebensmittelindustrie [7,10,68,97,113].

**Tabelle 2.1: Membranprozesse**

<b>Membranprozesse</b>	<b>Triebkraft</b>	<b>Aggregatzustand auf den Seiten der Membranen</b>	<b>Anwendungsbeispiele in der Lebensmittelindustrie</b>
<b>Umkehrosmose</b>	Druckdifferenz (bis 200 bar)	fl/fl	Aufkonzentrierung von Fruchtsäften
<b>Nanofiltration</b>	Druckdifferenz (bis 60 bar)	fl/fl	Klär- und Sterilfiltration von Fruchtsäften
<b>Ultrafiltration</b>	Druckdifferenz (bis 10 bar)	fl/fl	Aufkonzentrierung von Milchproteinen
<b>Elektrodialyse</b>	Elektrisches Feld	fl/fl	Speisesalzproduktion
<b>Pervaporation</b>	Chemisches Potential	fl/g	Aufbereitung bzw. Rückgewinnung von Aromastoffen

## **2.2 Membrankontaktoren**

Membrankontaktoren sind neuartige Apparate zur Durchführung von Absorptions-, Desorptions- oder Extraktionsprozessen. Der Name Membrankontaktor leitet sich von seiner Funktion für die Trennaufgabe ab; er ermöglicht den Kontakt zwischen zwei Phasen, ohne dass die beiden Fluide dispergieren. Im Gegensatz zu anderen Membrantrennprozessen dient die Membran in den Membrankontaktoren nur als physikalische Barriere zwischen den beiden Phasen, die getrennt von einer mikroporösen Membran aneinander vorbeigeführt werden [96]. Sie nimmt demnach keinen Einfluss auf die Selektivität des Prozesses und unterscheidet sich dadurch von den traditionellen Membranverfahren [18,56].

Obwohl die Membran eine Vermischung der beiden im Austausch befindlichen Fluide unterbindet, ist die eingesetzte Membran für eine Reihe von Stoffen über Diffusion permeabel [85]. Das bedeutet, dass die Abtrennung auf einem Phasengleichgewicht der Komponenten innerhalb der Fluide basiert [39]. Für einige Prozesse gilt, dass die Membran von einem der beiden Fluide aufgrund ihres Werkstoffes bevorzugt benetzt wird. Diese Phase flutet die Membranporen und hindert somit die andere am Eintritt. Ein statischer transmembraner Gegendruck verhindert das Austreten der benetzten Phase und sichert so

die Trennung der beiden Fluide innerhalb des Moduls [96]. In alternativen Prozessen mit Membrankontaktoren werden die Poren von keiner der die Membran umströmenden Flüssigkeiten benetzt. Die Poren sind in diesen Anwendungen entweder mit Luft oder einem speziell ausgewählten Gas gefüllt. Tabelle 2.2 fasst gängige Membrankontaktorensysteme und deren Triebkräfte zusammen:

**Tabelle 2.2: Membrankontaktorsysteme [42]**

	<b>Membran- gaswäscher/-stripper</b>	<b>Membran- extraktoren</b>	<b>Gestützte Flüssigmembranen</b>	<b>Membran- Destillation</b>	<b>Osmotische Destillation</b>
<b>Phase 1</b>	Gas	Flüssig	Flüssig	Flüssig	Flüssig
<b>Phase 2</b>	Flüssig	Flüssig	Flüssig	Flüssig	Flüssig
<b>Gradient</b>	Partialdruckge- Fälle	Konzentrations- gradient	Konzentrations-/ Partialdruckgefälle	Partialdruck- gradient	Partialdruck- Gradient

Sowohl Gaswäscher als auch –stripper bringen eine Flüssigkeit mit einer Gasphase in Kontakt. Der Unterschied zwischen den beiden liegt in der Richtung der Abtrennung. Membranstripper überführen Komponenten aus der Flüssigkeit in die Gasphase und Membranwäscher von der Gasphase in die Flüssigphase. Zum Beispiel kann gelöster Sauerstoff aus einer wässrigen Lösung mittels eines CO<sub>2</sub>-Stroms abgereichert werden [44]. Membranextraktoren werden für flüssig/flüssig Extraktionen eingesetzt. Die treibende Kraft ist ein Konzentrationsgefälle und eine unterschiedliche Löslichkeit der abzutrennenden Komponenten zwischen den Fluiden. Membranmaterialien können in diesem Fall sowohl hydrophob als auch hydrophil sein, je nach abzutrennender Substanz und Extraktionsmittel [42].

Die membrangestützte Flüssigmembran immobilisiert normalerweise eine organische Phase in den Poren einer hydrophoben Membran. Entlang der beiden Membranseiten werden zwei wässrige Gemische geführt. Ein Konzentrations- und Partialdruckgefälle dient als Gradient, wobei der Stofftransport noch durch eine erhöhte Affinität der Substanz zu der organischen Phase in der Pore unterstützt wird, was zu einer schnelleren Abtrennung führt als bei einfacher Diffusion. Ebenso können hydrophile Membranporen mit einer wässrigen Phase gefüllt werden und zwei organische Fluide trennen. Ein sehr häufig verwendetes Membrankontaktorendesign ist das Hohlfasermodul [34] (Abbildung 2.3):

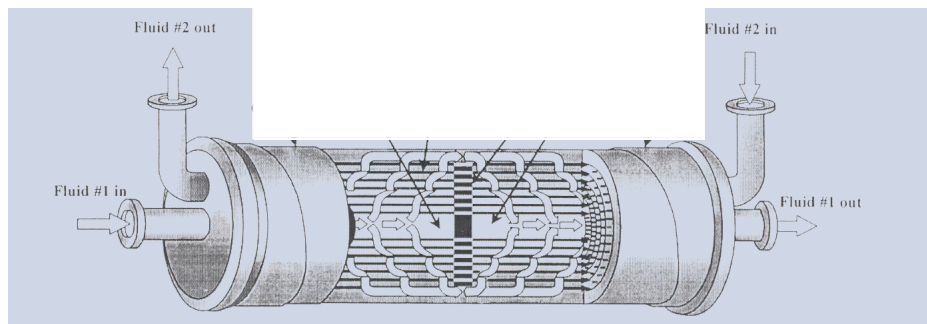


Abbildung 2.3: Hohlfasermembrankontaktor

Der Aufbau des Hohlfasermembrankontaktors bietet den Vorteil, dass beide involvierten Flüssigkeiten separat voneinander geführt werden können. Die eine der beiden Fluide fließt durch das Innere der Fasern, das Lumen, während die andere Phase im Mantelraum des Hohlfasermoduls transportiert wird. Die Phase mit der abzureichernden Komponente wird Feed genannt, die aufnehmende Phase als Strip bezeichnet. Ein entscheidender Vorteil dieses Designs ist die bekannte und definierbare Austauschfläche und eine sehr große spezifische Oberfläche.

Ein Verfahren, das ebenfalls optimal in einem Hohlfasermodul betrieben werden kann, ist die Osmotische Destillation (OD), welche eine Weiterentwicklung der Membrandestillation darstellt. Dieses Verfahren wird in den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuchen eingesetzt und deshalb in einem eigenen Kapitel erklärt.

### 2.3 Osmotische Destillation

Die Osmotische Destillation besteht aus einem Membrankontaktor, der zwei Fluide voneinander trennt oder sie in einen dispersionsfreien Kontakt bringt. Per definitionem ist die Osmotische Destillation:

[...] ein Trennprozess, bei dem ein Flüssigkeitsgemisch mit einer flüchtigen Komponente durch eine mikroporöse, nicht benetzbare Membran von einer zweiten flüssigen Phase getrennt wird, die die flüchtige Komponente absorbieren kann [65].

Die Osmotische Destillation benötigt nicht die Anwendung von Hitze oder Druck und eignet sich somit zur Behandlung von empfindlichen Produkten aus der Lebensmittel- und

Pharmaindustrie. Im Unterschied zur Membrandestillation handelt es sich bei der Osmotischen Destillation um einen isothermen Prozess.

Die Membran nimmt bei der Osmotischen Destillation nur indirekt an der Trennung eines Stoffgemisches teil, weil sie nicht aktiv bestimmte Molekülgrößen oder Substanzen selektiert. Vielmehr muss jede Substanz, die durch die Membran gelangen will, durch die mit Luft gefüllten Membranporen diffundieren können. Der Stofftransport bei der Osmotischen Destillation erfolgt daher in drei Schritten: In einem ersten Schritt werden die abzutrennenden Komponenten konvektiv an die Membranporen herangetragen, an der sie in den gasförmigen Zustand übergehen müssen (1). In einem zweiten Schritt diffundieren die Stoffe durch die Poren (2), bevor sie auf der anderen Membranseite in der Stripphase kondensieren und abtransportiert werden (3). Zumeist handelt es sich um hydrophobe Membranen, die in ihren Poren Luft enthalten, womit der Stofftransport wie erwähnt nur mittels Diffusion stattfinden kann [33]. Die wässrige Phase ist nicht in der Lage die Membran unter normalen Prozessbedingungen zu passieren, ohne zu evaporieren.

Die treibende Kraft der Osmotischen Destillation ist die Dampfdruckdifferenz einer Substanz zwischen den beiden Flüssigkeiten [20,59,112]. Die Membran hat folglich die Funktion einer Gasschleuse zwischen der Feed- und der Striplösung. Die Substanzen werden von der Seite des höheren Partialdrucks zu der Seite des niedrigeren Partialdrucks permeieren, solange kein Gleichgewicht zwischen den Phasen herrscht.

Die Osmotische Destillation gilt als ein isothermer Prozess, bei dem die Temperaturen von Feed- und Stripphase übereinstimmen ( $T_1 = T_2$ ). Dies ist ein wesentlicher Unterschied zu der Membrandestillation, bei der ein Temperaturgradient ( $T_1 > T_2$ ) maßgeblich an der Trennleistung beteiligt ist [61]. Dennoch lässt sich auch bei dem isothermen Vorgang ein gewisser Temperaturgradient messen. Dieser wird durch die beschriebenen Vorgänge bei dem Stofftransport durch die Membran bewirkt. Die Verdampfung der flüchtigen Komponente entzieht der Feedseite die erforderliche Verdampfungsenergie, welche als Kondensationswärme auf der anderen Seite an die Stripseite abgegeben wird. Es entsteht ein Temperaturgradient ( $T_1 < T_2$ ), der jedoch kleiner als 1 °C und daher vernachlässigbar ist [14,39,61].

Eine Grundvoraussetzung für die Gewährleistung der Trennleistung der Osmotischen Destillation ist, dass keine der Prozessflüssigkeiten in oder durch die Poren der Membran fließen kann. Weiterhin soll in der Hohlfaserkapillare keine Kondensation stattfinden und nur Dampf sollte transportiert werden [39]. Nur so bleibt das Konzentrationsgefälle

zwischen den beiden Phasen erhalten und Substanzen, welche die Membran nicht passieren sollen, können zurückgehalten werden.

Das Einhalten dieser Voraussetzungen kann durch die Wahl des geeigneten Membranmaterials geschehen. Dies kann je nach Trennaufgabe möglichst hydrophil oder hydrophob sein. Bei der Anwendung der Osmotischen Destillation auf wässrige Phasen sind möglichst hydrophobe Materialien zu verwenden. Weit verbreitet sind in diesem Zusammenhang Polypropylen (PP), Polytetrafluoräthylen (PTFE), Polyvinylidenfluorid (PVDF) und Mischungen aus PTFE und PP [17,43].

Eine weitere Einflussgröße, welche für die Aufrechterhaltung der Trennwirkung von Bedeutung ist, ist ein statischer transmembraner Druck. Er verhindert die Vermischung der beiden Phasen über das gesamte Modul. Der Wert dieses wichtigen Parameters darf einen Mindestwert nicht unterschreiten und einen Maximalwert nicht überschreiten. Letzterer wird als Durchbruchdruck bezeichnet. Als Annäherungswert für den Bereich des transmembranen Drucks kann ein Wert von 0,2 – 0,5 bar angenommen werden [96]. Die LAPLACE-Gleichung bietet eine Möglichkeit bei Kenntnis der notwendigen Parameter den Maximalwert des Drucks  $\Delta p$  zu berechnen [39]:

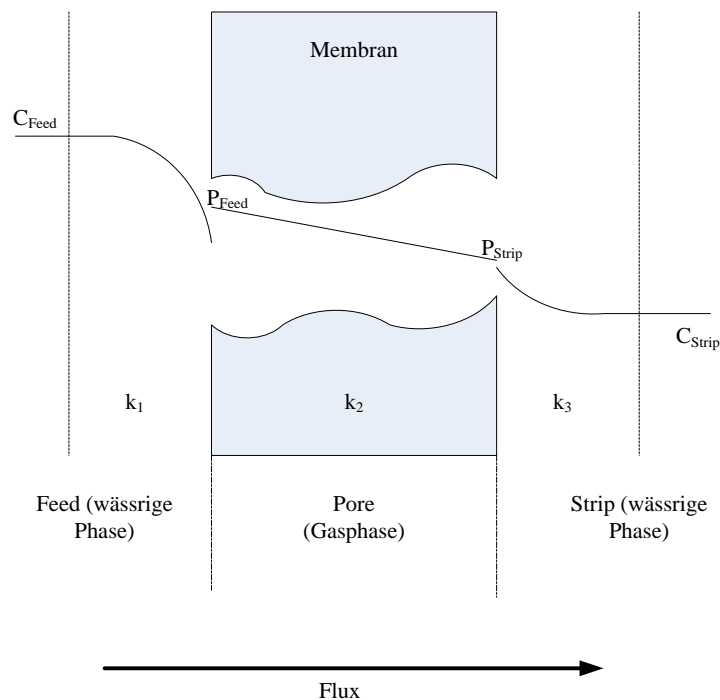
$$\Delta p = \frac{\gamma \cos \theta}{d_{Pore}} \quad (2.1)$$

Hier ist  $\gamma$  die Oberflächenspannung der Flüssigkeit,  $\theta$  der Kontaktwinkel zwischen Flüssigkeit und Membran und  $d_{Pore}$  der Durchmesser der Membranporen. In der Praxis empfiehlt sich eine eigene Messung des Mindest- und Maximalwertes, da bereits kleine Spuren von Tensiden eine Übereinstimmung zwischen Theorie und Experiment behindern [96]. GOSTOLI und SARTI [60] stellten fest, dass bei Wasser-Ethanol-Lösungen der Durchbruchdruck mit steigenden Ethanolgehalten sinkt.

Ein selektives Abtrennen einer Substanz aus einer Lösung kann durch die Wahl des Stripmediums beeinflusst werden. So wird Ethanol aus einer wässrigen Lösung abgetrennt, wenn sich als Extraktionsmedium auf der transmembranen Seite eine wässrige Phase ohne Ethanol befindet. Auf der anderen Seite können flüssige Gemische, wie beispielsweise Fruchtsäfte, aufkonzentriert werden, indem auf der Stripseite ein osmotisches Agens eingesetzt wird, um der Ausgangslösung das Wasser zu entziehen [110]. Das Wasser wird



bei dieser Anwendung so lange übergehen, bis sich ein Gleichgewicht der Dampfdrücke über den Flüssigkeiten auf beiden Seiten eingestellt hat. Diese Aufkonzentrierung von Fruchtsäften stellt – neben der Abtrennung von volatilen Komponenten aus wässrigen Lösungen – die kommerzielle Hauptanwendung der Osmotischen Destillation dar [61,78,90]. Der bei der Herstellung von Fruchtsaftkonzentraten auftretende Stofftransport ist in Abbildung 2.4 zu sehen:



**Abbildung 2.4: Aufkonzentrierung von Flüssigkeiten mittels der Osmotischen Destillation [7]**

Die Vorteile der Osmotischen Destillation lassen sich wie folgt zusammenfassen [79]:

- Niedrige Temperaturen
- Minimale mechanische Belastung
- Erzielt hohe Aufkonzentrierungsgrade
- Selektivität kann durch die Wahl des „Extraktionsmittels“ beeinflusst werden
- Vollständige Retention von Ionen, Makromolekülen, Kolloiden und Zellen
- Niedrigere Drücke als bei konventionellen Membrantrennprozessen
- Hohe spezifische Austauschfläche.

Trotz der großen Möglichkeiten und Vorteile gegenüber konventionellen Methoden, konnte sich die Osmotische Destillation noch nicht in der industriellen Anwendung durchsetzen [39,39,79]. DRIOLI zeigt mögliche Gründe auf [42]:

- Kommerzielle Module sind nach wie vor verhältnismäßig teuer
- Die Anwendung beschränkt sich auf wässrige Lösungen und ein Benetzen der Poren muss verhindert werden
- Es besteht das Risiko des Membranfoulings.

Zukünftig wird für die Osmotische Destillation aufgrund ihrer aufgezeigten Vorteile wie den niedrigen Prozesstemperaturen, geringen Platzanforderungen und einem problemlosen Scale-up eine bessere Durchdringung bei industriellen Anwendungen erwartet.

### 2.3.1 Stofftransport in Membransystemen

Der Stofftransport in Membransystemen basiert auf Gleichung (2.2):

$$\text{Massenfluss} = \text{Austauschfläche} \times \text{Stofftransportkoeffizient} \times \text{Triebkraft} \quad (2.2)$$

Die Gleichung beinhaltet die Fläche, an der ein Stoffaustausch stattfindet, z.B. die Membranoberfläche, die Triebkraft, auch Gradient genannt, wie z.B. ein Konzentrationsgefälle, und den Stofftransportkoeffizienten. Letzterer ist eine Proportionalitätskonstante, die in der Literatur auch als Permeationskoeffizient oder dickenbezogene Permeabilität bezeichnet wird und mit dem Buchstaben  $K$  gekennzeichnet ist [107].

### 2.3.2 Theoretischer Stofftransportkoeffizient

Der Stofftransport in Membrankontakoren wird von einer Vielzahl an Faktoren beeinflusst. Physikalische Faktoren des Membrankontaktors wie die Geometrie und Konstruktionsweise, physiko-chemische Eigenschaften der involvierten Flüssigkeiten und

Prozessparameter des Verfahrens sind entscheidende Einflussgrößen für den Massentransfer der abzutrennenden Substanzen. Einige Studien hatten in der Vergangenheit zum Ziel, genaue mathematische Modelle zur Vorhersage des Stofftransportes zu entwickeln, um die Mechanismen der Hohlfasermembransysteme zu verstehen [21,67,81,98]. Jedoch sind die genauen Stofftransportmechanismen nicht endgültig geklärt wie eine Reihe von Veröffentlichungen konstatieren [4,6,12,14,16,59]. Akkurate Modelle sind jedoch wichtig für die industrielle Anwendung des Prozesses. Die für die Industrie geplanten Großanlagen werden auf der Grundlage von theoretischen Stofftransportmodellen entworfen, die sich aus Versuchen im Labormaßstab ergeben. Eine mögliche Charakterisierung der Transportvorgänge kann mittels einer Dimensionsanalyse durchgeführt werden. Hierzu werden, wie im Folgenden vorgestellt, dimensionslose Kennzahlen und systemspezifische Größen zur Berechnung des Stofftransportes benötigt.

### **2.3.2.1 Stofftransportwiderstände bei der Osmotischen Destillation**

Bei der OD finden sich an 3 verschiedenen Orten des Stofftransportes Widerstände, die durch die Moleküle der abzutrennenden Substanz überwunden werden müssen. Innerhalb der Fasern und im Bereich des Mantelraumes werden gelöste Moleküle durch Konvektion transportiert. In den Grenzschichten beiderseits der Membran sowie in den Poren herrscht Diffusion. Um Aussagen über den Gesamtstofftransportwiderstand bei den auftretenden Stofftransportmechanismen machen zu können, müssen die Auswirkungen der Einzeltransportwiderstände auf den Gesamttransportwiderstand beschrieben werden [6,110].

### **2.3.2.2 Theoretischer Gesamtstofftransportkoeffizient**

Der Gesamtstofftransportkoeffizient einer gelösten Substanz kann einerseits mittels empirischer Berechnung und andererseits experimentell ermittelt werden. Folgende Beziehung besteht zwischen theoretischem Gesamtstofftransportkoeffizient und den Stofftransportkoeffizienten an den Membrangrenzflächen sowie im luftgefüllten Raum der Pore [110]:

$$\frac{1}{K_{theoret}} = \frac{1}{k_f} + \frac{1}{k_m} + \frac{1}{k_s} \quad (2.3)$$

Der Stofftransport durch die Feedlösung hin zur Pore wird durch den Stofftransportkoeffizienten  $k_f$  beschrieben. Analog verhält es sich für den Stofftransport durch die Membran  $k_m$  und die Stripplösung  $k_s$ . Zwischen dem Flux und dem Gesamtstofftransportkoeffizienten besteht folgende lineare Beziehung [110]:

$$J = K_{theoret} \cdot A_m \cdot (C_{Feed} - C_{Feed}^*) \quad (2.4)$$

Dabei sind in der Gleichung:  $J$  der Flux,  $K_{(theoret)}$  der theoretische Gesamtstofftransportkoeffizient,  $A_m$  die Membranfläche,  $C_{(Feed)}$  die Konzentration im Feed am Anfang der OD und  $C_{(Feed)}^*$  die Konzentration im Feed am Ende der OD.

### 2.3.2.3 Theoretischer Stofftransportkoeffizient in den Membranporen

Der in den Membranporen herrschende Stofftransportwiderstand, welcher der Diffusion der flüchtigen Verbindungen durch die mikroporöse, hydrophobe Membran entgegenwirkt, wird sowohl durch die Porenstruktur als auch durch die Luft in den Membranporen hervorgerufen. Die Diffusion durch die Luftphase der Pore kann entweder durch KNUDSEN-Diffusion oder durch FICKSche Diffusion beschrieben werden. Welche Diffusion vorherrscht, hängt von der Porengröße ab. Wenn der Porenradius im Vergleich zur mittleren freien Wegstrecke der Moleküle relativ klein ist, dann stoßen die diffundierenden Moleküle häufiger gegen die Porenwand. Die mittlere freie Wegstrecke  $\lambda$  lässt sich über folgende Gleichung ermitteln [110]:

$$\lambda = \frac{16\eta_i}{5\pi P_\emptyset} \left( \frac{\pi RT}{2M_i} \right)^{0.5} \quad (2.5)$$

Wobei  $\eta$  die dynamische Viskosität darstellt,  $P_\phi$  steht für den mittleren Dampfdruck zwischen Feed- und Striplösung,  $R$  ist die allgemeine Gaskonstante,  $T$  die Temperatur und  $M_i$  die Molmasse der Komponente  $i$ .

Die KNUDSEN-Zahl  $Kn$  gibt Auskunft über das Verhältnis von Porenradius zu mittlerer freier Wegstrecke und wird mittels Gleichung 2.6 berechnet:

$$Kn = \frac{r_p}{\lambda} \quad (2.6)$$

Wenn  $Kn \ll 1$  ist, dann herrscht KNUDSEN-Diffusion vor [55,86]. In solch einem Fall gilt für den KNUDSEN-Diffusionskoeffizienten:

$$k_{mK} = 1,064 \frac{r_p}{\chi \delta} \left( \frac{M}{RT} \right)^{0,5} \quad (2.7)$$

Wobei  $\chi$  die Tortuosität (Gewundenheit) der Poren darstellt,  $\varepsilon$  die Porosität und  $\delta$  die Dicke der Membran.

Kann keine KNUDSEN Diffusion beobachtet werden, wird der Stofftransportkoeffizient folgendermaßen berechnet [86]:

$$k_{mm} = \frac{1}{Y_{ln}} \frac{D \varepsilon}{\chi \delta} \frac{M}{RT} \quad (2.8)$$

Wobei  $D$  in diesem Fall der FICKSche Diffusionskoeffizient und  $Y_{ln}$  der Molenbruch (logarithmisches Mittel) der in der Pore vorhandenen Luft ist. Es kann angenommen werden, dass Luft sowohl in der Feed- als auch in der Striplösung in gesättigter Konzentration vorliegt und  $Y_{ln}$  daher den Wert 1 annimmt.

### 2.3.2.4 Theoretischer Stofftransportkoeffizient in den Grenzschichten

In den Flüssigkeitsschichten, die an beiden Seiten der Membran angrenzen, können signifikante Stofftransportwiderstände auftreten. Ausschlaggebend für diese Widerstände sind die physikalischen Eigenschaften der Flüssigkeiten (Feed und Strip) einerseits und die hydrodynamischen Gegebenheiten in der Membrananlage andererseits. Zur Ermittlung der Stofftransportkoeffizienten in diesen Grenzschichten werden empirische Berechnungen verwendet, die dimensionslose Zahlen beinhalten [42,86,110].

Der Stofftransportkoeffizient, ausgedrückt als SHERWOOD-Zahl, ist gegeben als:

$$Sh = \beta Re^{\beta_1} Sc^{\beta_2} \quad (2.9)$$

In der Gleichung sind  $\beta_1$ ,  $\beta_2$  und  $\beta$  Konstanten, die von den hydrodynamischen Umständen (REYNOLDS-Zahl), den physiko-chemischen Eigenschaften der Komponenten (SCHMIDT-Zahl) und der Verfahrensgeometrie inklusive Membranform sowie der Strömungsführung abhängen und in geeigneter Weise ausgewählt werden müssen [42]. Die SHERWOOD-Zahl ist deswegen von Interesse, weil sie in ihrer mathematischen Definition den Stofftransportkoeffizienten  $k$  enthält.

$$Sh = \frac{kd_h}{D_{ij}} \quad (2.10)$$

Auch hier steht  $k$  für den Stofftransportkoeffizienten durch die Grenzschicht,  $d_h$  steht für den hydraulischen Durchmesser und  $D$  ist der Diffusionskoeffizient der Komponente  $i$  in dem umgebenden Medium. Der hydraulische Durchmesser kann in Abhängigkeit der Geometrie berechnet werden. Ist der Querschnitt ein Kreis, wird  $d_h$  wie folgt berechnet:

$$d_h = d_{\text{Zylinder}} \quad (2.11)$$

Für den Mantelraum, der die Fasern des Hohlfasermoduls umgibt, wird der hydraulische Durchmesser  $d_{hs}$  in Gleichung (2.12) kalkuliert. Wobei  $D_i$  den inneren Durchmesser des Moduls darstellt,  $N$  die Anzahl der Fasern und  $d_o$  den äußeren Durchmesser der Fasern [110].

$$d_{hs} = \frac{D_i^2 - Nd_o^2}{D_i + Nd_o} \quad (2.12)$$

REYNOLDS- und SCHMIDT-Zahl können allgemein durch die Gleichungen (2.13) und (2.14) berechnet werden. Hierbei ist  $v$  die Geschwindigkeit der Flüssigkeiten sowohl durch das Faserlumen als auch durch den Mantelraum. Die Dichte des Mediums wird mit  $\rho$  angegeben,  $\eta$  steht für die dynamische Viskosität [35,110].

$$\text{Re} = \frac{d_h v \rho}{\eta} \quad (2.13)$$

und

$$\text{Sc} = \frac{\eta}{\rho D} \quad (2.14)$$

Im Spezialfall der Hohlfasermembrankontaktoren kann die REYNOLDS-Zahl anhand Gleichung 2.15 mit  $\bar{u}$  als Leerrohrgeschwindigkeit oder Umlaufgeschwindigkeit im Faserinneren oder im Mantelraum des Membrankontaktors berechnet werden. Der innere Durchmesser entweder der Faser oder des Moduls wird durch  $d_i$  und  $d_m$  ausgedrückt und  $\nu$  steht für die kinematische Viskosität der Flüssigkeit.

$$\text{Re} = \frac{\bar{u} d_i}{\nu} \quad (2.15)$$

Die durchschnittliche Umlaufgeschwindigkeit  $\bar{u}$  muss für das Faserlumen  $\bar{u}_l$  auf einem anderen Wege berechnet werden als für den Mantelraum  $\bar{u}_m$ . Beide Terme drücken das Verhältnis des Volumenflusses  $\dot{V}$  zur Anströmfläche aus. Gleichung 2.16 beschreibt die durchschnittliche Geschwindigkeit für das Faserinnere und Gleichung 2.17 für den Mantelraum.

$$\bar{u}_l = \frac{\dot{V}}{N \frac{\pi}{4} d_i^2} \quad (2.16)$$

und

$$\bar{u}_m = \frac{\dot{V}}{\frac{\pi}{4} d_m^2} \quad (2.17)$$

wobei  $N$  die Anzahl der Fasern ist,  $d_m$  der innere Durchmesser des Moduls und  $d_i$  der innere Durchmesser der Faser.

Der Wert der REYNOLDS-Zahl entscheidet darüber, wie mit der Berechnung des theoretischen Stofftransportkoeffizienten in den Grenzschichten fortgefahren wird. Beträgt  $Re < 10^4$  spricht man von einer laminaren Strömung. Dies gilt hauptsächlich für das Lumen der zylinderförmigen Fasern. Sind die generellen Bedingungen

$$30 < Re Sc d_h / L = Gz < 10 \quad (2.18)$$

mit  $L$  als Länge der der Fasern und  $Gz$  für die GRAETZ-Zahl erfüllt, wird in der Literatur die SIEDER-TATE-Gleichung vorgeschlagen [96]:

$$Sh = 1.62(Re Sc d_h / L)^{1/3} \quad (2.19)$$



Alternativ zu der SIEDER-TATE-Gleichung wird die LÉVÊQUE-Gleichung (2.20) für die Berechnung von  $k$  angeführt, die valide Ergebnisse für die Beschreibung des Stofftransportes innerhalb der Fasern liefert [56,117,121]:

$$\frac{kd_i}{D} = 1.62 \left( \frac{d_i^2 \bar{u}_l}{lD} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2.20)$$

Hierbei sind  $l$  die Länge der Fasern,  $d_i$  der innere Durchmesser der Fasern und  $D$  der Diffusionskoeffizient der Komponente in der flüssigen Phase.

Im Mantelraum des Membrankontaktors kann meistens von einer turbulenten Strömung ausgegangen werden. In der Literatur werden verschiedene Modelle zur Beschreibung des Stofftransportes im Mantelraum vorgeschlagen [96]. Sie hängen ab von der Strömungsführung und der gewählten Modulgeometrie. Eine allgemeine Formel wird durch die LINTON-SHERWOOD-Gleichung geliefert:

$$Sh = 0.04 Re^{3/4} Sc^{1/3}, \text{ if } Re > 10^4 \quad (2.21)$$

Anhand der aufgeführten Gleichungen können die theoretischen Stofftransportkoeffizienten separat für jeden Transportschritt berechnet werden. Kennt man alle drei Stofftransportkoeffizienten der drei Teilschritte, können diese  $k$  in die Gleichung 2.2 eingesetzt werden und so der Gesamtstofftransportkoeffizient  $K$  berechnet werden.

### 2.3.3 Experimenteller Stofftransportkoeffizient

Für den experimentellen Stofftransportkoeffizienten geht man von der allgemeinen Stofftransportgleichung, bezogen auf die Osmotische Destillation, mit der Partialdruckdifferenz  $\Delta P$  als treibende Kraft aus:

$$J = K \cdot A \cdot \Delta P \quad (2.22)$$

Dabei stellt  $K$  den Gesamtstofftransportkoeffizienten dar und  $A$  steht für die Austauschfläche. Der transmembrane Partialdruckgradient  $\Delta P$  wird in folgender Gleichung beschrieben.

$$\Delta P = (P_{if} - P_{is}) \quad (2.23)$$

$P_{if}$  und  $P_{is}$  sind die Partialdrücke der Komponente  $i$  oberhalb der Feedlösung  $f$  und Striplösung  $s$ .

Der Massenflux  $J_{Masse}$  eines gelösten Stoffes wird durch die Veränderung der Konzentration über der Veränderung der Zeit beschrieben. Multipliziert man diesen Term noch mit dem eingesetzten Fluidvolumen, erhält man den Massenfluss:

$$J_{Masse} = \frac{dc}{dt} \cdot V \quad (2.24)$$

Setzt man Gleichung 2.24 in Gleichung 2.22 ein, erhält man eine Massenbilanzgleichung sowohl für die Feed- (2.25) als auch für die Striplösung (2.26).

$$V_{feed} \cdot \frac{dc_f}{dt} = -K \cdot A \cdot \Delta P \quad (2.25)$$

$$V_{strip} \cdot \frac{dc_s}{dt} = K \cdot A \cdot \Delta P \quad (2.26)$$

Die Möglichkeit  $K$  zu bestimmen besteht darin, eine der beiden Gleichungen zu integrieren. Eine Integration der Gleichung 2.25 kann nur unter vereinfachenden

Annahmen durchgeführt werden. Der Term des Partialdruckgradienten muss so verändert werden, dass er nur noch eine variable Größe enthält. Außerdem muss der Term des Gradienten die Bedingung erfüllen, dass er bei Partialdruckgleichgewicht den Wert null annimmt. Diese Bedingungen sind erfüllt, wenn vereinfachend der Partialdruck der Stripphase  $P_{strip}$  durch den Partialdruck unter Gleichgewichtsbedingungen  $P^*$  ersetzt wird. Folglich verändert sich der Term von

$$\Delta P = (P_{feed} - P_{strip}) \quad (2.27)$$

zu

$$\Delta P = (P_{feed} - P^*) \quad (2.28)$$

Der Partialdruck einer Komponente in der Lösung hängt unter definierten Bedingungen von dem anfänglichen Partialdruck  $P_0$  und dem eingestellten Volumenverhältnis zwischen der Feed- und der Striplösung ab.

$$P^* = P_0 \cdot \frac{V_{feed}}{V_{feed} + V_{strip}} \quad (2.29)$$

Nach Umformung der Gleichung (2.25) zu

$$V_{feed} \cdot \frac{dc_f}{dt} = -K \cdot A \cdot (P - P^*) \quad (2.30)$$

kann diese integriert werden und man erhält Gleichung (2.31).

$$P(t) = P^* + (P_0 - P^*) \cdot \exp\left(-K \cdot \frac{A}{V_{feed}} \cdot t\right) \quad (2.31)$$

Diese erhaltene Form der Gleichung ermöglicht es, experimentell ermittelte Daten von  $P$  als eine Funktion der Konzentration, beziehungsweise des Molenbruchs, über die durch das Gesetz von HENRY postulierte Beziehung, dass der Partialdruck einer Komponente über einer Lösung proportional zu ihrer Konzentration in der Lösung ist, einzufügen.

$$P_i = \chi_i \cdot H_i \quad (2.32)$$

Wobei  $H_i$  die HENRY-Konstante darstellt und  $\chi$  den Molenbruch der Komponente  $i$ .

Da die Zeit, die Austauschfläche und die Volumina bekannt sind, kann der Gesamtstofftransportkoeffizient  $K$  mittels nicht-linearer Datenanpassung ermittelt werden.

#### **2.4 Weininhaltsstoffe**

Wein ist das durch vollständige oder teilweise alkoholische Gärung aus dem Saft der frischen Weintrauben hergestellte Getränk [54]. Chemisch betrachtet ist Wein eine saure Wasser-Ethanol-Lösung, die Aromakomponenten enthält [111]. Wein besteht aus zahlreichen chemischen Verbindungen, die zu den Stoffgruppen der Alkohole, Kohlenhydrate, Säuren, Stickstoffverbindungen, Mineralstoffen und Polyphenolen gehören. Des Weiteren sind im Wein noch geringe Mengen Aldehyde und Acetale, Ester, Enzyme und Vitamine als auch gelöste Gase, wie Kohlendioxid, Schwefeldioxid, Sauerstoff und Schwefelwasserstoff enthalten. Bei den Inhaltsstoffen wird zwischen den nichtflüchtigen Inhaltsstoffen, die als Extrakt bezeichnet werden, und den flüchtigen Stoffen unterschieden [119]. Die Zusammensetzung von Wein schwankt innerhalb weiter Grenzen. Zu den Faktoren, die diese beeinflussen, zählen Traubensorte, Klima, Witterungsbedingungen, Bodenbeschaffenheit, Lage des Weinberges sowie Art und Behandlung von Trauben, Most und Wein [19]. Die Qualität des Weines wird besonders durch den Gehalt an Ethanol, Extrakt, Zucker, Glycerol, Säuren und Bukettstoffen determiniert [119].

### 2.4.1 Aroma und Aromastoffe

Unter dem Begriff Aroma versteht man den Gesamtsinnesindruck aus Geruchs- und Geschmacksempfindungen, der, über Geruchsrezeptoren wahrgenommen, beim Verzehr eines Lebensmittels entsteht und ihm seinen unverwechselbaren Charakter verleiht [103]. Die Aromastoffe sind die einzelnen Komponenten des Aromas. Sie gelangen beim Verzehr von Lebensmitteln oder Speisen zunächst direkt über die Nase (orthonasal) zu den im oberen Nasenbereich liegenden Geruchsrezeptoren. Ferner erreichen die Aromastoffe die Geruchsrezeptoren indirekt von der Mundhöhle aus über die Rachen-Nasenverbindung (retronasal). Dieser, durch Kau-, Schluck- und Atemvorgänge bedingte Prozess wird als „gustatorischer Geruch“ bezeichnet [52]. Die Adsorption der Aromastoffe an die Rezeptoren löst ein Signal aus, das zu den Gehirnregionen geleitet wird, welche das Geruchsgedächtnis beinhalten. Die Summe der vorhandenen Aromastoffe wird hier als Aroma registriert und im Gedächtnis gespeichert. Ein normaler Mensch hat die Fähigkeit zwischen 2000 Aromastoffen zu unterscheiden. Bei der Auswahl von Nahrungs- und Genussmitteln und deren Qualität spielt das Aroma eine entscheidende Rolle [108].

Für das Aroma von Lebensmitteln ist ein komplexes Vielstoffgemisch verantwortlich. Die Aromastoffe liegen in Lebens- und Genussmitteln in einem weiten Konzentrationsbereich (ppt bis ppm) vor und lassen sich fast allen Stoffgruppen zuordnen; Ausnahmen sind Halogen- und Phosphorverbindungen. Bei den Aromastoffen wird zwischen „natürlichen“, „naturidentischen“ und „künstlichen“ Aromastoffen unterschieden. Es handelt sich um „natürliche“ Aromastoffe, wenn diese aus natürlichen Stoffen ausschließlich durch fermentative oder physikalische Verfahren gewonnen werden. Im Anhang zu § 1 der deutschen Aromastoffverordnung werden Aromastoffe als „naturidentisch“ bezeichnet, wenn sie den natürlichen Aromastoffen chemisch gleich sind. Dies ist der Fall, wenn sie völlig identisch zu ihrem Naturvorbild sind und einen gleichen molekularen Aufbau aufzeigen. „Künstliche“ Aromastoffe sind solche Substanzen, die noch nicht in der Natur nachgewiesen werden konnten. Sie werden den Zusatzstoffen zugeordnet [88].

Mit modernen Analysetechniken konnte nachgewiesen werden, dass jedes Lebensmittel mehr als hundert aromawirksame flüchtige Verbindungen enthält. Die wichtigsten dieser Stoffgruppen sind mit 17 % die Ester und mit jeweils 12 % Terpene und Carbonylverbindungen [87]. Verbindungen, die das charakteristische Aroma eines Lebensmittels prägen, werden als Schlüsselsubstanzen (auch: *key components*, *character impact compounds*) bezeichnet [19,88]. Das charakteristische Aroma kann zum einen von

nur einer Schlüsselsubstanz geprägt sein. Ein Beispiel dafür ist die Mandel, deren charakteristisches Aroma auf das Benzaldehyd zurückzuführen ist. Zum anderen kann das typische Aroma eines Lebens- und Genussmittels von mehreren Aromastoffen hervorgerufen werden. Aromareiche Lebensmittel, wie Wein, aber auch Kaffee, Kakao und Bier sind sogar von mehreren Hundert Aromastoffen geprägt [19,108].

### 2.4.2 Weinbukett und Bukettstoffe

Der Begriff „Bukett“ ist eine gesonderte Bezeichnung für das Weinaroma. Das Bukett eines Weines ist durch das Zusammenwirken mehrerer Hundert chemischer Verbindungen geprägt. Bis heute sind im Wein über 800 flüchtige Verbindungen identifiziert worden, deren Gesamtkonzentration ca.  $0,8-1,2 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$  beträgt und ungefähr 1 % der Ethanolkonzentration entspricht. Von dieser Gesamtkonzentration nehmen die während der Gärung entstehenden Fuselalkohole ungefähr 50 % ein [94,120]. Die Konzentrationen der restlichen einzelnen aromatischen Verbindungen eines Weines schwanken zwischen  $10^{-1}$  bis  $10^{-10} \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ . Die Aroma- oder Bukettstoffe werden verschiedenen chemischen Stoffklassen zugeordnet: Kohlenwasserstoffen, Alkoholen, Aldehyden, Ketonen, Säuren, Estern, Lactonen, Basen, Schwefelverbindungen, Acetalen, Ethern, Phenolen, Furanen und Epoxiden [102,119]. Für das Weinbukett charakteristische Aromastoffe sind v. a. Ethyl-, Propyl- und Butylester kurz- und mittelkettiger Fettsäuren, einfache Aldehyde, Lactone, ein breites Spektrum von Terpenen sowie schwefel- und stickstoffhaltige Verbindungen [108]. Die im Wein enthaltenen Bukettstoffe sind sowohl für die Qualität des Weines als auch für seine Akzeptanz auf dem Markt bedeutend.

Bei den Bukettstoffen des Weines wird je nach Entstehungszeitpunkt zwischen folgenden Buketts unterschieden:

Das primäre Bukett wird durch Aromastoffe gebildet, die während der Traubenreife in den unverletzten pflanzlichen Zellen der Weinbeere vorkommen. Über die Entstehung der primären Aromastoffe ist bis heute sehr wenig bekannt. Es besteht jedoch die Annahme, dass die Bukettstoffe aus Aminosäuren, v. a. aus Phenylalanin, Alanin, Prolin und Valin, in Anwesenheit von Gerbstoffen synthetisiert werden. Die Terpene bilden die wichtigste Gruppe der primären Aromastoffe, von denen die Monoterpene einen wichtigen Einfluss auf die Bildung des sortentypischen Traubenaromas der Muskat- und muskatähnlichen Rebsorten haben. Das sekundäre Traubenbukett wird durch Aromastoffe erzeugt, die bei

Verarbeitungsprozessen der Trauben bzw. des Traubenmostes durch thermische, chemische und enzymatisch-chemische Reaktionen entstehen. Das Gärbukett wird während der alkoholischen Gärung gebildet. Hierbei entsteht der wesentliche Teil des Weinaromas, bei dem die von der Hefe gebildeten Aromastoffe bedeutend sind. Zum typischen Gärungsbukett gehören schwefelhaltige Aromastoffe, Aldehyde, höhere Alkohole und eine Vielzahl einfacher, meist mittelkettiger Fettsäureester. Die Konzentration der Terpene und ihrer Oxidationsprodukte verändert sich während der Gärung nur in geringem Maße [119,120]. Die Weinqualität kann entscheidend durch die Gärbedingungen beeinflusst werden. So fördert eine niedrige Gärtemperatur (15 °C) die Esterbildung. Hohe Gärtemperaturen verleihen dem Wein hingegen einen „bitteren“ und „rauchigen“ Charakter und werden als negative Parameter für die Weinqualität angesehen [108]. Das Lagerbukett entsteht durch Aromastoffe, die im Laufe der Lagerung durch chemische Reaktionen gebildet werden. Abhängig von Lagerungsbedingungen und Weintyp wirkt sich die Veränderung der Eigenschaften positiv oder negativ auf die Qualität des Weinaromas aus. Die Konzentration der Aromakomponenten im Wein kann durch bestimmte Faktoren, wie z. B. durch die Rebsorte, die Umweltbedingungen (Klima, Boden), den Reifegrad, die Gärbedingungen (Temperatur, Hefeflora, pH-Wert) und den Alterungsprozess beeinflusst werden [120].

Weinbuketts unterschiedlicher Rebsorten lassen sich sowohl sensorisch als auch analytisch unterscheiden [94]. Die instrumentell-analytische Beurteilung ist jedoch bis heute aufgrund der hohen Aromakomplexität schwierig und unvollkommen [108].

#### **2.4.2.1 Die Bedeutung von Estern und Terpenen als Aromastoffe im Rotwein**

In den Untersuchungen dieser Arbeit wird der Grundwein mit den drei Aromastoffen Isoamylacetat, Ethylhexanoat und Linalool aromatisiert, um deren Konzentrationsverläufe während des Entalkoholisierungsprozesses genauer analysieren zu können. Im Folgenden wird zunächst allgemein die Bedeutung der Substanzklassen, denen diese Verbindungen angehören und speziell die Bedeutung der drei Aromastoffe im Rotwein erläutert.

Ester werden durch Kondensation von Säuren mit Alkoholen gebildet. Der Esterbildung im Wein geht vermutlich die Aktivierung der Säuren zu ihren Co-Enzym-A-Derivaten voraus, die dann mit den Alkoholen reagieren [119]. Als Aromastoffe in Lebensmitteln sind kurz- und mittelkettige Ester, wie z. B. Methyl- und Ethylester von Bedeutung. Im Wein haben

Ester mit einer Konzentration von über 100 ppm neben Wasser, Ethanol und Fuselalkoholen sowohl eine quantitative als auch eine qualitative Bedeutung [83]. Unter den bisher ca. 700-800 identifizierten Aromastoffen im Wein befinden sich ca. 160 Ester [104]. Dominierende Estergruppen im Wein sind Acetate höherer Alkohole und Ethylester geradkettiger Fettsäuren, die während der Hefegärung aus Acetyl-CoA-Derivaten von *Saccharomyces cerevisiae* synthetisiert werden [73,119]. Als wichtigste flüchtige Komponente im Wein haben Ester einen bedeutenden Einfluss auf dessen Aroma. Sie sind für das Zustandekommen der fruchtigen ortho- und retronasalen Geruchsnoten verantwortlich. Des Weiteren maskieren sie sowohl den Schweißgeruch der Fettsäuren als auch den grünen, muffigen Eindruck einer Reihe nativer Weinaromastoffe [51]. Während Ethylester der Fettsäuren mit sechs bis zehn Kohlenstoff-Atomen als fruchtig empfunden werden, werden die Ethylester der Fettsäuren, die mehr als zehn Kohlenstoff-Atome besitzen als seifig empfunden. Die einzelnen Ester spielen keine oder nur eine sehr geringe Rolle bei der Geruchswahrnehmung. Erst im Kollektiv haben sie einen signifikanten Einfluss auf das Aroma. Unter allen Acetaten hat Isoamylacetat (3-Methylbutyl-Acetat) die stärkste Einflussnahme auf das Weinaroma [53,83]. Der Ester der Essigsäure und des Pentylalkohols besitzt eine ausgeprägte fruchtige, birnen- und bananenähnliche Geruchsnote, die auch als „Eisbonbon-ähnlich“ beschrieben wird [1,48].

Ethylhexanoat entsteht durch Veresterung von Ethylalkohol mit Capronsäure. Es kommt in der Natur in vielen Früchten als Bestandteil des arteigenen Aromas vor und besitzt den typischen Fruchtester-Geruch. Das Ethylhexanoat ist für eine fruchtige, „Ananas-, Bananen- oder Apfel-artige“ Note verantwortlich. Ferner wird der Geruch des Ethylhexanoats als „weihnähnlich“ beschrieben. Ethylhexanoat trägt, wie auch Isoamylacetat, im Wein zur fruchtigen Note bei [48].

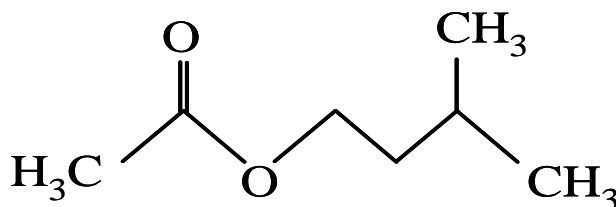


Abbildung 2.5: Isoamylacetat



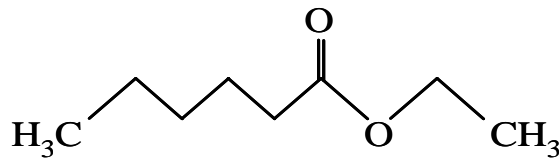


Abbildung 2.6: Ethylhexanoat

Terpene sind eine heterogene Stoffklasse. In der Natur kommen sie vom flüchtigen, niedermolekularen bis hochmolekularen, polymeren Zustand vor. Es existieren acyclische, cyclische und kondensierte Terpene [19,120]. Formal lassen sich die Terpene vom Isopren und dessen Polymerisationsprodukten ableiten. Im Wein sind sie besonders am Bukett von Muskateller-Weinen, in geringfügigerem Umfang auch am Aroma anderer Weine beteiligt [19]. Monoterpene, wie Linalool, Geraniol, Nerol und Citronellol haben einen besonders starken Einfluss auf das Traubenbukett, indem sie dessen süßlich-blumige Note prägen [94]. Monoterpene kommen in der Weinbeere meist glykosidisch gebunden vor. Durch Verarbeitungsprozesse hydrolysieren die Glykoside oder werden enzymatisch freigesetzt. Dieser Freisetzungprozess verläuft von der Maische bis zur Weinlagerung. Erst nach Abspaltung des Glykosylrests werden die Monoterpene aromawirksam [32].

Linalool (3,7-Dimethylocta-1,6-dien-3-ol) ist ein ungesättigter, acyclischer Monoterpenalkohol (Abbildung 2.7). Es ist mit Geraniol und Nerol strukturisomer. Der Duft des Linalools ist allgemein gefällig, blumig-frisch, an Maiglöckchen erinnernd und mit einer leichten Andeutung von Gewürz und Citrus assoziiert [120].

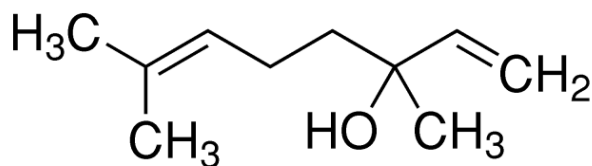


Abbildung 2.7: Linalool

#### 2.4.2.2 Die Bedeutung von Ethanol im Rotwein

Ethanol (Ethylalkohol) ist ein einwertiger, gesättigter, aliphatischer Alkohol. Es ist das wichtigste Erzeugnis der alkoholischen Gärung und mit einem Anteil von 7 bis 16 Vol.-% neben Wasser Hauptbestandteil des Weines [50,119]. Ethanol ist eine farblose, klare Flüssigkeit mit einem angenehmen, charakteristischen, leicht stechendem Eigengeruch und

einem brennenden Geschmack. In diesem Sinne ist Ethanol als Reizstoff kein eigentlicher Aromastoff, jedoch besitzt es die Eigenschaft, Aromastoffe verdünnt in einer Wasser-Ethanol-Lösung zu lösen. Außerdem hat Ethanol Einfluss auf Aromaempfindungen [108]. Beim Verzehr mäßiger Mengen wirkt Ethanol anregend und belebend. In größeren Mengen führt es jedoch zu Benommenheit oder sogar zu Bewusstlosigkeit. Im Wein ist Ethanol einerseits für dessen Haltbarkeit verantwortlich, andererseits ist es sensorisch von Bedeutung. Es verleiht dem Wein seinen „Körper“ und trägt entscheidend zu einem positiven Mundgefühl während des Verzehrs bei. Die Bukettstoffe werden durch Ethanol besonders herausgestellt [50,115]. Ethanol hat Einfluss auf die Flüchtigkeit von Aromastoffen und auf Interaktionen zwischen diesen und anderen Weinkomponenten. VOILLEY und LUBBERS haben 1999 in ihrer Studie gezeigt, dass Ethanol einen Effekt auf die Flüchtigkeit der Aromastoffe hat, indem es Modifikationen von Makromolekülen (Proteinen) bewirkt, die mit einer veränderten Bindungsfähigkeit der Proteine einhergehen [111]. Des Weiteren reduziert Ethanol sowohl den Säureeindruck als auch die Adstringenz des Weines, steigert jedoch dessen Süßeindruck.

Die sensorischen Auswirkungen eines Ethanolentzugs bei Weinen sind bereits in einigen Studien untersucht worden. Bei diesen Studien ist festgestellt worden, dass mit erhöhtem Ethanolentzug der harmonisierende Effekt des Ethanols verloren geht. Sowohl Säure, Bitterkeit als auch die Adstringenz der Gerbstoffe treten verstärkt hervor, während die Fruchtigkeit des Weines stark reduziert wird. Des Weiteren verliert der Wein an Vollmundigkeit und Körper und es kommt zum Verlust des positiven Mundgefühls während des Verzehrs [62,100,115,116].

## ***2.5 Sensorische Verfahren***

Sensorische Prüfverfahren werden in Abhängigkeit ihrer Fragestellung und Zielsetzung in analytische und hedonische Prüfverfahren eingeteilt.

### **2.5.1 Analytische Prüfverfahren**

Analytische Prüfmethoden sind objektive Prüfungen, bei denen die Produktwahrnehmung der Prüfer gemessen wird. Die persönlichen Meinungen sollen bei diesen Verfahren soweit wie möglich ausgeschlossen werden. Zu den analytischen Prüfverfahren gehören sowohl Diskriminations- und Unterschiedstests als auch deskriptive Prüfverfahren. Mittels

deskriptiver Prüfungen sollen die vom Prüfer bzw. vom Verbraucher wahrgenommenen Empfindungen beschrieben werden. In der Auswertung werden die Unterschiede zwischen den jeweiligen sensorischen Merkmalseigenschaften quantifiziert und diese anschließend mit geeigneten statistischen Analysemethoden ausgewertet und interpretiert [51]. Ein deskriptives Verfahren ist die (konventionelle) Profilprüfung. Diese ist ein Verfahren, bei dem die Prüferpersonen produktrelevante Merkmalseigenschaften der Prüfprobe bewerten, indem sie die Merkmalseigenschaften in der Reihenfolge ihrer Wahrnehmung erfassen und deren Intensität mittels vorgegebener Intensitätsskala bestimmen. Anschließend kann anhand dieser Daten die Ausprägung der Eigenschaften ermittelt werden. Bei der Profilprüfung handelt es sich um ein sensorisches Verfahren, das in vielen Bereichen anwendbar ist. Sie kann sowohl zur Charakterisierung eines Produktstandards als auch zum Vergleich mehrerer Produkte eingesetzt werden. Des Weiteren kann das Verfahren zur Qualitätssicherung, zur Produktentwicklung und Produktoptimierung, zur Erfassung von technologisch bedingten Rezepturveränderungen und zur Prüferschulung verwendet werden [1]. Außerdem ist eine Korrelation der deskriptiven Daten der Profilprüfung mit chemisch-physikalischen Werten möglich. Auf diese Weise lassen sich z. B. Mischungsverhältnisse, Aromen und Rezepturbestandteile ermitteln, die sich positiv auf die Akzeptanz des Produktes beim Konsumenten auswirken [25].

### **2.5.2 Hedonisch/Affektive Prüfverfahren**

Hedonische/Affektive Prüfmethode sind subjektive Prüfungen, bei denen die Prüferpersonen die Prüfproben bzw. die Attribute, die sich auf die Prüfprobe beziehen, nach ihrer persönlichen Einstellung und Meinung beschreiben bzw. bewerten. Hierbei werden die Einstellungen des Verbrauchers zum Produkt gemessen, wobei den individuellen Bedürfnissen und Vorlieben des Prüfers besondere Beachtung geschenkt wird. Aus diesem Grund werden hedonische Prüfverfahren bevorzugt in den Bereichen der Marktforschung, der Produktentwicklung und des Marketing eingesetzt [25]. Bei den affektiven Tests wird zwischen Präferenz- und Akzeptanztests unterschieden. Präferenztests ermitteln in einem direkten Vergleich von mindestens zwei Proben, welche Probe von den Prüfern bzw. Konsumenten bevorzugt wird. Gegebenenfalls legen die Prüfer eine Rangfolge der Proben

bezüglich ihrer Bevorzugung fest [52]. Mit Hilfe der Akzeptanztests wird ermittelt, ob ein Produkt von den Konsumenten akzeptiert oder abgelehnt wird.

### **2.5.3 Verknüpfung deskriptiver und affektiver sensorischer Daten**

Da die Produktprofile, die aus der deskriptiven Analyse resultieren, vollkommen wertfrei sind, kann anhand dieser Daten noch nicht auf Akzeptanz oder Ablehnung der Produkte oder deren spezifischer Merkmalseigenschaften beim Konsumenten geschlossen werden. Durch eine Verknüpfung von Profildaten mit den Konsumentenurteilen aus affektiven sensorischen Prüfungen sind Aussagen über die Akzeptanz der Produkte bei den Konsumenten möglich. Gegebenenfalls können diejenigen Merkmalseigenschaften, die für die Akzeptanz bzw. Ablehnung verantwortlich sind, ermittelt werden [25].

### 3 Ziel der Arbeit

Entalkoholisierte Weine erfüllen die Anforderungen an ein modernes Lebensmittel: einen reduzierten Brennwert, keinen Alkohol und einen positiven Gesundheitseffekt [74]. Diese funktionale Eigenschaft, die in der Studie von IMHOF für entalkoholisierte Weine bestätigt wurde, begründet sich in erster Linie - im Falle von Rotwein - mit einer hohen Konzentration an Sekundären Pflanzenstoffen [66]. Trotz dieser aus Vermarktungssicht sehr guten Argumente, ist das Angebot von entalkoholisierten Weinen in den Handelsregalen sehr gering.

Der Grund liegt mitunter darin, dass der Ethanolentzug selbst einen Einfluss auf den vom Konsumenten wahrgenommenen Geschmack hat. Gleichzeitig wird bemängelt, dass gängige Entalkoholisierungsmethoden neben dem Ethanol zu viele wertgebende Aromen aus dem Ausgangswein abtrennen. Beides zusammen führt zu einem unakzeptablen Produkt, das vom Verbraucher abgelehnt wird und eine geringe Nachfrage bedingt.

Neue Ansätze zur Entalkoholisierung sind demnach im Interesse der Industrie, um größere Marktanteile und neue Märkte zu erobern. Dafür ist eine möglichst schonende und selektive Abtrennung des Ethanols aus dem Wein erforderlich.

Eine Technologie, die beides verspricht, ist die Osmotische Destillation. HOGAN erwähnt die Möglichkeit, Wein mittels Osmotischer Destillation zu entalkoholisieren [65,91], jedoch fehlt in der wissenschaftlichen Literatur eine Bewertung der Eignung des Verfahrens zur Herstellung markttauglicher Weine. Diese Bewertung soll im Zuge dieser Arbeit vorgenommen werden. Dafür lassen sich verfahrenstechnische Kenngrößen als Bewertungsgrundlage heranziehen. ALI bewies für die Osmotische Destillation zur Aufkonzentrierung von Modellsäften, dass die Prozessparameter Einfluss auf die Selektivität der Technologie nehmen [3]. Es gilt herauszufinden, inwieweit sich Gleiches für die Herstellung von teilweise oder vollständig entalkoholisierten Weinen feststellen lässt. Dafür soll diese Arbeit den Stofftransport der Aromakomponenten, der noch nicht vollständig geklärt werden konnte [5], experimentell beschreiben. Die experimentellen Daten sollen, wenn möglich, durch ein mittels dimensionsloser Kennzahlen erstelltes Stofftransportmodell beschrieben werden. Die Stofftransportkoeffizienten der Aromastoffe

sollen mit denen des Ethanol in ins Verhältnis gesetzt werden, wodurch die Selektivität bestimmt werden kann.

Eine gute selektive Abtrennung und damit einhergehend ein möglichst großer Verbleib von Aromastoffen im Wein lässt auf ein sensorisch akzeptables Produkt hoffen. WÜST konstatiert, dass sich der Geschmack des Weines in Nanogramm definiert und somit ein möglichst hoher Rückhalt von Aromastoffen wünschenswert ist [120]. In welcher Relation die Aromastoffgehalte in den Weinen zu der Produktqualität stehen, soll daher mittels sensorischer Untersuchungen herausgefunden werden. Auch die Veränderungen des Produktes entlang des Herstellungsverlaufes sollen darüber ermittelt werden, sowie welche Merkmalseigenschaften für die Akzeptanz, respektive Ablehnung, des Weines durch den Verbraucher verantwortlich sind. Damit sollen die Kriterien evaluiert werden, die zu einem Erfolg des Produktes am Markt beitragen können und gegebenenfalls zu einem vermarktungsfähigen Produkt führen.

Diese Arbeit möchte somit einen Beitrag auf dem Gebiet der Herstellung entalkoholisierter Weine leisten, zu einer Verbesserung ihrer Produktqualität beitragen und damit der Forderung von CAYOT nachkommen, den bestgeeigneten Weg zur Herstellung entalkoholisierter und alkoholreduzierter Weine zu finden [28].

## 4 Material und Methoden

### 4.1 Material

#### 4.1.1 Membrananlage

Der Aufbau der in Abbildung 4.1 dargestellten Anlage zur osmotischen Destillation findet in einem Klimaschrank statt. Auf diese Weise ist eine konstante Temperatur für das System während des gesamten Versuches gewährleistet.

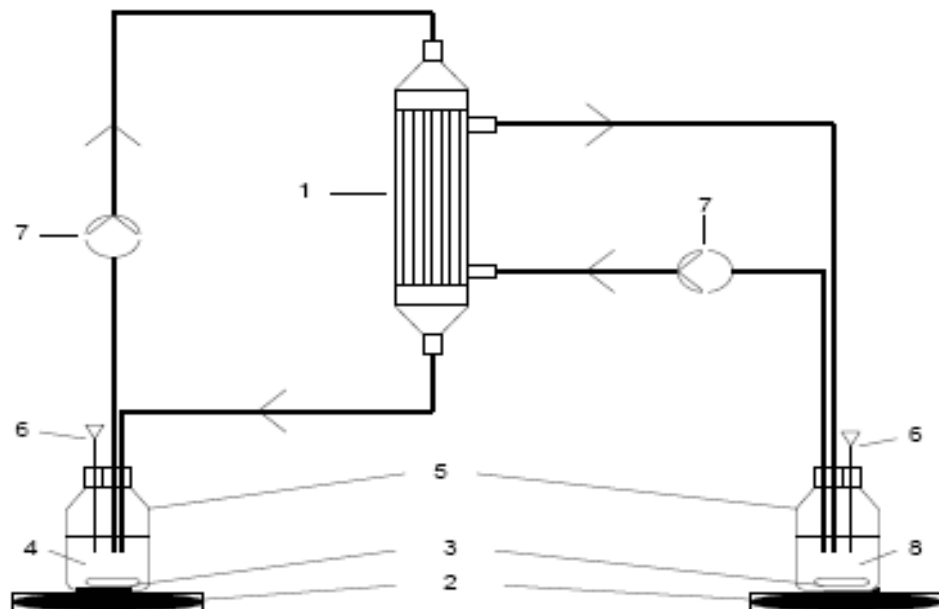


Abbildung 4.1: Schema der Membrananlage zur Osmotischen Destillation: (1) Hohlfasermodul (2) Magnetrührer (3) Rührfische (4) Feedlösung (5) Schottflasche (6) Injektionsnadel (7) Pumpe (8) Striplösung

Alle Bestandteile der Versuchsapparatur, sowie deren Hersteller und die genaue Spezifikation sind in Tabelle 4.1 aufgelistet.

**Tabelle 4.1: Bestandteile der Versuchsapparatur zur osmotischen Destillation**

<b>Bestandteile der Apparatur</b>	<b>Herstellername</b>	<b>Genaue Spezifikation</b>
Hohlfasermodule	Membrana	Accurell PP® Q 3/2 Material: Polypropylen innere Oberfläche: 0,07 m <sup>2</sup> Porengröße: 0,2 µm Wanddicke: 200 µm innerer Durchmesser: 600µm Gehäuse: Polykarbonat PA-SF
2 Schlauchpumpen zur Förderung von Feed und Strip	Janke und Kunkel IKA-Labortechnik	
Verbindungsschläuche	VWR	Silikon und Teflon Durchmesser: 3 mm Wandstärke: 1 mm
Schottflaschen	Schott	250 mL 5000 mL
2 Magnetrührer für Feed und Strip	Variomag	Mono
Schraubverschlüsse mit Bohrung	Schott	Kunststoff
Dichtungsmembranen für Schraubverschlüsse	Schott	Silikon
Klimaschrank	RUMED, Rubarth Apparate GmbH	Gerätenummer: 1992010003



### 4.1.2 Weitere Laborgeräte

Die einzelnen Bestandteile der Gaschromatographen zur Ethanol- und Aromastoffanalyse sind in Tabelle 4.2 und Tabelle 4.3 aufgeführt.

**Tabelle 4.2: Gaschromatograph zur Ethanolanalyse**

Gerät	Hersteller	Genaue Spezifikation
Gaschromatograph	Agilent Technologies	GC 6890N
Kapillarsäule	Macherey-Nagel GmbH	Fused-Silica-Kapillarsäule, Optima- $\delta$ -6, Abmessungen: Länge 30 m, Innendurchmesser 0,25 mm, Filmdicke 0,5 $\mu$ m
Flammen-Ionisations-Detektor (FID)		
Autosampler	CTC Analytics AG	Combi PAL System
GC-Software	Agilent Technologies	GC Chem. Station Rev. A09.01.1206
Autosampler-Software	Agilent Technologies	Cycle Composer 1.5.0

**Tabelle 4.3: Gaschromatograph zur Aromastoffanalyse**

Gerät	Hersteller	Genaue Spezifikation
Gaschromatograph	Agilent Technologies	GC 6890N
Kapillarsäule	Macherey-Nagel GmbH	Fused-Silica-Kapillarsäule, Optima- $\delta$ -6, Abmessungen: Länge 50 m, Innendurchmesser 0,2 mm, Filmdicke 0,2 $\mu$ m
Flammen-Ionisations-Detektor (FID)		
Autosampler	Agilent Technologies	7683 Series Injector
GC-Software	Agilent Technologies	GC Chem. Station Rev. A09.01.1206
Autosampler-Software	Agilent Technologies	Cycle Composer 1.5.0

**Tabelle 4.4: Material zur Aromaanalyse**

Gerät	Hersteller	Genaue Spezifikation
mechanischer Schüttler	Gerhard	RO 10
Zentrifuge	Heraeus	Biofuge Primo R
Spritze	Hamilton	Mikroliterspritze (100 $\mu$ l)

### 4.1.3 Chemikalienliste

Die Chemikalien, die in den Versuchen verwendet wurden, sind in Tabelle 4.5 aufgelistet.

**Tabelle 4.5: Verwendete Chemikalien**

<b>Substanz</b>	<b>Hersteller</b>	<b>Genaue Spezifikation</b>
Ethanol	Carl Roth GmbH&Co KG	GC-Reinheit $\geq$ 99,9 %
Ethylhexanoat	Fluka	GC-Reinheit $\geq$ 98 %
Isoamylacetat	Fluka	GC-Reinheit $\geq$ 99,7 %
Linalool	Fluka	GC-Reinheit $\geq$ 95 %
1-Pentanol	Fluka	GC-Reinheit $\geq$ 99 %
Isoamylalkohol	Aldrich	GC-Reinheit $\geq$ 98 %
Benzaldehyd	Fluka	GC-Reinheit $\geq$ 99,5 %
Stickstoff	Praxair GmbH	GC-Trägergas
Synthetische Luft	Praxair GmbH	GC-Gas
Wasserstoff	Praxair GmbH	GC-Gas
Weinsäure	Merck	Reinst
Kaliumhydroxid	Merck	Rein
Velcorin	Lanxess	Konservierungsmittel
Freon (1,1,2-Trichlortrifluorethan)	Riede-de Haen	HPLC-Reinheit $\geq$ 99,7 %
Ammoniumsulfat	Roth	$\geq$ 99,5 %
4-Methyl-2-Pentanol (interner Standard)	Fluka	GC-Reinheit $\geq$ 97,5 %

### 4.1.4 Verwendeter Wein

**Tabelle 4.6: Wein**

<b>Name</b>	<b>Hersteller</b>	<b>Genaue Spezifikation</b>
Dirmsteiner Schwarzerde	Palmberg eG	Qualitätswein mit Prädikat;
Dornfelder lieblich	67229 Laumersheim/Pfalz	Alkoholgehalt: 12,5 Vol.-%

### 4.1.5 Sensorische Untersuchungen

Für die Sensoriktests wurden folgende Materialien verwendet:

- Weinproben (hergestellt in den Versuchsreihen siehe Kap. 4.2.2)
- Weißbrot
- Einwegplastikbecher (verschieden Größen)
- Servietten
- Trennwände.

### 4.1.6 Statistische Auswertung

Für die statistische Auswertung der sensorischen und analytischen Daten ist eine entsprechende Software notwendig. Die ANOVA und der anschließende TUKEY-Test wurden mit dem Statistikprogramm „SPSS 14“ von *SPSS Inc., Chicago, Illinois*, berechnet. Für die Hauptkomponentenanalyse und die PLS Regression wurde mit dem Programm „*The Unscrambler 9.7*“ von *Camo Software AS, Oslo, Norwegen*, gearbeitet. Die Einflüsse der Prozessfaktoren wurden mit dem Programm „*Design-Expert 6.0*“ von *Stat-Ease Inc., Minneapolis, Minnesota*, ausgewertet.

## 4.2 Methoden

### 4.2.1 Herstellung des Modellweins

Für alle Versuche innerhalb des statistischen Versuchsplans wurde ein synthetischer Wein auf der Basis der Experimente von RAPP hergestellt [94]. Eine 10prozentige [v/v] ethanolische Lösung wurde mit destilliertem Wasser angesetzt und  $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  Weinsäure hinzugegeben. Dazu kamen Isoamylalkohol und 1-Pentanol in einer Konzentration von 30 ppm. Isoamylacetat, Ethylhexanoat, Hexylacetat, Benzaldehyd und Linalool wurden in einer Konzentration von 10 ppm hinzugegeben. Der Modellwein wurde mit 2 molarer KOH-Lösung auf einen pH-Wert von 3 eingestellt.

### 4.2.2 Herstellung des angereicherten Weins zur Verkostung

Vor Beginn des Entalkoholisierungsprozesses wurde der Grundwein mit drei Aromastoffen aromatisiert, um diesen sensorisch und chemisch genauer analysieren zu können. Zur Aromatisierung wurden im Vorfeld diese drei Aromastoffe ausgewählt, da sie Einfluss auf das Weinbukett haben. Die Aromastoffe, ihre geruchlichen Eigenschaften, ihre Konzentrationsbereiche im Rotwein und die jeweiligen Konzentrationen, in denen sie dem Grundwein zugesetzt wurden, sind in Tabelle 4.7 dargelegt [83]. Die letztendlich zugesetzte Menge basiert auf sensorischen Vorversuchen, die von einer Kleingruppe durchgeführt wurden.

**Tabelle 4.7: Hinzugefügte Aromastoffe im Grundwein**

Stoffklasse	Aromastoff	Geruch	Konzentrationsbereich im Rotwein (ppm)	Zugesetzte Menge (ppm)
<b>Ester</b>	Isoamylacetat (3-Methylbutylacetat)	Eisbonbon	0 – 23	3
	Ethylhexanoat	fruchtig, Apfel	0 - 3,4	1,5
<b>Terpen</b>	Linalool (mit Geraniol und Nerol)	fruchtig, blumig	< 0,650 - 1,4	0,1

Die Aromastoffe wurden vor Entalkoholisierungsbeginn mit einer Eppendorfpipette in 1 Liter Wein pipettiert. Dieser befand sich in einem verschließbaren 1 Liter-Rundkolben. Der so entstandene Standardwein (AAA) wurde anschließend ausreichend durch Magnetrührer und Rührfisch vermischt, so dass sich die Aromastoffe gleichmäßig im Wein verteilen konnten. Bei der Aromatisierung wurde darauf geachtet, dass die zugegebenen Aromastoffe auch natürlicherweise im Rotwein vorkommen und bedeutend für dessen Bukett sind. Außerdem wurden die Aromastoffe dem Grundwein in solchen Konzentrationen zugesetzt, in denen sie auch üblicherweise in Rotwein vorkommen. Auf diese Weise ist ein aromatisierter Standardwein entstanden, dessen sensorische Eigenschaften nicht allzu stark von denen des Grundweines abwichen.

### 4.2.3 Osmotische Destillation mit Modellwein

Der Einfluss relevanter Prozessgrößen (Temperatur und Umlaufgeschwindigkeiten der Feed- und Striplösung) auf die Selektivität wurde mit Hilfe eines faktoriellen Versuchsplans identifiziert. Die gewählten Versuchseinstellungen sind in Tabelle 4.8 aufgelistet. Anschließend wurden die signifikanten Faktoren mit Hilfe eines Central Composite Designs (Versuchseinstellungen s. Tabelle 4.8,  $\alpha=1$ ) optimiert. Die Faktorstufen wurden im Bereich von 10 °C – 50 °C (Temperatur) und 100 mL · min<sup>-1</sup> – 300 mL · min<sup>-1</sup> (Umlaufgeschwindigkeiten) gewählt. Von höheren Temperaturen wurde abgesehen, weil sich die Osmotische Destillation speziell durch niedrige Prozesstemperaturen von Konkurrenzverfahren abhebt. Bei 50 °C ist die obere Grenze gesetzt worden, um diesen Effekt nicht zu verlieren. Die Umlaufgeschwindigkeiten waren durch die Leistungsfähigkeit der eingesetzten Schlauchpumpen begrenzt.

Vor jedem Versuch wurden die Flussraten der Flüssigkeiten mit der Schlauchpumpe justiert und mittels Messzylinder und Stoppuhr verifiziert. Der Vorlagenbehälter für den Modellwein wurde mit 250 mL gefüllt und die Stripseite mit einem Volumen von 4750 mL destilliertem Wasser. Daraus ergibt sich ein Volumenverhältnis von 1:19, das zum Erreichen einer Ethanolendkonzentration von 0,5 Vol.-%, dem gesetzlich vorgeschriebenen Wert für entalkoholisierten Wein, notwendig war. Beide Vorlagenbehälter wurden auf Magnetrührer platziert und Rührfische in die Lösungen hinzugegeben, um eine homogene Verteilung der Aromakomponenten zu gewährleisten. Anschließend wurden die Flaschen mit Schraubverschlüssen verschlossen, die mit einem Septum versehen waren, das Einlässe für die Schläuche hatte. Der gesamte Versuchsaufbau wurde in einen Klimaschrank gestellt, der auf die gewünschte Versuchstemperatur eingestellt wurde. Sobald die Lösungen die Versuchstemperatur erreicht hatten, konnte das Experiment gestartet werden.

Die Entalkoholisierungsversuche liefen für mehrere Stunden, abhängig von der gewählten Parameterkombination. In der ersten Stunde wurden viertelstündlich Proben genommen, ab der zweiten Stunde nur noch halbstündlich. Es wurden Proben für zwei unterschiedliche Analysen gezogen. 1,5 mL der Probe wurden für die Ethanolanalytik in ein 10 mL GC-Headspace-Vial überführt, welches im Anschluss mit einem Septum und einer passenden Vialkappe luftdicht verschlossen wurde. Für die Aromastoffanalyse mussten 10 mL Probe in ein 12 mL Schraubröhrchen pipettiert werden und mit einem

Septum bestückten Schraubverschluss verschlossen werden. Damit sich die Volumenverhältnisse zwischen der Feed- und der Stripplösung durch die Probenahme nicht veränderte, wurde auf der Stripseite das 19fache Volumen, also 218,5 mL, entnommen und verworfen.

Im Anschluss an jedes Experiment wurde die Membran zur vorschriftsmäßigen Reinigung mit einer 3prozentigen Ethanollösung gespült. Danach wurde mit destilliertem Wasser nachgespült und das Modul an Druckluft angeschlossen, um das System völlig zu trocknen. In Aluminiumfolie eingewickelt war das Modul lichtgeschützt und trocken lagerfähig.

**Tabelle 4.8: Versuchsparameter für den faktoriellen statistischen Versuchsplan**

Run	Temperatur / °C	Flussrate des Feed / mL min <sup>-1</sup>	Flussrate des Strip / mL min <sup>-1</sup>
1	10	300	300
2	10	100	300
3	50	300	300
4	10	100	100
5	50	100	100
6	10	300	100
7	50	100	300
8	50	300	100

**Tabelle 4.9: Versuchsparameter für den erweiterten statistischen Versuchsplan im Central Composite Design**

Run	Temperature / °C	Flussrate des Strip / mL min <sup>-1</sup>
1	10	200
2	50	300
3	50	100
4	30	200
5	10	100
6	50	100
7	30	100
8	30	200
9	30	200
10	10	300
11	10	100
12	30	300
13	50	300
14	10	300
15	30	200
16	50	200

#### 4.2.4 Membranversuche mit den Sensorikweinen

Die zu verkostenden Weine wurden nach dem in der Tabelle 4.10 zu entnehmenden Schema behandelt. Zur Berechnung der notwendigen Behandlungszeiten zur Erreichung der gewünschten Ethanolendgehalte wurden zuerst mit Hilfe des bei der Optimierung der Selektivität aufgestellten empirischen Modells die entsprechenden Stofftransportkoeffizienten berechnet. Diese wurden dann zur Bestimmung der Prozessdauer mit den Formeln (4.1 und 4.2) verwendet.

$$c(t) = c^* + (c_0 - c^*) \cdot \exp\left(\frac{KA}{V_{feed}} t\right) \quad (4.1)$$

$$\Leftrightarrow \frac{c(t)}{c^* + (c_0 - c^*)} = \exp(zt)$$

$$\Leftrightarrow \frac{\ln\left(\frac{c(t)}{c^* + (c_0 - c^*)}\right)}{z} = t \quad (4.2)$$

wobei:

$K$  = Gesamtstofftransportkoeffizient;

$A$  = Membranfläche;

$V_{Feed}$  = Volumen Feed

$C_0$  = Anfangskonzentration der im Feed gelösten Komponente am Anfang der OD

$C^*$  = Konzentration der im Feed gelösten Komponente am Ende der OD

$z = K^* A / V_{Feed}$

**Tabelle 4.10: Berechnete Prozessdauer zur Herstellung der einzelnen Weinproben**

Prozessparameter		Prozessdauer für die gewünschten Ethanolgehalte / min		
Temperatur / °C	Umlaufgeschwindigkeit Feed und Strip / mL · min <sup>-1</sup>	~ 6 Vol.-%	~ 3 Vol.-%	~ 0,5 Vol.-%
		10	100	22,51
300	16,89		33,95	118,63
30	100	12,72	46,08	166,58
	300	8,11	16,31	56,98
50	100	6,36	12,79	44,68
	300	4,32	8,70	30,38



Alle Weinproben wurden mit der in Abbildung 4.1 dargestellten Membrananlage zur Osmotischen Destillation, und wie unter Punkt 4.2.3 beschrieben, entalkoholisiert. Bei den Versuchen wurden, inklusive zwei unbehandelter, 23 experimentelle Weine hergestellt, die sensorisch untersucht wurden. Diese Weinproben sind in Tabelle 4.11 dargestellt und näher erläutert.

**Tabelle 4.11: Codierung der zur sensorischen Beurteilung herangezogenen Weine**

<b>Codierung</b>	<b>Ethanolgehalt / Vol.-%</b>	<b>Behandlungstemperatur / °C</b>	<b>Umlaufgeschwindigkeit für Feed und Strip / mL · min<sup>-1</sup></b>
<b>AAA</b>	12,5	Unbehandelter aromatisierter Ausgangswein	
<b>289</b>	6	50	100
<b>399</b>	6	50	300
<b>622</b>	3	50	100
<b>596</b>	3	50	300
<b>890</b>	0,5	50	100
<b>483</b>	0,5	50	300
<b>822</b>	6	30	100
<b>132</b>	6	30	300
<b>672</b>	3	30	300
<b>083</b>	3	30	100
<b>694</b>	0,5	30	100
<b>023</b>	0,5	30	300
<b>755</b>	6	10	100
<b>592</b>	6	10	300
<b>795</b>	3	10	100
<b>129</b>	3	10	300
<b>267</b>	0,5	10	300
<b>937</b>	0,5	10	100
<b>706*</b>	12,5	30	300
<b>204*</b>	12,5	50	300
<b>008*</b>	12,5	10	300
<b>665</b>	12,5	Unbehandelter aromatisierter Ausgangswein	

\* Weine, die mit neutralem Ethanol (99 Vol.-%) auf ihren Ursprungsgehalt eingestellt wurden

Parallel zu den verkosteten Weinen wurden Proben unter denselben Bedingungen erstellt und der Aromaanalytik zugeführt. Die hierfür verwendeten Proben und ihre Codierung finden sich in der folgenden Tabelle 4.12:

**Tabelle 4.12: Codierung der Proben, die der Aromaanalytik zur späteren Korrelation mit den verkosteten Weinen unterzogen wurden**

Codierung	Behandlungstemperatur / °C	Umlaufgeschwindigkeit für Feed und Strip / mL·min <sup>-1</sup>	Ethanolgehalt / Vol.-%
129	10	300	3
596	50	300	6
795	10	100	3
289	50	100	6
937	10	100	0,5
755	10	100	6
399	50	300	3
483	50	300	0,5
592	10	300	6
622	50	100	3
890	50	100	0,5
822	30	100	6
132	30	300	6
672	30	300	3
694	30	100	0,5
083	30	100	3
023	30	300	0,5

#### 4.2.5 Kaltentkeimung der Weine

Die Ethanolreduktion auf die drei oben angegebenen Ethanolgehalte hat zur Folge, dass dem Wein die konservierende Wirkung des Ethanols entzogen wird und sich das Infektionsspektrum von Bakterien, Hefen und Schimmelpilzen mit geringer Alkoholtoleranz erweitert. Aus diesem Grund wurde den Weinproben das Konservierungsmittel Dimethyldicarbonat/DMDC (Velcorin®) der Firma Lanxess zugesetzt. Dies wirkt konservierend, indem es intrazelluläre Enzyme von

Mikroorganismen inaktiviert. Velcorin® besitzt ein breites Wirkungsspektrum gegen getränkeschädigende Keime, ohne die sensorischen Getränkeigenschaften zu beeinflussen. Das Velcorin® wurde den kalten Weinproben, abhängig von deren restlichen Ethanolgehalten in Konzentrationen von 15-25µl/250mL bei Raumtemperatur vorschriftsgemäß zugesetzt. Da das Dimethyldicarbonat nach bis zu acht Stunden vollständig zu geringsten Mengen Kohlendioxid und Methanol hydrolysiert, unterliegt Velcorin® nicht der Deklarationspflicht [76]

#### **4.2.6 Ethanolanalytik**

Die Ethanolkonzentrationen des Ausgangsweines und der jeweiligen Weinproben für die Sensorik und die Aromastoffanalytik wurden gaschromatographisch mit einer Headspace-Methode ermittelt. In den Vorversuchen wurde zunächst eine Ethanolstandardkurve erstellt. Die Kurve wurde durch eine Doppelbestimmung der Peakflächen der entsprechenden Ethanolgehalte in einer Konzentrationsreihe von acht Ethanolkonzentrationen im Bereich von 1 Vol.-% bis 15 Vol.-% erstellt (siehe Kapitel 9.1).

Zur Analyse der Weinproben wurden Doppelproben von je 1,5 mL der jeweiligen Probe in 10 mL-GC-Vials pipettiert, mit den entsprechenden Septen und Kappen fest verschlossen und anschließend mit den GC-Einstellungen analysiert, die in Tabelle 4.13, 4.14 und 4.15 dargestellt sind.

**Tabelle 4.13: Einstellungen des Gaschromatographen**

<b>Parameter</b>	<b>Einstellung</b>
Injektortemperatur	200 °C
Split-Mode	Splitless
Säule	Kapillarsäule, Optima- $\delta$ -6, Modell Nr. 30866/51, Länge: 30 m, Durchmesser: 320 $\mu\text{m}$ , Filmdicke: 0,35 $\mu\text{m}$
Trägergas	Stickstoff
Trägergasdruck/ -fließgeschwindigkeit	0,675 bar, 2,4 mL min <sup>-1</sup>
Detektor	FID
Detektortemperatur	250 °C

**Tabelle 4.14: Programm des Säulenofens: a) Anfangsphase, b) Temperaturänderungsphase, c) Endphase, d) Gleichgewichtseinstellung e) Dauer eines Runs**

<b>a) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Anfangstemperatur	40 °C	
Dauer der Anfangsphase	1 min	
<b>b) Rate</b>	<b>Zieltemperatur</b>	<b>Dauer der Temperaturphase</b>
10,00	50 °C	1 min
50,00	70 °C	1 min
<b>c) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Endtemperatur	200 °C	
Dauer der Endphase	0,3 min	
<b>d) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Maximaltemperatur	340 °C	
Dauer der Gleichgewichtseinstellung	1 min	
<b>e) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Dauer eines Runs	4,3 min	

**Tabelle 4.15: Einstellungen des Autosamplers**

<b>Parameter</b>	<b>Einstellung</b>
Spritze	2,5 mL Headspace
Injektionsvolumen	1000 $\mu\text{L}$
Spritzenfüllgeschwindigkeit	100 $\mu\text{Ls}^{-1}$
Spritzeninjektionsgeschwindigkeit	100 $\mu\text{Ls}^{-1}$

Das Ethanol konnte nach der gaschromatographischen Analyse qualitativ durch den Vergleich der Retentionszeit des Ethanolstandards mit der Retentionszeit der Proben ermittelt werden. Die quantitative Bestimmung des Ethanols erfolgte durch die Umrechnung der Ethanolpeakfläche des probenspezifischen Chromatogramms in Konzentrationen mittels der Standardkurvengleichung für Ethanol (siehe Kapitel 9.1.1).

#### **4.2.7 Aromastoffanalytik**

Zur Analytik der flüchtigen Aromastoffe wurde die direkte Mikroextraktion mit 1,1,2-Trichlortrifluorethan (Synonyme: Kaltron, Freon 113) verwendet [49,95]. Hierbei wurden in ein ca. 12 mL fassendes verschließbares Schraubröhrchen 4,2 mg Ammoniumsulfat, 10 mL der Probe, 100  $\mu\text{L}$  interner Standard (4-Methyl-2pentenol 15 ppm in Ethanol) und 200  $\mu\text{L}$  Freon 113 gefüllt. Die Proben wurden dann eine Stunde in verschlossenen Reagenzgläsern auf einem mechanischen Schüttler extrahiert. Die Probe wurde anschließend in ein Spitzbodenzentrifugenglas umgefüllt. Die darauf folgende 10-minütige Zentrifugation bei 3000 U/ min bewirkte die Trennung in eine organische und eine wässrige Phase. Die organische Phase, die sich im Boden des Glases sammelte, wurde mittels einer Hamilton-Spritze aufgenommen und in ein GC-Vial mit Insert injiziert. Die Probe wurde danach gaschromatographisch analysiert. Die Einstellungen des Gaschromatographen sind in Tabelle 4.16, Tabelle 4.17 und Tabelle 4.18 aufgeführt.

**Tabelle 4.16: Einstellungen des Gaschromatographen**

<b>Parameter</b>	<b>Einstellung</b>
Injektortemperatur	250 °C
Split-Mode	Splitless
Säule	Kapillarsäule, Optima- $\delta$ -6, Modell Nr. MN OD 6, Länge: 50 m, Durchmesser: 200 $\mu$ m, Filmdicke: 0,2 $\mu$ m
Trägergas	Stickstoff
Trägergasdruck/ -fließgeschwindigkeit	2,441 bar, 1,3 mL min <sup>-1</sup>
Detektor	FID
Detektortemperatur	250 °C

**Tabelle 4.17: Programm des Säulenofens: a) Anfangsphase, b) Temperaturänderungsphase, c) Endphase, d) Gleichgewichtseinstellung e) Dauer eines Runs**

<b>a) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Anfangstemperatur	40 °C	
Dauer der Anfangsphase	1 min	
<b>b) Rate</b>	<b>Zieltemperatur</b>	<b>Dauer der Temperaturphase</b>
1,00	60 °C	1 min
5,00	140 °C	1 min
<b>c) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Endtemperatur	320 °C	
Dauer der Endphase	4 min	
<b>d) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Maximaltemperatur	340 °C	
Dauer der Gleichgewichtseinstellung	3 min	
<b>e) Faktor</b>	<b>Einstellung</b>	
Dauer eines Runs	50 min	

**Tabelle 4.18: Einstellungen des Autosamplers**

Parameter	Einstellung
Spritze	10 $\mu\text{L}$ Direktinjektion
Injektionsvolumen	2 $\mu\text{L}$

Zur Berechnung der Aromastoffkonzentrationen wurden zunächst Standardkurven für die einzelnen Aromastoffe erstellt. Die Erstellung der Kurven erfolgte durch eine Dreifachbestimmung der Proben. Bei der Herstellung der Standards wurden die Aromastoffe in einer Verdünnungsreihe, welche die Konzentrationen 0,25 ppm, 0,5 ppm, 1 ppm, 1,25 ppm, 2,5 ppm, 5 ppm, 7,5 ppm und 10 ppm umfasste, in 10 Vol.-%-Modellwein gelöst. Für die beiden höheren Alkohole, 1-Pentanol und Isoamylalkohol, die ebenfalls in den Modellwein gegeben wurden, enthielten die Standardlösungen folgende Konzentrationen: 50 ppm, 37,5 ppm, 25 ppm, 12,5 ppm, 6,25 ppm, 5 ppm, 2,5 ppm und 1,25 ppm. Der Modellwein wurde mit  $100 \text{ mL} \cdot \text{L}^{-1}$  Ethanol und  $3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  Weinsäure in *Aqua dest.* hergestellt. Die Einstellung auf einen weintypischen pH-Wert von 3,0 erfolgte durch die Zugabe von 2 molarer Kalilauge. Die Probenreihen wurden, wie zuvor beschrieben, mittels Mikroextraktion mit Freon 113 aufbereitet und gaschromatographisch analysiert. Die Standardkurven wurden dann anhand der Mittelwerte der Peakflächen der Aromastoffe in der Verdünnungsreihe erstellt.

Die Aromastoffkonzentrationen in den Weinproben konnten anhand der erstellten Standardkurven für die einzelnen Aromastoffe berechnet werden (siehe Kapitel 9.1.2). Die Berechnungen basierten auf dem Verhältnis der Peakfläche des jeweiligen Aromastoffs in der Probe zu der Peakfläche des internen Standards.

## 4.2.8 Sensorische Methoden

### 4.2.8.1 Prüferpanel

Als sensorische Prüfverfahren wurden eine Profilprüfung und eine hedonische Prüfung (Beliebtheitsprüfung) angewendet. Für die Untersuchungen wurde ein auf den Wein geschultes Prüferpanel von 18 Personen eingesetzt, dessen Mitglieder zu dem Zeitpunkt der Prüfungen alle Mitarbeiter, Diplomanden oder Doktoranden des Fachbereichs für

Lebensmitteltechnologie und –biotechnologie am Institut für Ernährungs- und Lebensmittelwissenschaften der Universität Bonn waren. Alle Prüfpersonen hatten bereits an zahlreichen sensorischen Tests im Rahmen anderer Diplom- oder Doktorarbeiten teilgenommen. Die Prüfer erhielten keine Bezahlung. 12 der Prüfer waren weiblichen und sechs männlichen Geschlechts. Alle Prüfer gaben ihr schriftliches Einverständnis zur Teilnahme an den sensorischen Tests.

#### **4.2.8.2 Prüferschulung**

Vor der eigentlichen Prüferschulung wurde in einer Kleingruppe von drei Personen eine Art Vortest zur Ermittlung von Geruchs- und Geschmacksattributen durchgeführt. Die Kleingruppe ermittelte Geruchs- und Geschmacksattribute anhand der elf Proben, die auch das Panel in der darauf folgenden Schulung erhielt. Ziel dieses Vortests in der Kleingruppe war, eine Vorauswahl von Merkmalsattributen zu treffen, welche die darauf folgende Prüferschulung mit einem entsprechend größeren Panel erleichtern und verkürzen sollte. Die Prüferschulung fand an zwei Tagen im Seminarraum des Institutes statt. An der Schulung nahmen 18 Prüfer teil, die sowohl auf das Lebensmittel Wein, als auch auf die einzelnen Merkmalseigenschaften, die mit den drei zugesetzten Aromastoffen assoziiert sind, geschult wurden. Die Schulung war in mehrere Phasen untergliedert. Insgesamt erhielten die Prüfer neun Proben. Dazu gehörten vier Wasserproben, in denen die drei Aromastoffe Isoamylacetat, Ethylhexanoat und Linalool einzeln gelöst waren. In der vierten Probe war zur Schulung des Begriffes „Adstringenz“ Tannin gelöst. In den fünf übrigen Probengefäßen befand sich zum einen der Grundwein „*Dirmsteiner Schwarzerde*“, drei Proben mit den Aromastoffen jeweils einzeln im Grundwein gelöst sowie der aromatisierte Standardwein (AAA).

#### Herstellung der Proben:

Insgesamt wurden neun Proben für die Prüferschulung hergestellt. Die Herstellung der Wasser-Aromastofflösungen fand nach DIN-10961 statt. Hierbei wurden die einzelnen Aromastoffe Isoamylacetat, Ethylhexanoat und Linalool in einer Volumenkonzentration von 0,05 % in Wasser gelöst. Zur Schulung des Attributs ‚adstringierend‘ wurde eine wässrige Lösung mit einer Tanninkonzentration von  $0,3 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  hergestellt. Die Probe mit dem Grundwein „*Dirmsteiner Schwarzerde*“ erforderte keine spezielle Herstellung. Die Herstellung der drei Proben, in denen die Aromastoffe einzeln gelöst waren, erfolgte in



Abhängigkeit der Geruchsschwellen der einzelnen Aromastoffe in Wein: Isoamylacetat wurde dem Wein in einer Konzentration von 1 ppm zugesetzt, die Konzentration von Ethylhexanoat im Grundwein betrug 0,8 ppm und die des Linalools 0,6 ppm. Die Herstellung der Probe des Standardweines erfolgte, wie bereits in Kapitel 4.2.2 beschrieben.

#### Durchführung der Prüfung:

Nach einer kurzen Einführung in das Thema sollten die Prüfer die einzelnen Proben nach Geruchsschwellen in Wasser riechen und schmecken. Im Anschluss wurden diejenigen Proben verkostet, in denen die einzelnen Aromastoffe im Grundwein gelöst waren. Auch diese Proben sollten zunächst geruchlich und dann geschmacklich wahrgenommen werden. Nach jeder Verkostung wurden Merkmalseigenschaften in der Gruppe gesammelt und auf einem Flip-Chart schriftlich festgehalten. In einer Gruppendiskussion wurden die gesammelten Attribute reduziert und nach Übereinstimmungen mit den Attributen, die von der Kleingruppe im Vortest festgelegt wurden, gesucht. Es folgten die Verkostungen des Grundweines und des Standardweines zur Schulung der Begriffe „sauer“, „adstringierend“, „vollmundig“ und „harmonisch“. Anschließend wurden in der Gruppe standardisierte Attribute zur Beschreibung des Standardweines festgelegt. Das Panel legte insgesamt elf Attribute zur Beschreibung des Standardweins fest. Fünf dieser Attribute haben den Geruchseindruck beschrieben, vier den Geschmack und zwei Attribute haben sich auf den Eindruck bei der Mundprobe bezogen. Die Attribute sind in Tabelle 4.19 zusammengefasst.

**Tabelle 4.19: Attribute für die Profilprüfung**

<b>Geruchsattribut</b>	<b>Geschmack</b>	<b>Eindruck bei der Mundprobe</b>
Frisch	sauer	vollmundig
fruchtig - obstig	adstringierend	harmonisch
süßlich	frisch-fruchtig	
blumig	süß	
alkoholisch-stechend		

Im Anschluss sollte der Standardwein anhand der festgelegten Attribute mittels Profilprüfung beschrieben werden. Auf diese Weise wurde die Gruppe sowohl im Umgang mit dem Verfahren der Profilprüfung als auch im Umgang mit der Intensitätsskala geschult. Das Prinzip des Verfahrens ist in DIN 10967-1 beschrieben [1]. Ein zweiter Schulungstag war erforderlich, da bei der ersten Schulung Unsicherheiten und Probleme beim Umgang mit den Begriffen „stechend“ und „harmonisch“ auftraten. Die Prüfer wurden nochmals auf die Begriffe geschult und sollten anschließend erneut den Standardwein AAA mittels Profilprüfung beschreiben.

#### **4.2.8.3 Profilprüfung (Deskriptive Analyse)**

Die Profilprüfung ist ein sensorisches Verfahren, das 1950 in den USA entwickelt wurde [52]. Bei diesem Verfahren bewerten die Prüferpersonen produktrelevante Merkmalseigenschaften der Prüfprobe, indem sie die Merkmalseigenschaften in der Reihenfolge ihrer Wahrnehmung erfassen und deren Intensität mittels vorgegebener Intensitätsskala bestimmen. Anschließend kann anhand dieser Daten die Ausprägung dieser Eigenschaften ermittelt werden. Das Verfahren und die Durchführung der Prüfung sind in der DIN-Norm 10967-1 festgelegt [1].

##### Herstellung der Proben:

Bei der Herstellung der in der Profilprüfung zu beschreibenden Proben wurden diese zunächst aromatisiert und anschließend mittels OD bei 10 °C, 30 °C und 50 °C auf die Ethanolgehalte von ~ 6 Vol.-%, ~ 3 Vol.-% und ~ 0,5 Vol.-% entalkoholisiert sowohl bei 100 mL · min<sup>-1</sup> als auch bei 300 mL · min<sup>-1</sup> Umlaufgeschwindigkeit der Feed- und Stripphase. Außerdem wurden bei den auf ~ 0,5 Vol.-% entalkoholisierten Proben Ethanolrückführungen auf den Ursprungsethanolgehalt des Weines durchgeführt. Diese Proben sollten ebenfalls bewertet werden, um den Effekt der Osmotischen Destillation isolierter von den sensorischen Einflüssen der Ethanolabtrennung betrachtet werden kann. Das Herstellungsverfahren der Weinproben ist näher in den Kapiteln 4.2.2 erläutert.

##### Vorbereitung des Prüfplatzes:

Pro Prüfungstag sollten zwei Proben verkostet werden. Diese wurden mit einem dreistelligen Buchstabencode codiert. Jeweils 20 mL Wein wurden zur Verkostung in

einen Einwegverkostungsbecher gefüllt, mit einem Plastikdeckel verschlossen und nebeneinander aufgestellt. Jedem Prüfplatz waren zusätzlich eine Probe des Standardweines AAA, sowie der bereits ausgefüllte Prüfbogen der Probe AAA zum Vergleich und als Anhaltspunkt für die individuelle Bewertung beigelegt. Hierbei wurde auf dem vorgelegten Prüfbogen der Gruppenmittelwert für jede Merkmalseigenschaft notiert, der als Referenzwert für alle Panelisten gleich war. Diese Vorgehensweise wurde gewählt, um den Einfluss des Prüfers auf die Bewertung des Weines zu minimieren. Ferner war der Prüfplatz mit einem Einwegverkostungsbecher mit Wasser, einer Scheibe Weißbrot zur Neutralisation sowie ein Spuckbecher versehen. Die Prüfplätze waren durch einen Sichtschutz voneinander getrennt.

#### Durchführung der Prüfung:

Insgesamt sollten die Weinproben (siehe Tabelle 4.9) anhand der elf Attribute, die in der Schulung vom Panel festgelegt wurden, beschrieben werden. Alle zu verkostenden Proben hatten Raumtemperatur. Pro Prüftag wurden je zwei dieser Weinproben bewertet, indem die Prüfer die Intensitäten der elf Merkmalseigenschaften beider Weinproben anhand einer Intensitätsskala von 0 bis 6 festlegen sollten. Die am höchsten wahrnehmbare Intensität entsprach der Ziffer 6. Konnte die Merkmalseigenschaft nicht erkannt werden, entsprach dies der Ziffer 0.

Am ersten Prüfungstag sollte zunächst der Standardwein (AAA) bewertet werden. Den Standardwein und den schon ausgefüllten Prüfungsbogen mit dem aus allen Antworten gebildeten Mittelwert für die Attribute von AAA erhielten die Prüfer bei jeder weiteren Prüfung. So konnten sich die Prüfer an der durchschnittlichen Bewertung orientieren und ausgehend von dieser Bewertung im Vergleich zum Referenzwein die anderen Proben bewerten. An den folgenden Prüfungstagen sollten die entsprechenden Proben nacheinander verkostet werden, indem sie zunächst geruchlich bewertet werden sollten. Nach Abschluss der olfaktorischen Beurteilung sollten dann der Geschmack und der Eindruck bei der Mundprobe beschrieben werden. Die Prüfer sollten den Wein bei der Verkostung jedoch nicht schlucken, sondern in die dafür vorgesehenen Becher ausspucken.

Auswertung:

Die Auswertung der Daten der Profilprüfung erfolgt durch eine Varianzanalyse – *analysis of variance* (ANOVA)- und durch eine Hauptkomponentenanalyse - *principal component analysis* (PCA).

**4.2.8.4 Beliebtheitsprüfung (Hedonische Prüfung)**

Bei einer Beliebtheitsprüfung wird der subjektive Gesamteindruck des Prüfers bezüglich der Weinproben ermittelt. Für die Prüfung wurden 14 Weinproben hergestellt, deren Akzeptanz in der Prüfung ermittelt werden sollte.

Bei der hedonischen Prüfung hatten die Prüfer die Aufgabe, die Proben anhand einer „Hedonischen Skale“ („Gefallen-Missfallen-Skale“) zu beurteilen. Die in der Prüfung eingesetzte Skale war eine 9-Punkte-Skale, die zwei Notenbereiche enthielt. Zum einen den Notenbereich 9-6 und zum anderen den Bereich von 4-1. Die Note 5, die zwischen den beiden Bereichen steht, markiert die Wende der Skale. Den 9 Noten sind Prädikate zugeordnet, die in Tabelle 4.20 dargestellt sind [52].

**Tabelle 4.20: Beliebtheitsprüfung „Hedonische Skale“**

Note	Prädikat
9	gefällt außerordentlich
8	gefällt sehr
7	gefällt einigermaßen
6	gefällt geringfügig
5	Weder gefällt noch missfällt
4	missfällt geringfügig
3	missfällt einigermaßen
2	missfällt sehr
1	missfällt außerordentlich

Damit ein Produkt als „beliebt“ bzw. „akzeptiert“ eingestuft werden kann, müssen folgende Bedingungen erfüllt sein:

≥ 80 % der Prüferurteile im Bereich 9-6

≤ 10 % der Prüferurteile im Bereich 5

≤ 10 % der Prüferurteile im Bereich 4-1

#### Herstellung der Proben:

In der Beliebtheitsprüfung sollten die 14 Proben von den Prüfern bewertet werden. Diese Proben wurden, wie in den Kapiteln 4.2.2 und 4.2.4 beschrieben, aromatisiert und mittels OD hergestellt.

#### Vorbereitung der Prüfplätze:

Die Beliebtheitsprüfung wurde an 4 Terminen im Anschluss an die Profilprüfungen durchgeführt. Alle zu verkostenden Proben wurden codiert, jeweils 25 mL der Probe in einen verschließbaren Einwegverkostungsbecher gefüllt und nebeneinander in einer Reihe aufgestellt. Jedem Prüfplatz waren zusätzlich ein Einwegverkostungsbecher mit Wasser, einer Scheibe Weißbrot zur Neutralisation und ein Spuckbecher beigelegt. Die Prüfplätze waren durch einen Sichtschutz voneinander getrennt.

#### Durchführung der Prüfung:

Jeweils 3 Proben wurden nacheinander bewertet. Nach jeder einzelnen Verkostung sollte die Probe wieder in den beistehenden Becher ausgespuckt werden. Mehrmaliges Verkosten einer Probe war erlaubt. Mittels der „Hedonischen-Skala“ des Einzelprotokolls erfolgte die Einstufung der Proben. Die Entscheidung wurde durch Ankreuzen festgehalten.

#### Auswertung:

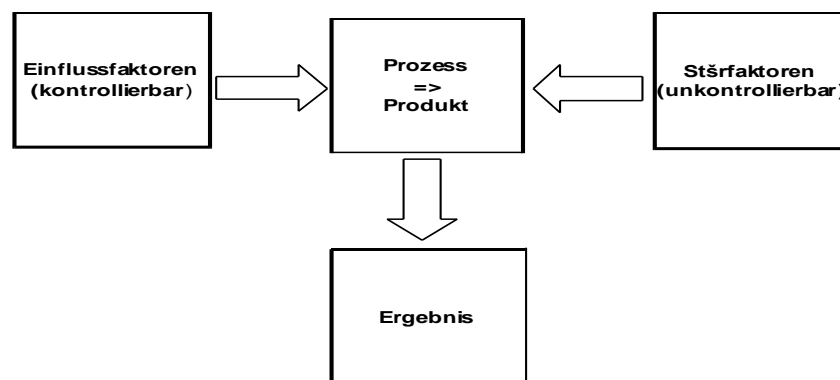
Zu Beginn wurde ein erstes Gruppenprotokoll erstellt, das die Häufigkeitsverteilung der Nennungen aller Prüfer in Bezug auf die einzelnen Noten der hedonischen Skala darstellt (Tabellen 5.12 – 5.15). Zur weiteren Auswertung wurden die Nennungen in ein zweites Gruppenprotokoll übertragen. Dieses zeigt die Häufigkeitsverteilung in Bezug auf die Notenbereiche der hedonischen Skala (Abb. 5.13 – 5.16).

### **4.2.9 Statistische Methoden zur Datenaufbereitung**

Im Folgenden werden die statistischen Methoden, die zur Datenaufbereitung der sensorischen und analytischen Ergebnisse verwendet werden, dargestellt und erläutert.

#### 4.2.9.1 Statistische Versuchsplanung

Die statistische Versuchsplanung hilft zu ermitteln, ob und wie sich Einflussgrößen (Faktoren) auf das Ergebnis auswirken. Zusätzlich können Störgrößen Einfluss auf das Versuchsergebnis haben. Sie können verschiedenen Ursprungs sein und sind häufig unbekannt und unkontrollierbar. Abbildung 4.2 zeigt die Auswirkung von Faktoren und Störgrößen auf das Ergebnis [71,99,109].



**Abbildung 4.2:** Wirkung von Faktoren und Störgrößen auf das Ergebnis

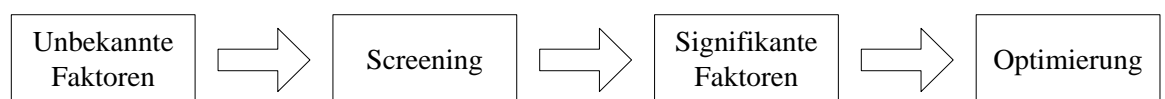
Die Statistik ist ein mathematisches Instrument, mit dessen Hilfe die durch Stör- und Einflussfaktoren hervorgerufenen Schwankungen der Messergebnisse untersucht werden können. Ein wichtiges Mittel zur Auswertung ist die Varianzanalyse. Diese untersucht ob Schwankungen bei zwei Versuchsreihen nur durch Streuung, ausgedrückt als Varianz, oder durch einen signifikanten Einfluss des zwischen den Versuchsreihen variierten Faktors, hervorgerufen werden.

Die Ziele der statistischen Versuchsplanung sind:

- Identifizierung der Einflussfaktoren auf das Messergebnis
- Ermittlung von Optimierungsmöglichkeiten des Messergebnisses
- Ermittlung der Faktoren, die es ermöglichen zu gleich bleibenden Ergebnissen zu gelangen [109].

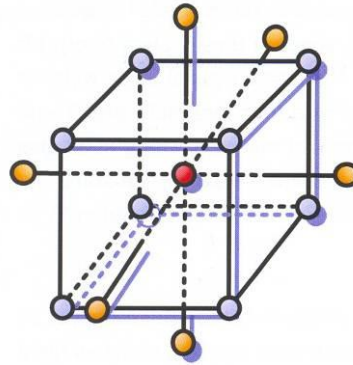
Alle aufgezählten Ziele sollen mit möglichst geringem Aufwand (geringe Versuchsanzahl) und mit ausreichender Sicherheit (geringe Fehler bei statistischen Schätzungen) und relativ hoher Genauigkeit (einfache Auswertung, bei geringem Informationsverlust) erreicht werden [71,99,109]. Die oben genannten Einflussfaktoren werden mit Hilfe so genannter „Screening“-Versuche identifiziert. Diese werden dann durch „faktorielle Versuchspläne“ untersucht. Verschiedene Einflussgrößen werden dabei auf unterschiedlichen Faktorstufen getestet, um ihren alleinigen oder kombinierten Einfluss auf das Ergebnis zu ermitteln. Dabei soll der Einfluss der Störfaktoren minimiert werden. Die Versuchsanzahl bei faktoriellen Versuchsplänen verdoppelt sich jedoch pro miteinbezogenen Faktor. Deshalb wird bei einer großen Anzahl an Faktoren die „fraktionierte faktorielle Versuchsplanung“ bevorzugt. Diese Art der Versuchsplanung hat gegenüber der (vollständigen) faktoriellen Methode den entscheidenden Vorteil, dass weniger Versuche benötigt werden. Allerdings ist der Preis hierfür, dass Informationen verloren gehen. Sollen dies vermieden werden, so muss auf die vollständige faktorielle Methode zurückgegriffen werden. Ist das Ziel jedoch ein schnelles Ergebnis mit möglichst geringer Versuchsanzahl, so kommt die fraktionierte faktorielle Methode zum Zug.

Häufig wird eine sequenzielle Strategie angewendet. D.h. erst wird ermittelt welche Faktoren einen signifikanten Einfluss ausüben und dann wird mit der reduzierten Anzahl von signifikanten Faktoren eine Optimierung durchgeführt. Die hierbei angewandte Vorgehensweise wird in Abbildung 4.3 gezeigt [109].



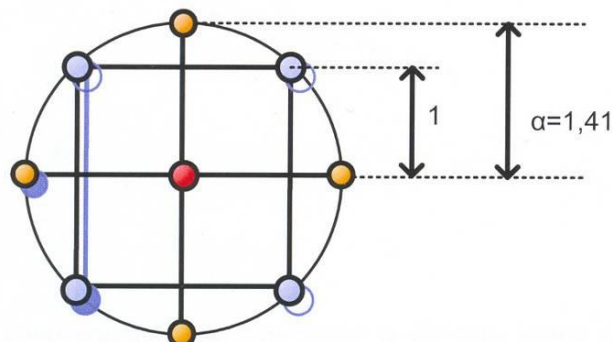
**Abbildung 4.3: Vorgehensweise bei der fraktionierten faktoriellen Versuchsplanung**

Die Optimierung der unabhängigen Variablen anhand eines Versuchsplanes erfolgt nicht mittels faktorieller Pläne sondern mit sogenannten *Response-Surface*-Plänen. Bei diesen Plänen werden pro Faktor mindestens 3 Faktorstufen getestet. Ein Versuchsplan, der zu den *Response-Surface*-Plänen gehört, ist der zentral zusammengesetzte Versuchsplan (Abb. 4.6).



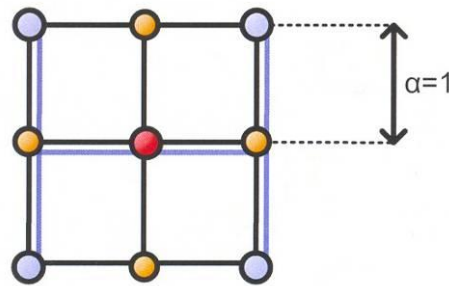
**Abbildung 4.4: Central Composite Design mit 3 Faktoren**

Dieser basiert häufig auf einem faktoriellen Versuchsplan, dessen Versuche als Eckpunkte der Faktorstufen genommen werden können. Durch das Hinzunehmen eines Zentralpunktes und Axial- oder Sternpunkten lassen sich auch nicht lineare Zusammenhänge zwischen den Variablen herausfinden. Die Art der Axialpunkte ist für die Bezeichnung der im Englischen als *Central Composite Design* (CCD) bezeichneten Pläne ausschlaggebend. Die Axialpunkte werden im Verhältnis zum Zentralpunkt gewählt. Gewöhnlich werden die Sternpunkte mit dem Faktor  $\alpha$  berechnet, der abhängig von der Anzahl der Faktoren ist (Abb. 4.7). Man spricht von einem rotierbaren Versuchsdesign, das eine bessere Optimierung und Prognose der Zielgröße ermöglicht. Es kommt jedoch vor, dass aufgrund des Versuchsaufbaus oder aus anderen physikalischen, chemischen oder biologischen Gründen, die Faktorstufen nicht mehr erweitert werden können. Dann spricht man von einem „face centered“ durchgeführten zentral zusammengesetzten Versuchsdesign (4.8), mit dem ebenfalls Prognosen und Optimierungen durchgeführt werden können.



**Abbildung 4.5: Rotierbarer Central Composite Versuchsplan**





**Abbildung 4.6: Face centered Central Composite Design**

Mit Hilfe des in dieser Arbeit gewählten CCD, das aus Gründen des Versuchsaufbaus als „face centered“ durchgeführt werden musste, sollte ermöglicht werden, eine Optimierung der Faktoren bezogen auf die Zielgröße der Selektivität des Prozesses durchzuführen. Außerdem wurden die für die Berechnung der Prozessdauer notwendigen Stofftransportkoeffizienten über dieses CCD ermittelt. Die ermittelten Werte fließen somit in die Herstellung der Weine ein, die bei den sensorischen Untersuchungen verwendet werden.

#### 4.2.9.2 Varianzanalyse

Die Varianzanalyse (*analysis of variance* = ANOVA) untersucht, welche Varianz (Quadrat der Standardabweichung) einzelner Effekte (z. B. Prüfer, Proben) zu der Gesamtvarianz beiträgt. Die Varianz, die nicht durch die Variablen erklärt werden kann, wird als ungeklärte Varianz (Versuchsfehler) bezeichnet. Die ANOVA ermittelt also, inwiefern gefundene Unterschiede signifikant sind, d. h. nicht mehr zufällig erklärt werden können [8,72]. Um eine Aussage darüber machen zu können, ob ein Effekt statistisch signifikant zur Gesamtvarianz beiträgt, wird der F-Wert berechnet. Dieser errechnet sich aus dem Quotienten der Varianz, die durch die betreffende Variable erklärt wird (Mittleres Abweichungsquadrat MQA) und der ungeklärten Varianz im Fehler (MQF). Erweist sich ein Effekt als signifikant, so kann die Nullhypothese  $H_0$  „es bestehen keine Unterschiede“ abgelehnt und die alternative Hypothese  $H_1$  „es bestehen Unterschiede“ angenommen werden. Das Signifikanzniveau für die entsprechenden F-Werte gibt die Wahrscheinlichkeit für einen Fehler erster Art an. Dieser entsteht, wenn  $H_0$  abgelehnt wird, obwohl die Hypothese zutrifft.

Die in dieser Arbeit durchgeführte ANOVA ist ein statistisches Verfahren, das zur Auswertung der Daten einer Profilprüfung angewendet werden kann. Sie überprüft, inwiefern die unabhängige Variable der Prüfmuster einen Einfluss auf die Merkmalseigenschaft (abhängige Variable) hat [8,57]. In die Analyse werden dementsprechend ausschließlich Effekte durch die Prüfmuster mit einbezogen.

Die ANOVA zeigt bei signifikanten F-Werten jedoch nur, dass für den gesamten Datensatz signifikante Unterschiede bestehen. Zwischen welchen Mittelwerten diese signifikanten Unterschiede vorkommen, ist bei der ANOVA nicht ersichtlich. Um diese zu identifizieren, werden bei den Mittelwerten multiple Vergleichstests (Post-Hoc-Tests) durchgeführt. Der hier angewendete TUKEY-HSD-Test (Honest Signifikant Difference) trifft eine Signifikanzaussage für Datenpaare über das gesamte Experiment [84].

#### **4.2.9.3 Hauptkomponentenanalyse (Principal Component Analysis)**

Die Principal Component Analysis (PCA) oder Hauptkomponentenanalyse ist ein multivariates statistisches Verfahren. Multivariate Verfahren sind statistische Analyseverfahren, bei denen mehrere Variablen gleichzeitig betrachtet werden. Bei der PCA wird eine größere Anzahl von Variablen anhand gegebener Fälle zu einer kleineren Anzahl von unabhängigen Faktoren (Principal Components) reduziert. Ziel dieses Verfahrens ist die Datenreduzierung, durch die der hohe Grad an Komplexität, der durch die Vielzahl an Variablen hervorgerufen wird, besser dargestellt und somit eine Interpretation der Strukturen erleichtert wird [24,53,64,84]. In der Sensorik wird die PCA als Verfahren zur Darstellung von Profildaten mehrerer Prüfmuster angewandt [8]. Die aus der Sensorik stammenden Variablen (Merkmalseigenschaften) werden durch neue und in der Anzahl reduzierte Faktoren, die hinter diesen Variablen stehen, ersetzt. Hierbei werden diejenigen Variablen zu einem Faktor zusammengefasst, die untereinander stark korrelieren. Die Variablen aus verschiedenen Faktoren weisen dagegen nur eine geringe Korrelation auf [64]. Mittels PCA lässt sich eine Aussage darüber machen, welche der Produkte ähnlich bzw. besonders unterschiedlich sind und auf welche Merkmalseigenschaften sich dies möglicherweise zurückführen lässt. Der Ablauf einer Faktorenanalyse ist üblicherweise in vier Teilschritte gegliedert: 1. Variablenauswahl und

Berechnung der Korrelationsmatrix; 2. Faktorextraktion; 3. Rotation und 4. Bestimmung der Faktorwerte.

Die für diese Schritte benötigten Hauptkomponenten werden anhand statistischer Methoden ermittelt. Innerhalb der Datenschar der abhängigen Variablen werden die Hauptkomponenten durch das Prinzip der kleinsten Abweichungsquadrate ermittelt, das sogenannte KQ-Kriterium (Kleinste Quadrate Kriterium) [46]. Die ermittelten Hauptkomponenten können maximal die Anzahl der Merkmale der Objekte annehmen. Da eine Datenreduktion herbeigeführt werden soll, ist es sinnvoll, weniger Hauptkomponenten zu ermitteln. Die Anzahl der „sinnvollen“ Hauptkomponenten ist abhängig von der durch sie erklärten Gesamtvarianz. Da die Hauptkomponenten entlang der größten Varianz ausgerichtet werden, ist es naturgemäß so, dass die erste Hauptkomponente den größten Beitrag zur Erklärung der Gesamtvarianz beisteuert. Mit jeder weiteren Komponente wird dieser Anteil geringer. Die Hauptkomponenten sollten mindestens 10% der Gesamtvarianz erklären, um in das Modell mit einzufließen [69]. Die so ermittelten PC sind Geraden, die in der Hauptkomponentenanalyse als sogenannte latente Variable eingesetzt werden und die Achsen des neugeschaffenen Komponentenraums darstellen, in dem die Objekte und Merkmale abgebildet werden können. Dies ist möglich, da die einzelnen neuen Hauptkomponenten nicht miteinander korrelieren und orthogonal zueinander stehen [46]. Damit wird eine graphische Darstellung der Daten im Hauptkomponentenraum möglich. Die Koordinaten der Objekte werden in der PCA *Scores* genannt, die aufgetragenen Merkmalseigenschaften werden als *Loadings* bezeichnet. Die PCA bietet auch die Möglichkeit, *Scores* und *Loadings* in einer Graphik, dem Bi-Plot, darzustellen und so visuell die Zusammenhänge zwischen Objekten und deren Attributen darzulegen.

In dieser Arbeit wurden die ursprünglich elf Variablen (Merkmalseigenschaften) von 19 Weinproben mittels PCA auf wenige Faktoren (PC) reduziert. Für die Analyse wurden zunächst Durchschnittswerte aus den 18 Einzelurteilen der Prüfer bezüglich 19 Weinproben und deren elf Merkmalseigenschaften gebildet. Auf diese Weise entstand eine (19 x 11)-Matrix. Durch die Durchschnittsbildung ging ein Teil der Information über die Streuung der Ausprägung zwischen Personen allerdings verloren. Die Ergebnisse der PCA sind in Kapitel 5.3.4 dargestellt.

#### 4.2.9.4 Partial Least Square Regression (PLS)

Die PLS Regression hat in den letzten Jahren sehr stark an Bedeutung gewonnen und ist zum fast ausschließlich verwendeten Regressionsalgorithmus für die multivariate Regression geworden [69].

Somit gehört die PLS auch zu den multivariaten Datenanalyseverfahren, mit denen mehrdimensionale Auswertungen vollzogen werden. Genau wie bei der Hauptkomponentenanalyse sollen „versteckte“ Informationen aus der Menge an Daten herausgearbeitet werden. Die Ziele der multivariaten Datenanalyse sind im Wesentlichen eine Klassifizierung oder Einordnung der Daten und die Bestimmung eines funktionalen Zusammenhangs zwischen Mess- und Zielgrößen. Letzteres wird über multivariate Regressionsverfahren erreicht, wozu die PLS zu zählen ist.

Ihren Ursprung als angewandtes Verfahren fand die PLS durch WOLD, der den Algorithmus zur Analyse von ökonomischen Daten entwickelte [46]. Inzwischen wird die PLS Regression erfolgreich in den Lebenswissenschaften eingesetzt, z.B. in der Chemie zur Auswertung von NIR-Spektroskopien [27] oder im Bereich der Lebensmittelsensorik, um aufwendige Panelstudien zumindest teilweise durch (kosten-)günstigere Analyseverfahren zu ersetzen [26] oder aber Prognosen über die Beliebtheit von Produkten anhand ihrer sensorischen Merkmalseigenschaften zu treffen [89].

Die Möglichkeiten der PLS zur Bestimmung eines funktionalen Zusammenhangs zwischen den unabhängigen und abhängigen Variablen werden von KESSLER wie folgt zusammengefasst [69]:

Ausgangspunkt der multivariaten Datenanalyse ist immer eine Datenmatrix mit vielen Objekten (N) und vielen zugehörigen Eigenschaften (M) pro Objekt.

Ziele der PLS Regression sind im Folgenden, die Menge an Daten interpretierbarer zu gestalten und versteckte Phänomene zu visualisieren. Dies gelingt durch

- eine Datenreduktion
- das Trennen von Information und Nicht-Information (Entfernen des Rauschens)
- eine Datenmodellierung: Klassifizierung oder Regression
- das Erkennen von Ausreißern
- und einer Auswahl von Variablen.

Die Datenreduktion während der PLS läuft auf ähnlichem Wege wie bei der PCA ab. Auch hier werden die versteckten Phänomene hinter den gemessenen Daten gesucht und als neue latente Variable, den Hauptkomponenten, ausgedrückt. Der Unterschied liegt darin, dass die PLS bei der Findung der Hauptkomponenten für die X-Daten (unabhängige Variablen) bereits die Struktur der Y-Daten (Zielgröße(n)) benutzt [69]. Gemeinsam ist beiden Methoden, dass die Güte des Modells über statistische Kenngrößen wie das Bestimmtheitsmaß, dem Standardfehler oder der nicht erklärten Restvarianz pro Objekt gemessen werden kann. Diese Größen werden bei der Auswertung mit angegeben und gelten mitunter auch als Entscheidungsgrundlage für mögliche Veränderungen innerhalb der Datenanalyse und des Modells. Von Interesse ist die zu wählende Anzahl an Hauptkomponenten und welche Variablen letzten Endes signifikanten Einfluss auf das Modell nehmen. Letzteres wird über die Regressionskoeffizienten der Variablen zu einer messbaren Größe. Das gemeinsame Auftragen der gewählten Variablen des Modells und der Zielgröße in den vorher ermittelten Hauptkomponentenraum lässt Rückschlüsse über die Korrelation der X- und Y- Daten zu.

Im Rahmen dieser Arbeit soll der Zusammenhang zwischen den sensorischen Bewertungen der Profilprüfung in Kontext mit den Ergebnissen der Beliebtheitsprüfung gebracht werden. Dadurch soll erreicht werden, dass von der sensorischen Beurteilung Rückschlüsse auf die Akzeptanz der Weine beim Verbraucher gezogen werden können. Hierfür wären dann keine Verbraucherstudien mehr vonnöten sondern lediglich die Beurteilung des geschulten Panels. Außerdem lässt sich herausfinden, welche Attribute des Weines direkt mit dem Gefallen oder Nicht-Gefallen in Verbindung gebracht werden können.

## 5 Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse der durchgeführten Versuche aufgeführt. Die Reihenfolge der Ergebnisdarstellung spiegelt den strukturellen Ablauf der Versuche für diese Arbeit wider. Zuerst sollen die verfahrenstechnischen Untersuchungen abgebildet werden. Als beschreibende Zielgröße dient der Stofftransportkoeffizient, der eine Schlussfolgerung über die Einflüsse der Parameter auf die Abreicherung des Ethanol und der Aromakomponenten ermöglicht. Diese Daten wurden im Zuge eines statistischen Versuchsplans erhoben, die eine Deutung auch der interfaktoriellen Wechselwirkungen zulassen. Ebenso können theoretische und experimentelle Prozessdaten miteinander verglichen werden. Im Anschluss folgen die sensorischen Untersuchungsergebnisse und deren statistische Standardauswertungen, die als Grundlage für weitergehende Interpretationen, sowohl anhand graphischer Darstellungen als auch statistischer Modelle, dienen. Zur vollständigen Nutzung der erhobenen Daten werden zuletzt die gaschromatographischen Daten der verkosteten Weine tabellarisch gezeigt, um eine Verknüpfung mit den sensorischen Bewertungen der Weine zu ermöglichen. Diese Verknüpfung stellt die Grundlage für ein statistisches Prognosemodell hinsichtlich der Beliebtheit der Produkte anhand der auf einer Skala von 0 bis 9 bewerteten Merkmalseigenschaften dar.

### 5.1 Stofftransportkoeffizienten

Die Stofftransportkoeffizienten dienen der verfahrenstechnischen Beurteilung des Prozesses. Der Gesamtstofftransportkoeffizient  $K$  gewährleistet dabei eine Betrachtung anhand einer Kennzahl, bzw. eine Aussage über die Selektivität des Prozesses durch den Quotienten von  $K_{ethanol} : K_{aroma}$ .

Im Folgenden sind vier Tabellen aufgeführt. Zuerst die theoretisch berechneten Stofftransportkoeffizienten, die zum Vergleich mit den in Tabelle 5.2 experimentell ermittelten Stofftransportkoeffizienten herangezogen werden. Im Anschluss werden die experimentellen Stofftransportkoeffizienten aller analysierten Komponenten aus einem faktoriellen Versuchsdesign tabelliert. Diese Daten sollen Aufschluss darüber geben, welche Prozessparameter Einfluss auf die Abtrenngeschwindigkeit der einzelnen Komponenten nehmen. Diese Versuchsergebnisse können ebenfalls dazu verwendet werden, gegebenenfalls vorliegende interfaktorielle Zusammenhänge anzuzeigen.

In einem zweiten erweiterten, zentral zusammengesetzten Versuchsdesign wurden die als signifikant erkannten Prozessparameter mit einer weiteren Faktorstufe untersucht. Dieses Versuchsdesign soll als Basis zur Optimierung der Prozessparameter im untersuchten Faktorenraum dienen. Ebenfalls sollen Aussagen über den Einfluss der Selektivität getroffen werden können.

### 5.1.1 Theoretische Stofftransportkoeffizienten

Die in Tabelle 5.1 angeführten  $K$ -Werte wurden berechnet wie in Kapitel 2.3.2 beschrieben.

**Tabelle 5.1: Theoretische Stofftransportkoeffizienten von Ethanol zum Vergleich mit den experimentell ermittelten Stofftransportkoeffizienten**

Temp. / °C	Prozessparameter		$k_f /$ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ $10^{-6}$	$k_m /$ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ $1 \cdot 10^{-6}$	$k_s /$ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ $1 \cdot 10^{-6}$	$K_{\text{theor.}} /$ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$ $10^{-6}$
	Umlaufgeschwindigkeit	Umlaufgeschwindigkeit				
	Feed / $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$	Strip / $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$				
30	200	200	16,3	4,75	1,49	1,06
30	200	100	16,3	2,82	1,49	0,92
30	100	200	12,9	4,75	1,49	1,04
30	100	100	12,9	2,82	1,49	0,91
10	200	200	13,7	3,98	1,54	1,03
10	200	100	13,7	2,36	1,54	0,87
10	100	200	10,9	3,98	1,54	1,01
10	100	100	10,9	2,36	1,54	0,86

In der rechten Spalte sind die theoretischen Gesamtstofftransportkoeffizienten berechnet aus den drei einzeln berechneten  $k$  des Feed, der Membran und des Strips. Der Gesamtstofftransportkoeffizient unterscheidet sich in den hier untersuchten Faktorstufen nur in geringem Maße. Weder die Temperatur noch die Umlaufgeschwindigkeit des Feeds scheinen einen Einfluss auf den Gesamtstofftransportkoeffizienten zu haben. Einzig die Umlaufgeschwindigkeit des Strips scheint  $K$  geringfügig zu beeinflussen.

### 5.1.2 Experimentelle Stofftransportkoeffizienten

Die Stofftransportkoeffizienten wurden wie in Kapitel 2.3.3 beschrieben für alle Aromastoffe und Ethanol berechnet. Die Abbildung 5.1 zeigt exemplarisch die Konzentrations-Zeit-Verläufe am Beispiel der Versuche mit Isoamylacetat als Modellkomponente bei 10, 30 und 50 °C sowie die zur Berechnung des Stofftransportes notwendigen Anpassungskurven.

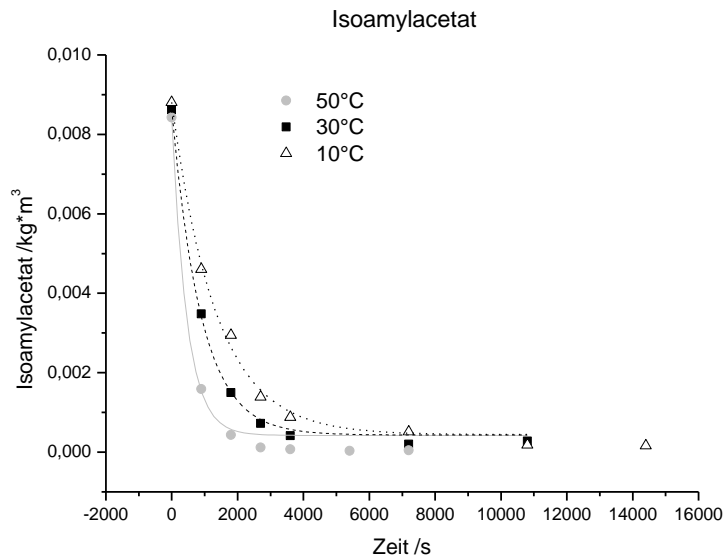


Abbildung 5.1: Konzentrations-Zeit-Verlauf für Isoamylacetat

Tabelle 5.2: Experimentelle K-Werte für den Abgleich mit den theoretischen Stofftransportkoeffizienten

Prozessparameter				$K_{\text{ethanol}} /$ $\text{m} \cdot \text{s}^{-1} \cdot 10^{-6}$
Temp. / °C	Umlaufgeschwindigkeit Feed / $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$	Umlaufgeschwindigkeit Strip / $\text{mL} \cdot \text{min}^{-1}$		
30	200	200	-3,73	
30	200	100	-2,66	
30	100	200	-3,60	
30	100	100	-2,54	
10	200	200	-1,26	
10	200	100	-1,11	
10	100	200	-1,24	
10	100	100	-1,08	



Tabelle 5.2 zeigt, dass die Unterschiede innerhalb der Gesamtstofftransportkoeffizienten größer sind als bei den theoretischen Werten in Tabelle 5.1. Dabei liegen die experimentellen  $K$  bei 30 °C zwei- bis dreimal so hoch wie bei den 10 °C Versuchen. Da es sich bei den berechneten Werten um die Abreicherung des Feeds handelt, sind die Stofftransportkoeffizienten negativ.

**Tabelle 5.3: Darstellung der Stofftransportkoeffizienten, die innerhalb des faktoriellen Versuchsdesigns ermittelt wurden**

Run	Ethanol	Linalool	Isoamyl- Alkohol	Pentanol	Isoamyl- Acetat	Hexyl- acetat	Benz- aldehyd	Ethyl- Hexanoat
	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$	$/ \text{m} \cdot \text{s}^{-1} 10^{-6}$
1	-1,17	-1,20	-1,62	-1,53	-2,93	-3,67	-2,04	-3,65
2	-1,39	-0,90	-1,72	-1,54	-3,30	-2,35	-1,73	-2,36
3	-4,96	-5,42	-6,83	-6,55	-7,50	-8,07	-6,57	-8,26
4	-0,90	-0,70	-1,15	-1,10	-2,35	-2,29	-1,02	-2,23
5	-3,09	-5,44	-6,50	-6,13	-6,77	-7,44	-6,03	-7,72
6	-1,12	-1,02	-1,55	-1,43	-5,28	-3,60	-1,68	-3,57
7	-5,48	-5,05	-6,64	-6,58	-6,37	-6,86	-6,63	-7,09
8	-3,38	-3,96	-5,02	-4,89	-5,28	-5,71	-4,94	-5,93

Die experimentell ermittelten Gesamtstofftransportkoeffizienten der einzelnen Aromakomponenten weichen stark voneinander ab (Tabelle 5.3). Der niedrigste aller Stofftransportkoeffizienten lag bei  $0,7 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  und wurde für Linalool gemessen. Am schnellsten wurde Ethylhexanoat aus dem Modellwein abgetrennt. Der Stofftransportkoeffizient lag bei  $8,26 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$  und damit bei über dem Zehnfachen des ermittelten Minimums von Linalool. Die Stofftransportkoeffizienten von Ethanol lagen in einer Spanne von  $0,9$  bis  $5,48 \cdot 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ . Die gewählten Versuchsfaktoren nehmen demnach Einfluss auf die Abtrennkinetik der Aromakomponenten und des Ethanols in unterschiedlich hohem Maße.

Tabelle 5.4: Stofftransportkoeffizienten aus dem erweiterten statistischen Versuchsplan

Run	Ethanol $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Linalool $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Isoamyl- alkohol $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Pentanol $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Isoamyl- acetat $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Hexyl- acetat $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Benz- aldehyd $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$	Ethyl- hexanoat $/ m \cdot s^{-1} 10^{-6}$
1	-1,21	-1,10	-1,16	-1,18	-2,66	-3,31	-1,47	-3,16
2	-5,48	-5,05	-6,64	-6,58	-6,37	-6,86	-6,63	-7,09
3	-3,09	-5,44	-6,50	-6,13	-6,77	-7,44	-6,03	-7,72
4	-2,59	-2,87	-2,96	-3,01	-3,88	-4,68	-2,62	-4,44
5	-0,90	-6,97	-1,15	-1,10	-2,35	-2,29	-1,02	-2,23
6	-3,38	-3,96	-5,02	-4,89	-5,28	-5,71	-4,94	-5,93
7	-1,85	-1,93	-2,23	-2,26	-2,89	-4,17	-2,07	-3,95
8	-2,71	-3,32	-3,89	-3,11	-5,37	-6,69	-3,72	-6,52
9	-1,91	-2,38	-2,75	-2,69	-3,00	-5,09	-2,52	-5,09
10	-1,17	-1,20	-1,62	-1,53	-2,93	-3,67	-2,04	-3,65
11	-1,12	-1,02	-1,55	-1,43	-5,28	-3,60	-1,68	-3,57
12	-2,12	-2,60	-2,82	-3,33	-4,09	-4,98	-2,84	-4,89
13	-4,96	-5,42	-6,83	-6,55	-7,50	-8,07	-6,57	-8,26
14	-1,39	-0,90	-1,72	-1,54	-3,30	-2,35	-1,73	-2,36
15	-2,23	-2,78	-3,20	-2,73	-4,50	-5,53	-3,02	-5,50
16	-4,79	-5,96	-6,92	-7,03	-7,85	-7,00	-5,76	-9,72

Der erweiterte Versuchsplan weist ähnliche Ergebnisse auf wie das faktorielle Design (Tabelle 5.4). In den meisten Fällen fallen die Stofftransportkoeffizienten der Aromakomponenten höher aus als die des Ethanols. Besonders hoch sind die  $K$  für die Ester. Ethanol wird auch hier meistens am langsamsten aus dem Modellwein abgetrennt.

## 5.2 Sensorik

Die sensorischen Ergebnisse teilen sich auf in die Darstellung der aus der Profilprüfung gewonnenen Ergebnisse und die der Beliebtheitsprüfungen. Jeweils im Anschluss an die allgemeinen Ergebnistabellen folgen die standardmäßigen, teils statistischen, Auswertungsvorgänge. Im Falle der Profilprüfung sind dies eine Verlaufsdarstellung mittels Spiderplots, eine Varianzanalyse zur Feststellung von signifikanten Unterschieden zwischen

den Weinen und eine Hauptkomponentenanalyse zur Dimensionsreduktion der beschreibenden Merkmale. Die Beliebtheitsprüfung umfasst eine Häufigkeitsverteilung der einzelnen Bewertungen und das Zusammenfassen zu (Beliebtheits-)Gruppen unter Angabe der prozentualen Häufigkeit. Dies ermöglicht einen Vergleich der hergestellten Weine unter Konsumentenkriterien.

### **5.2.1 Ergebnisse der Profilprüfung**

Die Ergebnisse der Profilprüfung werden anhand der Mittelwerte (MW) aller 18 Einzelmessungen in Tabelle 5.5 aufgelistet und die Aromaprofile der Weine in Form von Spiderplots (Abbildungen 5.2 bis 5.8) dargestellt. Im Anschluss werden signifikante Unterschiede bei der Bewertung der einzelnen Merkmalseigenschaften, die durch die Weinproben und die Prüfer entstehen, mittels ANOVA ermittelt. An die Varianzanalyse schließt sich der Post-Hoc-Test nach TUKEY an. Abschließend erfolgt eine Darstellung der Daten durch die Hauptkomponentenanalyse.

**Tabelle 5.5: Mittelwerte der Merkmalseigenschaften für alle verkosteten Weine zur Auswertung mittels Varianzanalyse, Spiderplots und Hauptkomponentenanalyse**

Probe	Merkmalseigenschaften										
	Frisch	Fruchtig-Obstig	Süßlich	Blumig	Alkoholisch-Stechend	Sauer	Adstringierend	Frisch-Fruchtig	Süß	Vollmundig	Harmonisch
AAA	3,50	3,50	2,50	2,50	3,00	3,00	2,50	3,50	3,00	3,50	3,50
289	2,63	2,54	2,00	1,90	1,69	1,81	1,88	2,75	2,58	2,48	2,54
399	2,42	2,67	2,23	1,96	1,77	2,21	1,81	2,56	2,33	2,54	2,87
622	2,33	2,73	2,65	2,08	1,56	2,58	1,73	2,88	2,44	2,69	2,77
596	2,00	2,31	2,17	2,08	1,37	2,77	1,62	2,54	1,96	2,27	2,35
890	1,81	2,37	2,42	1,58	0,87	3,08	1,77	2,19	1,65	1,81	1,87
483	1,77	2,12	2,04	1,62	0,60	3,23	2,00	2,27	1,85	1,81	1,92
822	2,70	2,77	2,23	2,23	1,90	2,35	1,90	2,63	2,07	2,60	2,40
132	2,80	2,57	2,23	1,87	1,60	2,33	1,72	2,50	2,67	2,70	2,97
672	2,27	2,57	2,00	1,83	1,30	2,70	1,87	2,90	2,33	1,97	1,87
083	2,54	2,71	2,36	2,18	1,29	2,43	1,29	2,61	2,46	2,29	2,71
694	2,29	2,61	2,36	1,86	1,07	3,32	1,36	2,39	1,96	1,96	1,86
023	1,86	2,36	2,07	1,61	0,86	3,00	1,79	2,29	2,07	1,86	1,89
755	2,67	2,77	2,43	1,97	1,77	2,00	1,80	2,90	2,67	2,87	2,73
592	2,67	2,67	2,20	2,10	1,60	2,33	1,97	2,80	2,43	2,77	2,47
795	2,23	2,65	2,42	2,15	1,81	2,88	2,12	2,81	2,73	2,79	2,75
129	2,46	2,87	2,33	1,77	1,50	2,67	1,97	2,60	2,13	2,23	2,23
267	2,04	2,88	2,62	1,96	1,19	1,85	1,54	2,92	2,58	2,23	2,15
937	2,54	2,85	2,50	1,96	1,15	3,19	1,65	2,15	1,88	1,69	1,77
706	2,23	1,90	1,97	2,03	1,70	2,28	2,35	2,23	2,30	2,37	1,73
204	2,02	1,90	2,03	1,73	1,43	2,13	2,57	2,32	2,22	2,15	1,87
008	2,40	2,70	2,30	1,97	1,67	2,15	2,77	2,33	2,60	2,83	1,93
665	3,40	3,30	2,58	2,37	2,30	2,10	2,70	2,90	2,50	3,00	2,80

### 5.2.2 Ausprägungen der Merkmalseigenschaften in Spiderplots

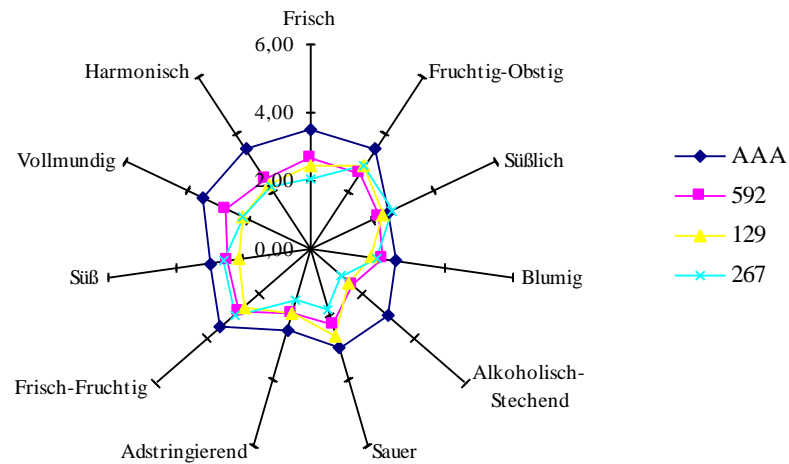


Abbildung 5.2: Profilogramm der bei 10 °C behandelten Weine im Vergleich zum Standard

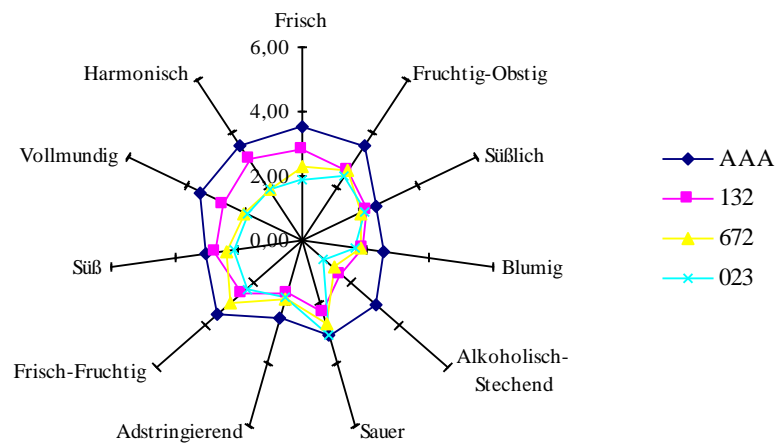
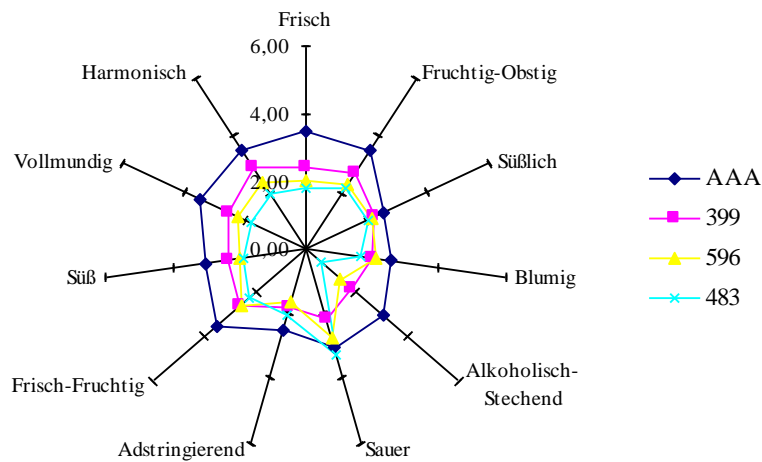


Abbildung 5.3: Profilogramm der bei 30 °C behandelten Weine im Vergleich zum Standard



**Abbildung 5.4: Profilogramm der bei 50 °C behandelten Weine im Vergleich zum Standard**

Die Abbildungen 5.2 bis 5.4 zeigen die Einflüsse des Ethanolentzugs auf die Profile der Weine. In fast allen Fällen nehmen die Merkmalsintensitäten der Weine im Vergleich zum Ausgangswein AAA ab. Besonders ausgeprägt gilt dies für die Attribute „alkoholisch-stechend“, „vollmundig“ und „frisch“. Mit fortschreitendem Ethanolentzug erhöht sich lediglich der Eindruck des Attributes „sauer“. Im Gegenzug nimmt der Süßeindruck ab. Im Kontrast zum Eindruck „frisch“ nehmen die auch zur geruchlichen Bewertung zählenden Attribute „blumig“ und „süßlich“ ebenfalls ab, allerdings in geringerem Maße als die Geschmacksattribute. Die bei 10 °C behandelten Weine unterscheiden sich untereinander in vielen Merkmalsausprägungen nur sehr gering. Bei 30 °C werden die Unterschiede deutlicher und bei 50 °C kann man die Spiderplots von außen nach innen den untersuchten Ethanolgehalten von 12,5 Vol.-%, 6 Vol.-%, 3 Vol.-% und 0,5 Vol.-% zuordnen. Das bedeutet, dass die Ausprägungen fast aller Attribute mit zunehmender Entalkoholisierung bei 50 °C merklich geringer werden. Nur bei der Bewertung von „sauer“ ergibt sich ein umgekehrtes Bild.

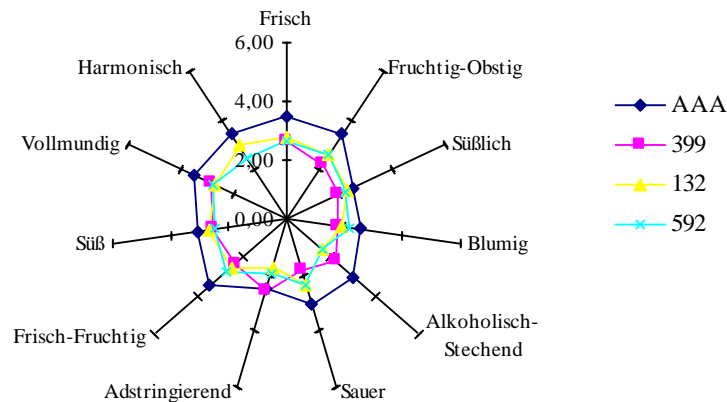


Abbildung 5.5: Profilogramm der Weine mit 6 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Standard

Das Profilogramm der Weine mit 6 Vol.-% lässt erkennen, dass sich die Weine alle von dem Ausgangswein unterscheiden, wobei die Spiderplots alle sehr regelmäßig und im gleichen Muster abgenommen haben. Teilweise weichen die 6 *prozentigen* Weine nur unwesentlich von denen des Ausgangsweines ab. So etwa bei den geruchlichen Attributen „süßlich“ und „blumig“ oder auch bei der Merkmalseigenschaft „adstringierend“. Unter den hier aufgetragenen behandelten Weinen lassen sich keine großen Unterschiede erkennen.

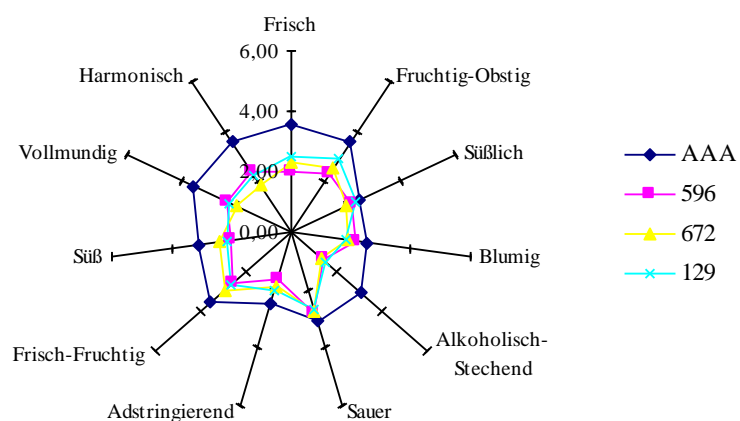
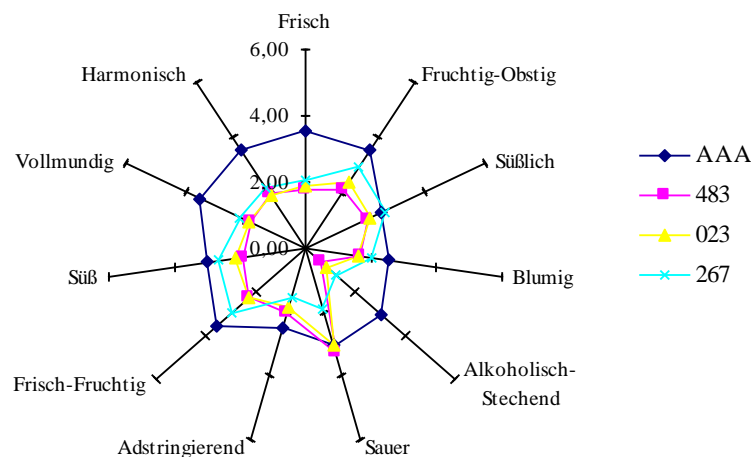


Abbildung 5.6: Profilogramm der Weine mit 3 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Standard

Deutliche Abweichungen im Vergleich zum Ausgangswein weist das Profilogramm der 3prozentigen Weine bei den Ausprägungen für „alkoholisch-stechend“, „vollmundig“, „harmonisch“ und „frisch“ auf. Klare Unterschiede, die sich auf die Behandlungstemperatur zurückführen ließen, können nicht erkannt werden. Die Ausprägungen der behandelten Weine unterscheiden sich dafür untereinander zu gering. Der Sauereindruck ist genauso intensiv wie der des Ausgangsweins. Die beiden Geruchsattribute „süßlich“ und „blumig“ sowie in etwas geringem Maße auch „fruchtig-obstig“ nehmen im Vergleich zu den gustatorischen Empfindungen - ausgenommen des Attributs „sauer“ - weniger stark ab. Große Unterschiede zum Ausgangswein sind auch für die Merkmalseigenschaften bei der Mundprobe „harmonisch“ und „vollmundig“ zu erkennen.

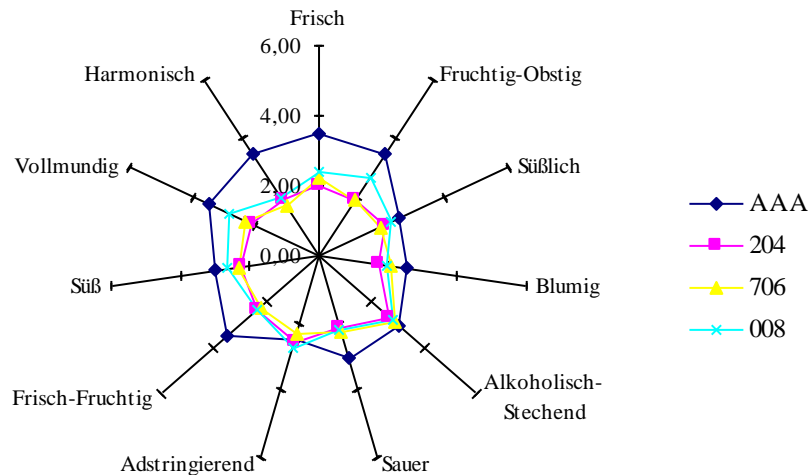


**Abbildung 5.7: Profilogramm der Weine mit 0,5 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Standard**

Abbildung 5.7 zeigt das Profilogramm der Weine mit 0,5 Vol.-% Ethanol im Vergleich zum Ausgangswein. Der stärkste Unterschied lässt sich bei den Attributen „alkoholisch-stechend“, „frisch“, „harmonisch“ und „vollmundig“ erkennen. Die Diskrepanz zum Ausgangswein ist stark ausgeprägt. Im Vergleich der behandelten Weine, schneidet der bei 10 °C hergestellte am besten ab. Er liegt bei fast allen Merkmalseigenschaften über denen der anderen beiden behandelten Weine. Lediglich der Sauereindruck und die Adstringenz sind geringer ausgeprägt. Bei den olfaktorischen Eindrücken unterscheidet sich Probe 267



(10 °C) nur geringfügig vom Ausgangswein. Die bei 30 (023) und 50 °C (483) hergestellten Proben wurden fast identisch vom Prüferpanel eingeschätzt.



**Abbildung 5.8: Profildigramm der Weine, denen Ethanol zurückgeführt wurde im Vergleich zum Standard**

Den Weinen 204 (50 °C), 706 (30 °C) und 008 (10 °C) wurden nach einer vollständigen Entalkoholisierung wieder Ethanol zugegeben, um den Ausgangsethanolgehalt wieder zu erlangen. Die Merkmalsattribute erreichen in den Fällen „alkoholisch-stechend“ und „adstringierend“ wieder die Werte des Ausgangsweins. In allen anderen Merkmalseigenschaften bleibt eine Diskrepanz zwischen den behandelten Proben und dem Standard erhalten. Besonders die Attribute „frisch“ und „harmonisch“ weichen stark von Probe AAA ab.

Untereinander liegen nur geringe Differenzen zwischen den untersuchten Weinen vor. Etwas besser als die anderen beiden Proben wurde allerdings die bei 10 °C behandelte (008) bewertet.

### 5.2.3 Varianzanalyse der Profilprüfung

Die Varianzanalyse lässt signifikante Unterschiede zwischen den Merkmalseigenschaften der Weine im Allgemeinen erkennen. Der Wert in der Spalte „Signifikanz“ zeigt mit

welcher Wahrscheinlichkeit die Weine in der tabellierten Merkmalseigenschaft unterschiedlich sind.

### 5.2.3.1 Varianzanalyse

**Tabelle 5.6: Einfluss des Weins auf die Unterschiede innerhalb der Merkmalseigenschaften**

<b>Merkmalseigenschaft</b>	<b>Quadratsumme</b>	<b>df</b>	<b>Mittel der Quadrate</b>	<b>F</b>	<b>P</b>
<b>Frisch</b>	64,0341	22	2,9106	3,2742	0,0000
<b>Fruchtig-Obstig</b>	50,4592	22	2,2936	2,0679	0,0038
<b>Süßlich</b>	14,1535	22	0,6433	0,7806	0,7494
<b>Blumig</b>	13,4123	22	0,6097	0,7936	0,7335
<b>Alkoholisch-Stechend</b>	85,2160	22	3,8735	4,0143	0,0000
<b>Sauer</b>	61,6386	22	2,8018	1,6827	0,0300
<b>Adstringierend</b>	53,2232	22	2,4192	2,1034	0,0031
<b>Frisch-Fruchtig</b>	29,8493	22	1,3568	1,5585	0,0548
<b>Süß</b>	38,5961	22	1,7544	1,5964	0,0458
<b>Vollmundig</b>	74,6894	22	3,3950	3,9478	0,0000
<b>Harmonisch</b>	75,7710	22	3,4441	3,2997	0,0000

Die Tabelle 5.6 zeigt, dass sich die Weine allgemein in den meisten Attributen signifikant unterscheiden. Lediglich in den Geruchsattributen „blumig“ und „süßlich“ sowie das Geschmacksattribut „frisch-fruchtig“ unterscheiden sich nicht signifikant. Bei allen Merkmalseigenschaften liegt ein signifikanter Einfluss der Prüfer vor. Das heißt, die Bewertungsunterschiede innerhalb der Prüfergruppe sind für die einzelnen Merkmalseigenschaften signifikant unterschiedlich.

### 5.2.3.2 Post-Hoc-Test nach TUKEY

Im Anschluss an die Varianzanalyse zeigt der Post-Hoc-Test nach TUKEY welche Proben in einem paarweisen Vergleich voneinander abweichen. Tabelle 5.7 zeigt hierbei alle Probenpaare, die signifikant voneinander abweichen. Diese Auswahl wurde aufgrund der ansonsten sehr großen Datenmenge für eine bessere Übersichtlichkeit vorgenommen.

**Tabelle 5.7: Auflistung der signifikant unterschiedlichen Proben innerhalb der Merkmalsattribute berechnet mit dem Post-Hoc Test nach TUKEY**

Merkmalsattribute	(I)	(J) Wein	Mittlere Differenz (I-J)	Standardfehler	P	95%- Konfidenzintervall	
						Unter- grenze	Ober- grenze
Frisch	AAA	596	1,52941	0,34738	0,003	0,2616	2,7973
		890	1,72172	0,34738	0,000	0,4539	2,9896
		483	1,76018	0,34738	0,000	0,4923	3,0280
		694	1,24370	0,34028	0,049	0,0018	2,4856
		023	1,67227	0,34028	0,000	0,4303	2,9142
		795	1,29864	0,34738	0,037	0,0308	2,5665
		267	1,49095	0,34738	0,005	0,2231	2,7588
		706	1,26275	0,33400	0,033	0,0437	2,4818
	204	1,51275	0,33400	0,002	0,2937	2,7318	
	665	596	1,42857	0,36315	0,019	0,1032	2,7540
		890	1,62088	0,36315	0,002	0,2955	2,9463
		483	1,65934	0,36315	0,002	0,3339	2,9847
		023	1,57143	0,35636	0,003	0,2708	2,8721
		267	1,39011	0,36315	0,028	0,0647	2,7155
204		1,41190	0,35037	0,014	0,1331	2,6907	
Fruchtig-Obstig	AAA	483	1,50226	0,38802	0,024	0,0861	2,9184
		706	1,65098	0,37308	0,003	0,2894	3,0126
		204	1,78431	0,37308	0,001	0,4227	3,1459
	665	204	1,50595	0,39136	0,026	0,0776	2,9343
Alkoholisch-Stechend	AAA	622	1,41290	0,36192	0,021	0,0920	2,7338
		596	1,60520	0,36192	0,003	0,2843	2,9261
		890	2,10520	0,36192	0,000	0,7843	3,4261
		483	2,37443	0,36192	0,000	1,0536	3,6953

Merkmalsattribute	(I)	(J) Wein	Mittlere Differenz (I-J)	Standardfehler	P	95%- Konfidenzintervall	
						Unter- grenze	Ober- grenze
		<b>672</b>	1,57773	0,35452	0,003	0,2839	2,8716
		<b>083</b>	1,68487	0,35452	0,001	0,3910	2,9787
		<b>694</b>	1,89916	0,35452	0,000	0,6053	3,1930
		<b>023</b>	2,11345	0,35452	0,000	0,8196	3,4073
		<b>592</b>	1,37059	0,34798	0,019	0,1006	2,6406
		<b>129</b>	1,47059	0,34798	0,006	0,2006	2,7406
		<b>267</b>	1,77828	0,36192	0,000	0,4574	3,0991
		<b>937</b>	1,75630	0,35452	0,000	0,4624	3,0502
	<b>665</b>	<b>890</b>	1,52747	0,37835	0,013	0,1466	2,9083
		<b>483</b>	1,79670	0,37835	0,001	0,4159	3,1775
		<b>023</b>	1,53571	0,37127	0,009	0,1807	2,8907
	<b>483</b>	<b>822</b>	-1,43956	0,37835	0,030	-2,8204	-0,0587
<b>Adstringierend</b>	<b>008</b>	<b>083</b>	1,61429	0,39853	0,013	0,1598	3,0688
		<b>694</b>	1,54286	0,39853	0,024	0,0884	2,9974
<b>Süß</b>	<b>AAA</b>	<b>890</b>	1,52473	0,40377	0,033	0,0510	2,9985
<b>Vollmundig</b>	<b>AAA</b>	<b>289</b>	1,25452	0,34167	0,047	0,0075	2,5015
		<b>596</b>	1,46606	0,34167	0,005	0,2191	2,7131
		<b>890</b>	1,92760	0,34167	0,000	0,6806	3,1746
		<b>483</b>	1,92760	0,34167	0,000	0,6806	3,1746
		<b>672</b>	1,69958	0,33468	0,000	0,4781	2,9211
		<b>083</b>	1,44958	0,33468	0,004	0,2281	2,6711
		<b>694</b>	1,77101	0,33468	0,000	0,5495	2,9925
		<b>023</b>	1,87815	0,33468	0,000	0,6566	3,0997
		<b>129</b>	1,50196	0,32851	0,002	0,3030	2,7009
		<b>267</b>	1,50452	0,34167	0,003	0,2575	2,7515
		<b>937</b>	2,02101	0,33468	0,000	0,7995	3,2425
<b>Harmonisch</b>	<b>AAA</b>	<b>890</b>	1,69344	0,37642	0,002	0,3196	3,0673
		<b>483</b>	1,63575	0,37642	0,004	0,2619	3,0096
		<b>672</b>	1,84454	0,36872	0,000	0,4988	3,1903
		<b>694</b>	1,70168	0,36872	0,001	0,3559	3,0474

Merkmalsattribute	(I)	(J) Wein	Mittlere Differenz (I-J)	Standardfehler	P	95%- Konfidenzintervall	
						Unter- grenze	Ober- grenze
		<b>023</b>	1,66597	0,36872	0,002	0,3202	3,0117
		<b>129</b>	1,32549	0,36192	0,048	0,0046	2,6464
		<b>267</b>	1,40498	0,37642	0,038	0,0312	2,7788
		<b>937</b>	1,77311	0,36872	0,001	0,4274	3,1188
		<b>706</b>	1,75882	0,36192	0,000	0,4379	3,0797
		<b>204</b>	1,79216	0,36192	0,000	0,4713	3,1131
		<b>008</b>	1,42549	0,36192	0,019	0,1046	2,7464

Für die Attribute „harmonisch“, „vollmundig“ und „süß“ liegen jeweils 2 homogene Untergruppen vor. Bei allen drei Merkmalseigenschaften unterscheidet sich der Ausgangswein AAA von einer Gruppe behandelter Weine. Der signifikante Unterschied beim Süßeindruck drückt sich nur in der Differenz zwischen dem Standard und Probe 890 aus. Das Attribut „adstringierend“ besitzt ebenfalls nur zwei homogene Untergruppen. Im Unterschied zu den schon angeführten Merkmalseigenschaften ist der Ausgangswein nicht abweichend. Probe 008 (10 °C, 12,5 Vol.-% rückgeführt) weicht von den Weinen 083 (30 °C, 3 Vol.-%) und 694 (30 °C, 0,5 Vol.-%) ab. Damit bilden diese drei Proben die Maxima in dieser Merkmalseigenschaft. 3 homogene Untergruppen weisen die Attribute „frisch“ und „fruchtig-obstig“ auf. Neben den signifikanten Unterschieden zwischen dem Ausgangswein zu 9 Proben (frisch) und 3 Proben (fruchtig-obstig), zeigt die Tabelle 5.7, dass sich auch die Probe 665 von anderen Proben signifikant in diesen Merkmalsausprägungen unterscheidet. Bei dieser Probe handelt es sich um eine ebenfalls unbehandelte Weinprobe wie der Standard AAA. Die einzige Merkmalseigenschaft mit insgesamt 4 homogenen Untergruppen stellt das Attribut „alkoholisch-stechend“ dar. Hauptsächlich grenzen sich auch hier die unbehandelten Proben (AAA, 665) von den restlichen Proben ab. Zusätzlich ergab sich ein signifikanter Unterschied für die Proben 483 (30 °C, 6 Vol.-%) und 822 (50 °C, 0,5 Vol.-%).

#### **5.2.4 Hauptkomponentenanalyse (PCA)**

Die PCA dient zur Reduzierung der Variablen und zur Illustration von möglichen Gruppierungen der Weinproben bzw. zur Veranschaulichung der Beziehungen zwischen den Merkmalseigenschaften und den Weinproben [31,63]. Im Folgenden sind die Ergebnisse der PCA dargestellt und erläutert. Tabelle 5.8 zeigt die Korrelationsmatrix der 11 Variablen (Merkmalseigenschaften) der Profilprüfung.

Tabelle 5.8: Korrelationsmatrix der sensorischen Merkmalsattribute

Merkmalsattribute	Frisch	Fruchtig-Obstig	Süßlich	Blumig	Alkoholisch-Stechend	Sauer	Adstringierend	Frisch-Fruchtig	Süß	Vollmundigkeit	Harmonie
<b>Frisch</b>	1	,777(**)	,362	,772(**)	,852(**)	-,269	,331	,637(**)	,620(**)	,765(**)	,710(**)
Signifikanz		,000	,090	,000	,000	,215	,123	,001	,002	,000	,000
<b>Fruchtig-Obstig</b>		1	,722(**)	,659(**)	,624(**)	-,056	,073	,712(**)	,502	,584(**)	,635(**)
Signifikanz			,000	,001	,001	,801	,741	,000	,015	,003	,001
<b>Süßlich</b>			1	,437	,276	,044	-,109	,405	,250	,336	,408
Signifikanz				,037	,203	,843	,622	,055	,251	,117	,053
<b>Blumig</b>				1	,827(**)	-,233	,252	,677(**)	,603(**)	,774(**)	,676(**)
Signifikanz					,000	,285	,247	,000	,002	,000	,000
<b>Alkoholisch-Stechend</b>					1	-,354	,540(**)	,713(**)	,728(**)	,906(**)	,737(**)
Signifikanz						,098	,008	,000	,000	,000	,000
<b>Sauer</b>						1	-,249	-,261	-,528(**)	-,434	-,248
Signifikanz							,252	,229	,010	,039	,253
<b>Adstringierend</b>							1	,125	,330	,487	,060
Signifikanz								,571	,124	,019	,785
<b>Frisch-Fruchtig</b>								1	,741(**)	,725(**)	,751(**)
Signifikanz									,000	,000	,000
<b>Süß</b>									1	,830(**)	,709(**)
Signifikanz										,000	,000
<b>Vollmundigkeit</b>										1	,813(**)
Signifikanz											,000
<b>Harmonie</b>											1
Signifikanz											

\*\* Die Korrelation ist auf dem Niveau von 0,01 (2-seitig) signifikant.

\* Die Korrelation ist auf dem Niveau von 0,05 (2-seitig) signifikant.

Die in der Tabelle 5.8 dargestellten Korrelationswerte sind relativ hoch. Daraus lässt sich schließen, dass die Daten für eine Faktorenanalyse geeignet sind. Außerdem geben sie einen Überblick darüber, welche Merkmalseigenschaften (Variablen) stark bzw. weniger stark miteinander korrelieren. Anhand dieser Matrix lässt sich vermuten, welche Variablen später zu einem Faktor zusammengefasst werden könnten.

Zur konkreten Bestimmung der Faktoren wird als Extraktionsmethode die Hauptkomponentenanalyse angewendet, bei der lineare Kombinationen der Variablen gebildet werden. Die Reduktion der Faktoren zu Hauptkomponenten, auch latente Variablen genannt, geht immer auch mit einem Informationsverlust einher. Tabelle 5.9 zeigt, wie viel Prozent der Varianz durch die gebildeten Hauptkomponenten erklärt werden kann.

**Tabelle 5.9: Erklärte Gesamtvarianz**

Hauptkomponente	Anfängliche Eigenwerte	
	% der Varianz	Kumulierte %
1	69,199	69,199
2	13,069	82,268
3	5,218	87,486
4	3,894	91,380
5	3,629	95,009
6	1,964	96,973
7	1,443	98,416
8	0,655	99,071
9	0,455	99,526
10	0,364	99,890
11	0,110	100,000

Extraktionsmethode: Hauptkomponentenanalyse.

Die gewonnenen Ergebnisse legen nahe, mit 2 Komponenten weiterzuarbeiten, da die dritte Hauptkomponente weniger als 10 % des Gesamtunterschiedes der Proben erklärt und



damit das von KESSLER beschriebenen Kriterium zur Auswahl der Anzahl von Hauptkomponenten nicht erfüllt [69].

Die Hauptkomponentenanalyse wurde mit dem Statistik-Programm „*The Unscrambler*“ durchgeführt. Zu der Ergebnisübersicht gehören die vier Graphiken der Faktorwerte, der Faktorladungen, der Residuen und der erklärten Gesamtvarianz. Bei Faktorwerten und -ladungen bilden die Hauptkomponenten 1 und 2 das Koordinatensystem, den sogenannten Hauptkomponentenraum. In diesem werden die Objekte (Werte) im Falle der Graphik links oben und die Merkmalseigenschaften (Ladungen) rechts oben angeordnet und können so interpretiert werden. Die Graphik links unten, die Residuen, geben Aufschluss über den Einfluss der Objekte (Weine) auf das Modell. Die erklärte Gesamtvarianz (rechts unten) dient der Auswahl der Anzahl an Hauptkomponenten.

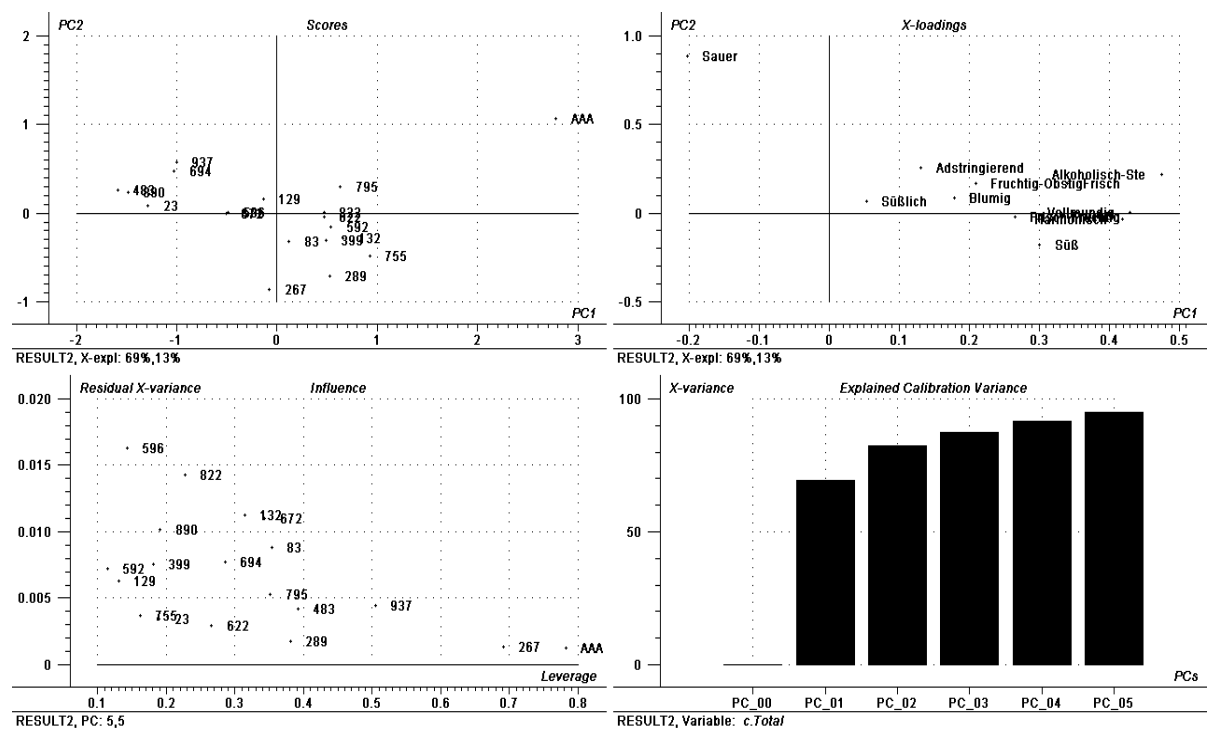


Abbildung 5.9: Gesamtübersicht der Hauptkomponentenanalyse (The Unscrambler)

Die *Scores* sind in Abbildung 5.10 der besseren Übersichtlichkeit wegen noch einmal abgebildet. Weine, die nah beieinander liegen, wurden ähnlich beurteilt. Weine, die weit

auseinander liegen, sind in den sensorischen Untersuchungen sehr unterschiedlich bewertet worden.

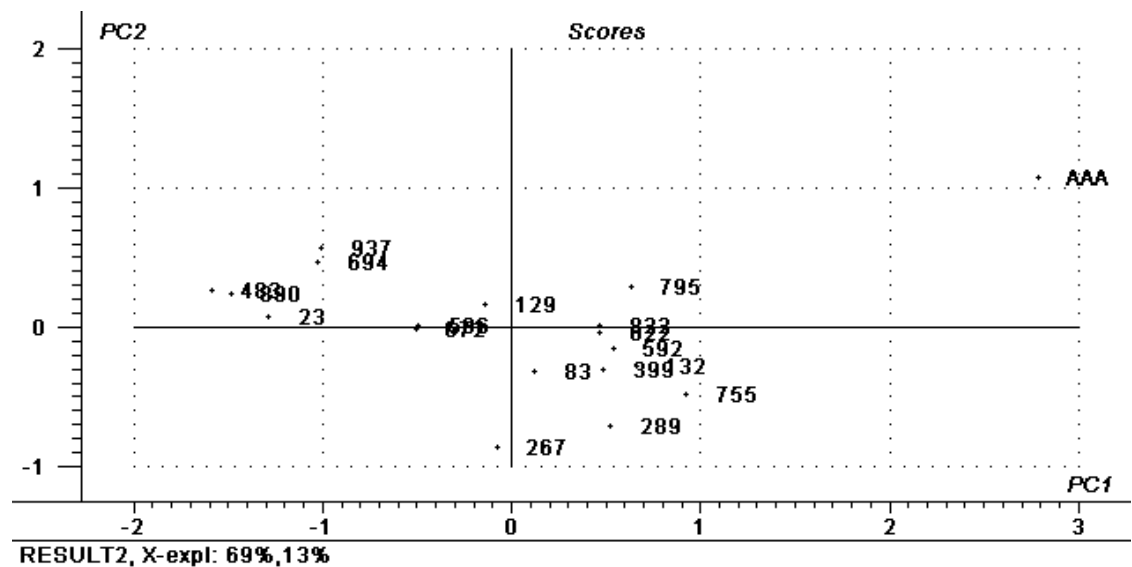


Abbildung 5.10: Die Faktorwerte im Hauptkomponentenraum PC1 gegen PC2

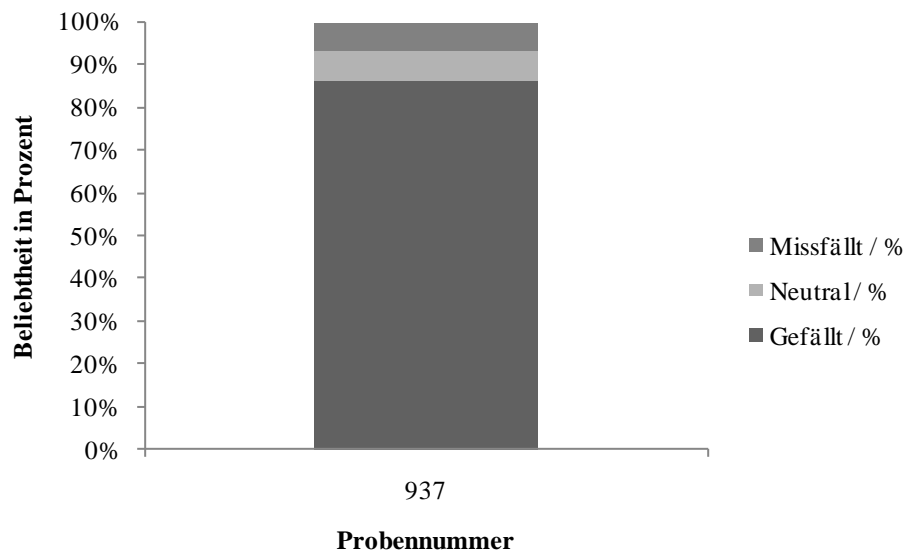
Das Modell der Hauptkomponentenanalyse kann durch die Berücksichtigung von Ausreißern noch verfeinert und erneut ausgerechnet werden. Die visualisierten Ergebnisse der sensorischen Untersuchungen werden dadurch noch besser interpretierbar. Diese Aufschlüsselung und die weitergehenden Erläuterungen finden in der Diskussion unter Punkt 6.3 statt.

### 5.2.5 Beliebtheitstest

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Beliebtheitsprüfungen aufgeführt. Für jede Prüfung sind die Häufigkeitsverteilungen der Beliebtheitsgruppen „Gefällt“ (Skala 6-9), „Neutral“ (Skala 5) und „Missfällt“ (Skala 0-4) und die dazugehörigen Balkendiagramme dargestellt. Tabelle 5.10 führt die Codierung der untersuchten Proben auf und unterteilt in Prozesstemperatur und Ethanolgehalt der Weine.

**Tabelle 5.10: Codierung der Proben für die Beliebtheitsprüfungen**

Probennummer	Behandlungstemperatur / °C	Ethanolgehalt / Vol.-%
937	Unbehandelt	12,5
251	10	6
437	10	3
112	10	0,5
441	30	6
055	30	3
911	30	0,5
271	50	6
743	50	3
420	50	0,5
008	10	12,5
706	30	12,5
204	50	12,5

**Abbildung 5.11: Beliebtheitsprüfung des Ausgangsweins**

Der Ausgangswein wurde vom Prüferpanel als „beliebt“ eingestuft, da der Wein die Kriterien erfüllte, dass über 80% der Bewertungen in der Bewertungsgruppe 6-9 („Gefällt“) und jeweils weniger als 10 Prozent in den beiden anderen Gruppen lagen.

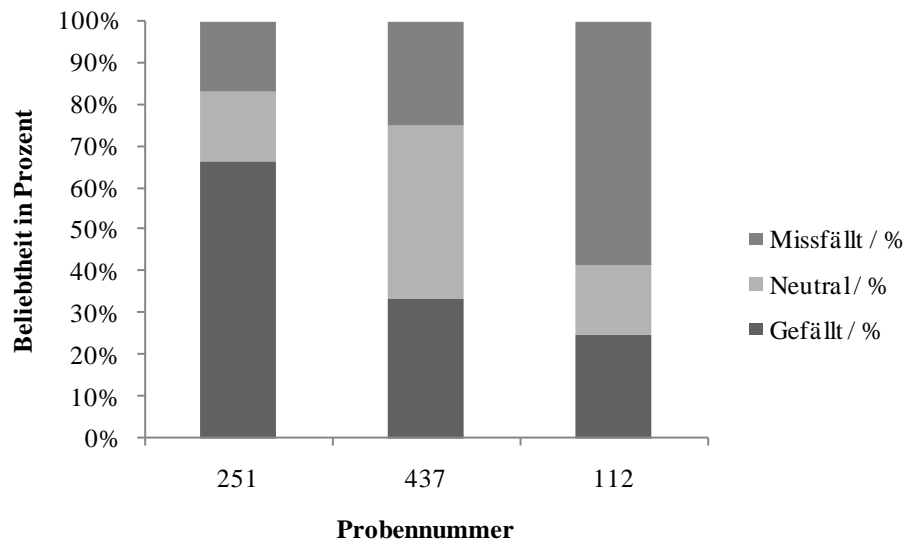


Abbildung 5.12: Beliebtheitsskala für Weine, die bei 10 °C behandelt wurden

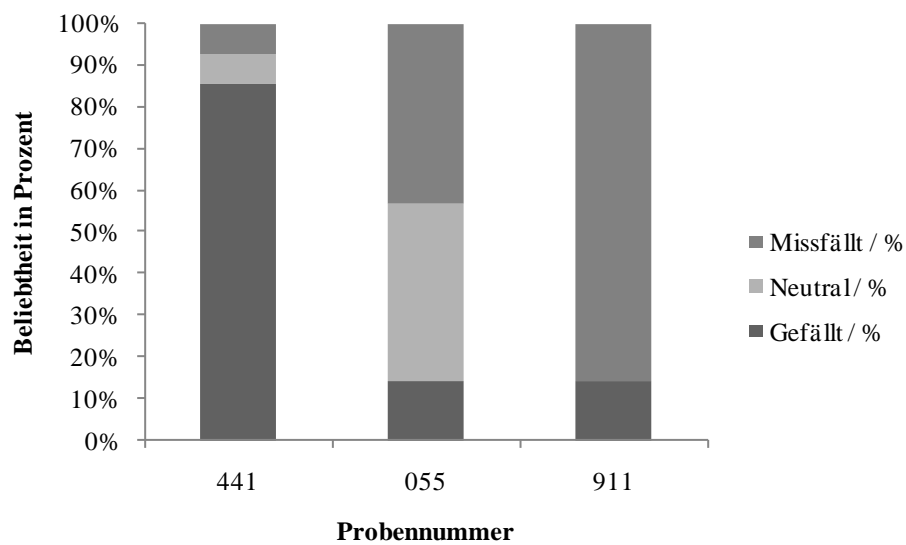


Abbildung 5.13: Beliebtheitsskala für Weine, die bei 30 °C behandelt wurden

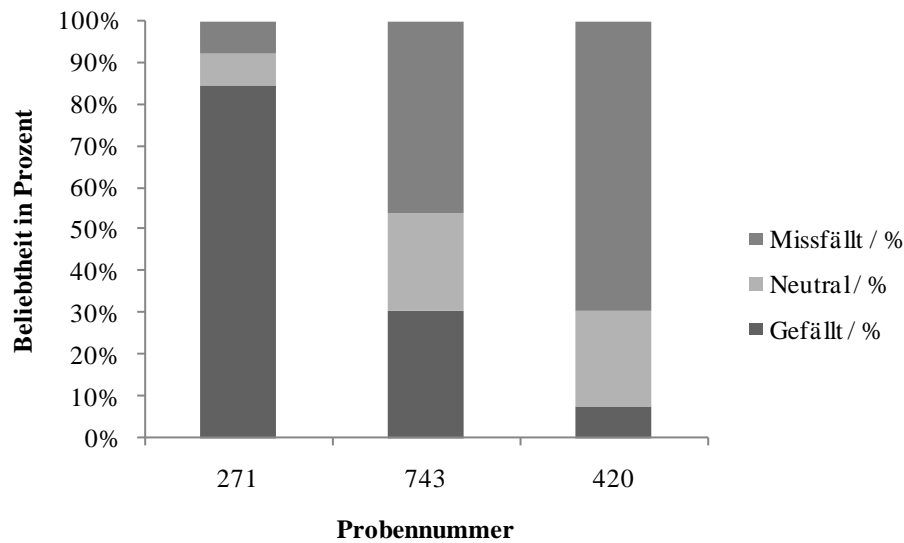


Abbildung 5.14: Beliebtheitsskala für Weine, die bei 50 °C behandelt wurden

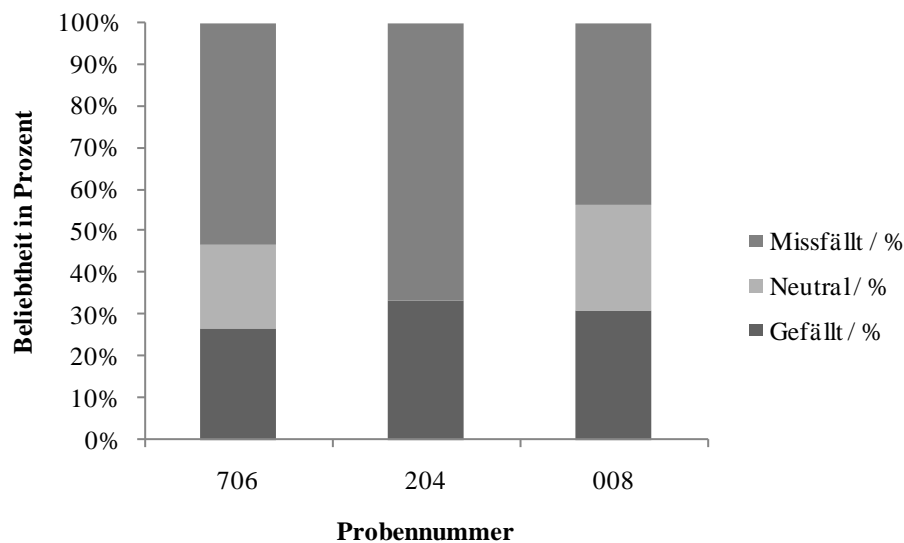


Abbildung 5.15: Beliebtheitsskala für Weine, denen Ethanol zurückgeführt wurde

Die Beliebtheitsprüfung kommt zu dem Ergebnis, dass zwei von den untersuchten Proben die geforderten 80 % der Prüferurteile erreicht haben und folglich als „akzeptiert“ oder „beliebt“ eingestuft werden können. Es handelt sich dabei um die 6 Vol.-% Weine (441 und 271), die bei 30 beziehungsweise 50 °C hergestellt wurden. Probe 251, die ebenfalls 6 Vol.-% Ethanol enthielt und bei 10 °C behandelt wurde, konnte das Beliebtheitskriterium ebenso wenig erfüllen wie die restlichen Weine. Die Proben, die auf 3 Vol.-% Ethanol

reduziert wurden, erzielten bei allen drei Prozesstemperaturen niedrige Werte. Die höchsten Akzeptanzwerte, unter den 3prozentigen Weinen, erhielt Probe 437 (10 °C) mit einem Anteil von 33,33 % in der Kategorie „Gefällt“. Vollständig entalkoholisierte Proben kommen bestenfalls auf 25 % in der Gruppe „Gefällt“ (Probe 112; 10 °C). Bei höheren Behandlungstemperaturen nimmt die Akzeptanz bei den entalkoholisierten Weinen stetig ab. Probe 055 (30 °C) weist noch 14,29 % der Prüferurteile in der höchsten Akzeptanzstufe und Probe 420 (50 °C) lediglich 7,69 % auf. Allgemein kann festgestellt werden, dass mit abnehmender Ethanol- und Aromakonzentration die Akzeptanz der Weine abnimmt. Die Proben, denen Ethanol zurückgeführt wurde, konnten die geforderten 80 % in der Kategorie „Gefällt“ ebenfalls nicht erfüllen. Im schlechtesten Fall, der Probe, die bei 50 °C behandelt wurde (204), wurde der Gesamteindruck mit 66,7 % als „Missfällt“ eingestuft. In Tabelle 5.11 sind die arithmetischen Mittel der Akzeptanzwerte für verkostete Weine aufgelistet, die zusätzlich auch noch gaschromatographisch untersucht wurden. Diese Werte dienen der statistischen Prognosemodellbildung mittels PLS Regression.

**Tabelle 5.11: Beliebtheitskala für Weine, die in das Modell der PLS Regression einfließen, und die dazugehörigen Prozessparameter der Herstellung**

Probe	Prozessparameter			Akzeptanz
	Temperatur/ °C	Feedgeschwindigkeit /mL·min <sup>-1</sup>	Vol.%	
AAA	Unbehandelt			6,28
399	50	300	6	6,15
596	50	300	3	4,46
483	50	300	0,5	3,54
132	30	300	6	6,71
672	30	300	3	4,86
023	30	300	0,5	3,64
592	10	300	6	6,33
129	10	300	3	4,67
267	10	300	0,5	4,33
204	50	300	Rück*	4,27
706	30	300	Rück*	4,13
008	10	300	Rück*	4,80
665	Unbehandelt			6,20

\*Rück steht für die Weine, die mit reinem Ethanol auf die Ausgangskonzentration von 12,5 Vol.-% gebracht wurden

### 5.3 Gaschromatographische Ergebnisse für die verkosteten Weine

Die gezeigten Ergebnisse sind aus den verkosteten Weinen gewonnen worden. Mit den erhobenen Daten können sensorische Untersuchungen verknüpft werden und anschließend mittels linearer Regression gedeutet werden.

**Tabelle 5.12: Konzentrationen der analysierten Aromastoffe für die Korrelation mit den Mittelwerten der Merkmaleigenschaften aus den sensorischen Untersuchungen**

Probe	Isoamylalkohol / ppm	Isoamylacetat / ppm	Ethylhexanoat / ppm	Linalool / ppm
129	87,10	0,22	0,56	1,45
596	45,86	0,51	0,18	1,14
795	74,04	0,64	0,28	1,43
289	96,84	0,55	0,57	1,35
937	9,49	0,00	0,13	1,23
755	127,42	0,49	0,50	1,44
399	82,12	0,37	0,25	1,35
483	8,63	0,74	0,00	0,85
592	148,37	0,36	0,66	1,58
622	66,55	0,38	0,19	1,12
890	11,52	0,01	0,00	0,42
822	122,63	1,62	0,53	1,51
132	127,80	0,67	0,73	1,55
672	57,47	0,57	0,74	1,74
694	8,41	0,02	0,11	1,11
083	53,23	0,30	0,21	1,21
023	8,23	0,01	0,10	1,03
AAA	287,00	3,00	1,00	2,00

### 5.4 Korrelation analytischer und deskriptiv sensorischer Daten

Um die Stärke möglicher Zusammenhänge zwischen den deskriptiv sensorischen und den analytischen Daten zu ermitteln, ist eine Korrelation der Datensätze notwendig. Bei der Untersuchung der Datensätze können einige Korrelationen zwischen den chemisch-analytischen und den deskriptiv-sensorischen Daten festgestellt werden. Die Korrelationskoeffizienten ( $r$ ) nach Pearson sind in der folgenden Tabelle 5.13 aufgelistet.

Tabelle 5.13: Korrelationen der Weinhaltstoffe und den sensorischen Merkmalseigenschaften

		Ethanolgehalt	Isoamylacetat	Ethylhexanoat	Linalool
<b>Frisch</b>	Korrelation	,852(**)	,675(**)	,809(**)	,809(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,000	,002	,000	,000
<b>Fruchtig-Obstig</b>	Korrelation	,690(**)	,630(**)	,634(**)	,697(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,002	,005	,005	,001
<b>Süßlich</b>	Korrelation	,100	,103	-,093	-,027
	Signifikanz (2-seitig)	,693	,685	,713	,915
<b>Blumig</b>	Korrelation	,713(**)	,681(**)	,498	,658(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,001	,002	,035	,003
<b>Alkoholisch- Stechend</b>	Korrelation	,915(**)	,790(**)	,761(**)	,785(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,000	,000	,000	,000
<b>Sauer</b>	Korrelation	-,590(**)	-,040	-,452	-,374
	Signifikanz (2-seitig)	,010	,874	,060	,126
<b>Adstringierend</b>	Korrelation	,595(**)	,696(**)	,553	,475
	Signifikanz (2-seitig)	,009	,001	,017	,047
<b>Frisch-Fruchtig</b>	Korrelation	,862(**)	,717(**)	,765(**)	,771(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,000	,001	,000	,000
<b>Süß</b>	Korrelation	,811(**)	,525	,711(**)	,750(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,000	,025	,001	,000
<b>Vollmundigkeit</b>	Korrelation	,913(**)	,695(**)	,687(**)	,684(**)
	Signifikanz (2-seitig)	,000	,001	,002	,002
<b>Harmonie</b>	Korrelation	,808(**)	,625(**)	,566	,578
	Signifikanz (2-seitig)	,000	,006	,014	,012

\*\* Die Korrelation ist auf dem Niveau von 0,01 (2-seitig) signifikant.

\* Die Korrelation ist auf dem Niveau von 0,05 (2-seitig) signifikant.

a Listenweise N=18

Die Tabelle 5.13 zeigt, dass Ethanol am stärksten mit den Attributen „Vollmundigkeit“ und „alkoholisch-stechend“ korreliert ist. Außerdem trägt der Ethanolgehalt in dieser Matrix stark zu den Eindrücken der „Harmonie“, „frisch-fruchtig“ und „frisch“ bei. Negativ ist die Ethanolkonzentration mit der Merkmalseigenschaft „sauer“ korreliert.

Linalool lässt sich über den Korrelationskoeffizienten wie erwünscht mit der Eigenschaft „blumig“ verbinden. Darüber hinaus besteht für Linalool auch ein starker Zusammenhang



zu „frisch“, „fruchtig-obstig“ und „frisch-fruchtig“. Beide untersuchte Ester können mit den erwarteten Attributen „frisch“, „fruchtig-obstig“ und „frisch-fruchtig“ verbunden werden.

Von allen Attributen besteht nur für „süßlich“ überhaupt kein signifikanter Zusammenhang zu den analysierten Substanzen. Der Sauereindruck ist allein mit Ethanol verknüpft.

## 6 Diskussion

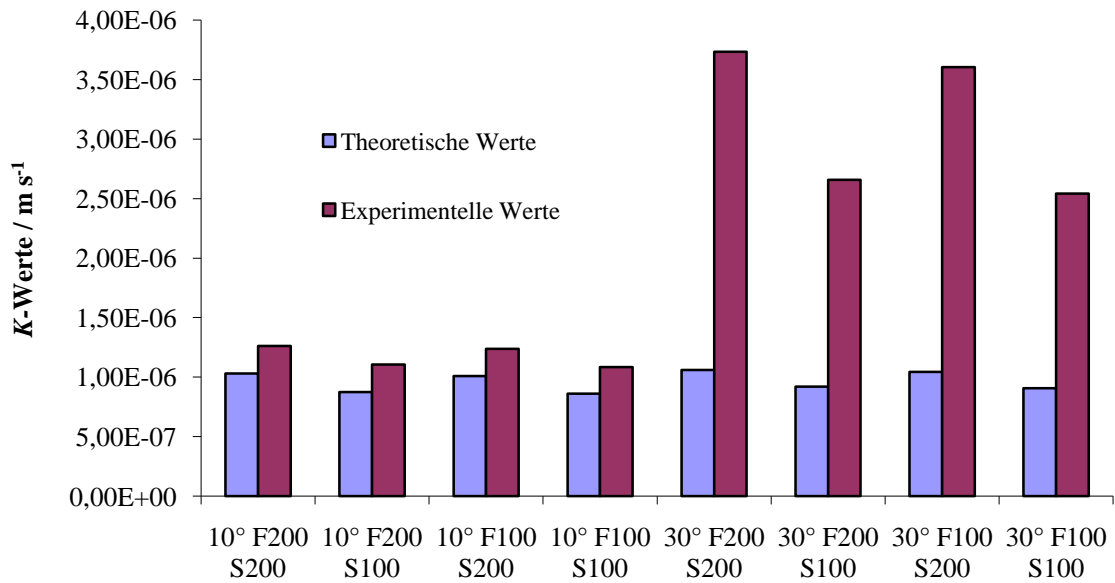
Im Laufe der Diskussion soll die Frage beantwortet werden, ob mit Hilfe der Osmotischen Destillation ein vom Verbraucher akzeptierter Wein hergestellt werden kann. Zur Beantwortung dieser zentralen Frage spielen verfahrenstechnische Überlegungen eine übergeordnete Rolle. Im ersten Teil der Diskussion sollen die Einflüsse der Prozessparameter auf die Stoffströme diskutiert und mit den bisherigen Erkenntnissen der Literatur abgeglichen werden. Durch veränderte Stoffströme kommt es automatisch zu unterschiedlich konstituierten Produkten. Im zweiten Teil der Diskussion werden die Auswirkungen des Prozesses auf die Produktqualität erörtert. Dazu wird mittels statistischer Auswertungen auch definiert, welche Attribute positiv zur Produktqualität beitragen und wie diese Attribute sich im Verlauf des Prozesses verändern. Darauf aufbauend können die Merkmalseigenschaften der verkosteten Weine mit der sensorischen Akzeptanz korreliert und als Modell dargestellt werden. Somit können nicht nur Aussagen über die untersuchten Weine getroffen werden, sondern Anforderungen an die Produktgruppe der teilweise oder vollständig entalkoholisierten Weine formuliert werden.

### *6.1 Vergleich der theoretischen mit den experimentellen Daten*

Die Retention von Aromakomponenten im Endprodukt könnte von übergeordneter Wichtigkeit für die Produktqualität sein. Der Verbleib dieser wertgebenden Komponenten ist von vielen Prozessparametern abhängig. Im Idealfall können die Konzentrationsverläufe der einzelnen Komponenten durch ein mathematisches Modell beschrieben werden. Dies würde zu einer Vereinfachung und Reduktion der experimentellen Arbeit führen und einen Beitrag zur Klärung der signifikanten Prozessparameter im Bezug auf den Stofftransport leisten. In der Literatur finden sich hierzu uneinheitliche bis widersprüchliche Angaben. BRODARD spricht davon, dass während der Osmotischen Destillation die Diffusionsmechanismen überwiegen und die Transportwiderstände in der Flüssigkeit vernachlässigbar sind [23]. BOI hingegen konstatiert, dass die Widerstände in den wässrigen Phasen sich ebenfalls auf den Stofftransport auswirken [22]. Die gängige Vorgehensweise in der Literatur zur Beschreibung der Stoffströme ist eine Annäherung über eine Dimensionsanalyse, die hydrodynamische und physiko-chemische Größen des Separationsprozesses berücksichtigt. Bei dem Abgleich der theoretischen und

experimentellen Daten soll eine möglichst hohe Übereinstimmung der Stofftransportkoeffizienten erzielt werden. Würden sich die experimentellen Daten mit dem in Kapitel 2.2.2 erklärten Modell beschreiben lassen, könnten für die unterschiedlichen Prozessparameterkombinationen die Konzentrationen der Inhaltsstoffe im Endprodukt vorausgesagt werden. Dies hätte Zeit- und Kostenvorteile für die Optimierung und Weiterentwicklung des Prozesses zur Folge. Ebenfalls könnten in Verbindung mit den sensorischen Tests theoretische Überlegungen über funktionale Zusammenhänge zwischen Aromastoffgehalten, Ethanolkonzentrationen und der Produktakzeptanz vorgenommen werden.

Der Abgleich der experimentellen Versuche mit den Ergebnissen, die aus der Verwendung der dimensionslosen Kenngrößen gewonnen wurden, ergab jedoch keine gute Übereinstimmung. Zwar deckten sich die theoretischen *K-Werte* für Ethanol bei 10 °C zu einem hohen Teil mit den experimentell ermittelten Daten. Das Modell verliert jedoch schon bei den 30 °C-Proben seine Gültigkeit. Die Abbildung 6.1 zeigt, dass die experimentellen Werte weit über den theoretischen liegen. Außerdem ist zu erkennen, dass sich die theoretischen Werte zwischen 10 °C und 30 °C kaum voneinander unterscheiden. Dies zeigt, dass die Temperatur in diesem Modell nicht genügend als Faktor einfließt, obwohl sie in den Modellberechnungen berücksichtigt wird, insbesondere bei den Diffusionskoeffizienten der gelösten Substanzen im flüssigen und gasförmigen Medium. Trotzdem scheint es, dass die Einflüsse der hydrodynamischen Eigenschaften der Feed- und noch mehr der Striplösung stärker im Modell bewertet wird als der Temperatureffekt. Diese Erkenntnis würde eher die Aussage von BRODARD stützen, der dem Diffusionsmechanismus und somit viel stärker der Temperatur einen signifikanten Einfluss auf das Stofftransportverhalten während der Osmotischen Destillation zuschreibt als dem Effekt der Umlaufgeschwindigkeit.



**Abbildung 6.1: Vergleich der theoretischen und empirischen  $K$ -Werte für Ethanol**

Die Diskrepanz der theoretischen und experimentellen Werte kann aber auch an anderen in den mathematischen Modellen enthaltenen Variablen liegen wie auch NAGARAJ in seinen Versuchen erwähnt [86]. Die Membrancharakteristika wie Porengröße, Tortuosität oder Membrandicke, von denen ROMERO schreibt, dass ein detailliertes Wissen dieser Parameter zur Modellierung vorhanden sein muss [98], wurden laut Herstellerangaben in die Gleichungen eingefügt. Interessanterweise ergaben Untersuchungen von COUREL, dass die Angaben von Herstellern über diese charakteristischen und für die Modellierung unabkömmlichen Parameter sich von den eigens erzielten Ergebnissen unterscheiden [37]. Auch GRUYTA spricht von einer großen Diskrepanz bei den in der Literatur gemessenen Permeatflüssen, was er mit der großen Abhängigkeit des Flux vom Moduldesign und von den Prozessparametern erklärt. Als Beispiele führt GRUYTA die Veröffentlichungen von KUNZ, ALI und COUREL [3,35,36,75] an und auch LIPNIZKI bemängelt die widersprüchlichen Erkenntnisse über den Einfluss verschiedener Faktoren auf den Stofftransport [81]. Diese Argumente aus der Literatur legen nahe, dass auf dem Gebiet der Stofftransportmodellierung weitere Untersuchungen durchgeführt werden müssen. Dies gilt vor allem im Bereich der Membrancharakterisierung, was außerhalb der Möglichkeiten dieser Arbeit lag, und des Einflusses der hydrodynamischen Eigenschaften im System und an den Grenzschichten zur Membran.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde aufgrund der aufgeführten Argumente davon abgesehen, das Modell weiterzuentwickeln. Insbesondere auch deswegen, weil Modelle immer das übergeordnete Ziel haben sollten, die vorliegenden Ergebnisse auf andere Versuchsdesigns übertragbar zu machen. Daher wurden die Stofftransportkoeffizienten mit der nicht-linearen Anpassung für die Beschreibung der Konzentrationsverläufe während des Prozesses experimentell ermittelt. Die so gewonnenen Ergebnisse werden im Folgenden für den hier gewählten speziellen Versuchsaufbau eines Hohlfasermembranmoduls diskutiert.

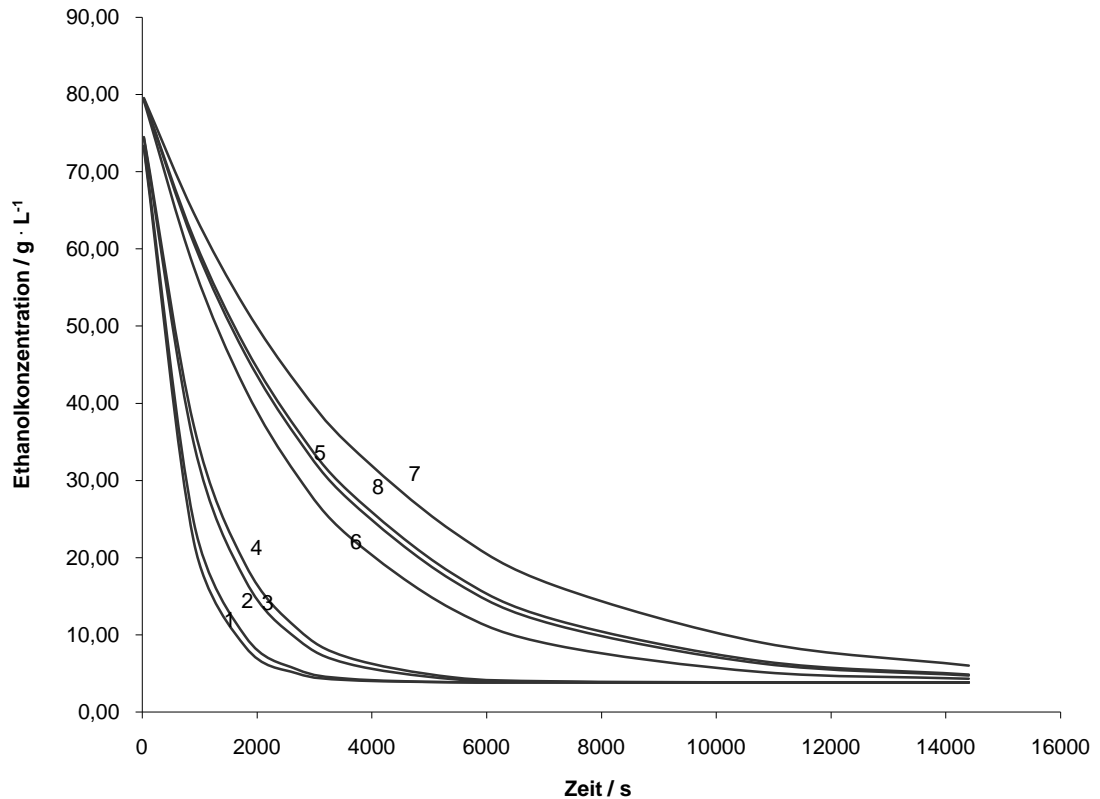
## ***6.2 Einfluss der Prozessparameter auf die Abtrennkinetik***

### **6.2.1 Einfluss der Prozessparameter auf die Ethanolanreicherung**

Ausgehend von den aus der Modellierung gewonnenen Erkenntnissen sollte in einem nächsten Schritt untersucht werden, ob und in welchem Umfang sich die Faktoren Temperatur und die Umlaufgeschwindigkeiten der Feed- und Striplösung auf die Abtrennung der Substanzen im Modellwein auswirken. Im Bezug auf Ethanol sollte ein möglichst großer Flux erreicht werden. Damit die Osmotische Destillation mit konventionellen Prozessen nicht nur aufgrund der schonenden Produktbehandlung sondern auch in Bezug auf die Durchsätze wettbewerbsfähig wird, fordert ROMERO, dass Anstrengungen unternommen werden müssen, die Verfahrensbedingungen so zu optimieren, dass eine Maximierung des Fluxes erreicht wird [98]. Da es, wie auch von COUREL in Untersuchungen festgestellt [35], jedoch nicht einfach ist, den Beitrag jedes einzelnen Parameters auf den Flux zu trennen, wurde in dieser Arbeit ein faktorieller Versuchsplan aufgestellt. Dieser ermöglicht durch eine Varianzanalyse die Schlussfolgerung, ob die einzelnen getesteten Faktoren Einfluss auf die Abtrennkinetik haben und darüber hinaus, ob auch interfaktorielle Wechselwirkungen existieren.

Alle acht Konzentrationsverläufe von Ethanol sind in Abbildung 6.2 zu sehen. Es ist zu erkennen, dass die Versuche bei gleicher Temperatur und bei gleich schnell geführter Striplösung (1,2; 3,4; 5,6; 7,8) sich in ihren Verläufen nur minimal unterscheiden. Dies bedeutet, dass die Umlaufgeschwindigkeit des Feeds keinen Einfluss auf die Ethanolabtrennung nimmt. Hingegen wirken sich die Temperatur als auch die Umlaufgeschwindigkeit der Striplösung im Mantelraum des Membrankontaktors auf die

Abtrennkinetik für Ethanol aus. Mit dieser Erkenntnis lässt sich festhalten, dass die Umlaufgeschwindigkeit bei der Herstellung von entalkoholisiertem Wein aus prozesstechnischer Sicht berücksichtigt werden muss. Den Einfluss der Temperatur erkennt man ebenfalls an der Gruppenbildung (1-4) und (5-8) in Abbildung 6.2.



**Abbildung 6.2: Konzentrationsverläufe für Ethanol: T50 °C, S300 (1,2); T50 °C, S100 (3,4); T10 °C, S300 (5,6); T10 °C, S100 (7,8)**

Die visuell erkennbaren Tendenzen werden durch die statistische Auswertung des faktoriellen Versuchsplans bestätigt. Diese kommt zu dem Ergebnis, dass ein signifikanter Einfluss der Variablen Temperatur und Umlaufgeschwindigkeit der Striplösung auf die Abtrennung von Ethanol aus dem Modellwein existiert (Tabelle 6.1). Es ist zu entnehmen, dass die beiden oben genannten Faktoren auch noch in einer Wechselwirkung (AC) zueinander stehen, die sich signifikant auf die Abtrennung von Ethanol auswirkt. Da aus wirtschaftlicher Sicht das Interesse besteht, Produktionsabläufe zeitlich zu minimieren, spielt der synergistische Effekt unter verfahrenstechnischen und ökonomischen Gesichtspunkten eine wichtige Rolle.

**Tabelle 6.1: ANOVA Ergebnisse des faktoriellen Versuchsplans für den Stofftransportkoeffizienten  $K_{ethanol}$**

Zielgröße:  $K_{Ethanol}$

Quelle	Summe der Abweichungs-Quadrate	Freiheits-Grade	Mittleres Abweichungs-quadrat	F-Wert	Prob > F	Signifikant
Modell	2,30E-11	3	7,67E-12	136,912735	0.0002	ja
A	1,90E-11	1	1,90E-11	339,240101	< 0.0001	ja
C	2,53E-12	1	2,53E-12	45,1547978	0.0026	ja
AC	1,48E-12	1	1,48E-12	26,3433053	0.0068	ja
Residual	2,24E-13	4	5,60E-14			

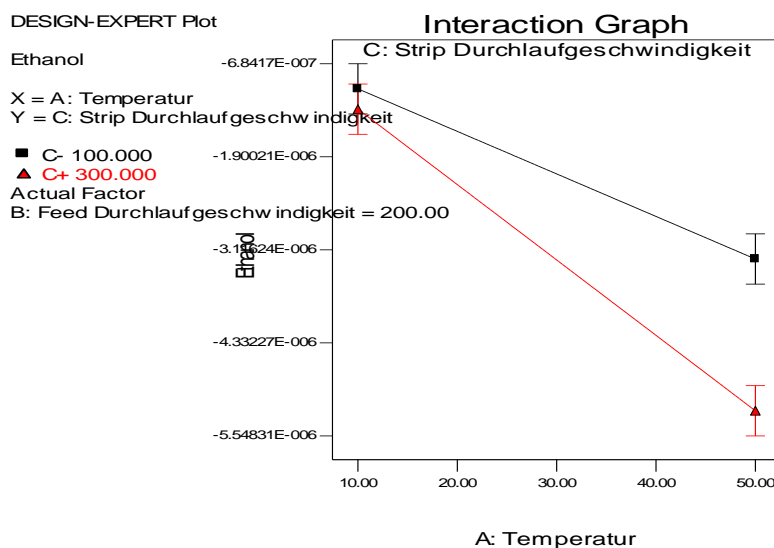
mit:

A = Temperatur

C= Stripgeschwindigkeit

AC= Wechselwirkung zwischen Temperatur und Stripgeschwindigkeit

Die Synergien der Einflussgrößen lassen sich noch besser in Abbildung 6.3 erkennen. Bei hohen Temperaturen und hohen Umlaufgeschwindigkeiten (rote Linie) ist der Stofftransport überproportional höher als bei niedriger Umlaufgeschwindigkeit und hoher Temperatur (schwarze Linie). Die negative Steigung der Geraden ergibt sich durch die Darstellung von negativen Stofftransportkoeffizienten. Dies tritt auf, da es sich um eine Abreicherung des Ethanol und folglich um einen negativen Flux handelt.



**Abbildung 6.3: Wechselwirkungen der Faktoren Temperatur und Umlaufgeschwindigkeit (Strip)**

In Tabelle 6.2 sind die ermittelten statistischen Kenngrößen aufgelistet. Das Modell beschreibt demnach einen sehr hohen funktionalen Zusammenhang zwischen den als signifikant ermittelten Prozessvariablen und der Zielgröße  $K$ .

**Tabelle 6.2: Güte des Modells**

<b>Standardabweichung</b>	2,37E-07	<b>R<sup>2</sup></b>	0,9904
<b>Mittelwert</b>	-2,69E-06 m · s <sup>-1</sup>	<b>korrigiertes R<sup>2</sup></b>	0,9831
		<b>prognostiziertes R<sup>2</sup></b>	0,9614

Die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse stimmen demnach mit denen von BOI überein, der ebenfalls eine Erhöhung des Fluxes durch eine Steigerung der Umlaufgeschwindigkeit feststellen konnte [22]. Dieses wird als Indiz dafür gewertet, dass sowohl die Transportwiderstände in der Flüssigkeit als auch in der Gasphase eine Rolle spielen [22]. In den Studien von COUREL verdoppelte sich der Permeatstrom bei einer Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit von 0,2 m·s<sup>-1</sup> auf 1,7 m·s<sup>-1</sup>, wobei sich ein Maximum des Stofftransportes vor der maximalen Umlaufgeschwindigkeit einstellte [36]. Dieses Plateau, auf das sich der Stoffstrom eingestellt hat, spricht dafür, dass die erzeugte Turbulenz den nachteiligen Effekt der Konzentrationspolarisation bis zu einem gewissen Grad mindert. Eine höhere Umlaufgeschwindigkeit der Striplösung bewirkt einen höheren Scherstress auf der Kondensationsseite der Membran. In der erhöhten Reynoldszahl sieht auch DRIOLI einen verringerten Transportwiderstand in der Flüssigkeit begründet [44], indem die Dicke der Grenzschicht in der Nähe der Membran reduziert wird. Für den in dieser Arbeit verwendeten Versuchsaufbau bedeutet dies, dass bei den Separationsvorgängen das Phänomen der Konzentrationspolarisation eingetreten ist. Dies steht in guter Übereinstimmung mit anderen Veröffentlichungen im Bereich der Osmotischen Destillation zur Aufkonzentrierung von Fruchtsäften, bei denen die Konzentrationspolarisation ebenfalls eine wichtige Rolle spielte [29,35,86], speziell auf der Extraktionsseite [61]. Im Gegensatz zu den Untersuchungen von COUREL konnte hier aber kein Maximum erreicht werden. Wie es scheint, könnten durch eine weitere Erhöhung der Umlaufgeschwindigkeit noch bessere Flussraten für Ethanol erzielt werden, was aber durch das Ausschöpfen der Pumpleistung nicht weiter untersucht werden konnte. Für eine industrielle Anwendung ist dieser Aspekt allerdings nicht zu vernachlässigen. Es gilt das



Optimum für das Verhältnis für Temperatur und Umlaufgeschwindigkeit zu ermitteln. Nur mit dem bekannten Optimum kann die Abtrennkinetik für Ethanol maximiert und die Prozessdauer folglich minimiert werden.

Im Gegensatz zu der Stripseite hatte die Feedseite keinen signifikanten Einfluss auf die Abtrennung des Ethanols aus dem Modellwein. Hierfür dürfte die Begründung ebenfalls in den hydrodynamischen Eigenschaften des in den Fasern geführten Fluides liegen. Durch die sehr geringen Faserdurchmesser von lediglich 600  $\mu\text{m}$  wird durch die erhöhte Umlaufgeschwindigkeit keine Turbulenz erzeugt. Die Feedlösung wird immer laminar durch die Faser gepumpt, weswegen sich keine signifikante Änderung des Stofftransportes ergibt. Da es zu keiner signifikanten Änderung des Stofftransports von Ethanol kommt, können mit einer relativ geringen Pumpleistung auf der Feedseite Energiekosten bei der industriellen Herstellung von entalkoholisierem Wein eingespart werden und damit das Produkt kostengünstiger hergestellt werden. Durch geringere Produktionskosten können die Produkte entweder günstiger auf dem Markt gebracht werden, womit ein Kaufanreiz gesetzt werden kann, oder es kann eine höhere Gewinnmarge mit dem Produkt erzielt werden.

Den größten Effekt auf die Stofftransportkinetik hatte bei den Versuchen jedoch die Temperatur, die in vielfacher Weise Einfluss auf das System nimmt. Zum einen nimmt die Temperatur Einfluss auf den Dampfdruck der Komponenten in der Lösung und somit direkt auf den Gradienten des Prozesses, zum anderen nimmt die Viskosität des Fluides ab und die Diffusionskoeffizienten der Komponenten erhöhen sich [36]. Dieses Ergebnis entspricht den vorherigen Erwartungen. Inwieweit sich die Temperatur und gegebenenfalls die Umlaufgeschwindigkeiten jedoch auf die einzelnen Komponenten in der Mischung unterschiedlich stark auswirken und damit die Voraussetzung für veränderte Selektivitäten bei variierten Parametern wird im folgenden Punkt diskutiert. Denn eine alleinige Maximierung der Ethanolabtrennung führt bei der Herstellung von entalkoholisierem Wein sehr wahrscheinlich nicht zum optimalen Endprodukt. Vielmehr kommt es darauf an, die beste Kombination für ein optimales Verhältnis von Ethanolabtrennung und Aromaretention zu finden.

### 6.2.2 Einfluss der Prozessparameter auf die Aromastoffanreicherung

Für die Aromastoffanreicherung werden ähnliche Effekte erwartet wie für die Ethanolanreicherung. Analog zu den Ethanolwerten wurden auch für sieben Aromakomponenten die Prozessparameter auf ihren signifikanten Einfluss bezüglich der Stofftransportkoeffizienten untersucht. Bei den Substanzen handelt es sich um relevante im Wein vorkommende aromawirksame Komponenten verschiedener Substanzklassen. Ethylhexanoat, Hexylacetat und Isoamylacetat sind aus der Gruppe der Ester, Pentanol und Isoamylalkohol sind höhere Alkohole, Benzaldehyd ist ein Aldehyd und Linalool ein Monoterpen. Wünschenswerterweise nähmen die Aromastoffkonzentrationen langsamer ab als die Ethanolkonzentrationen.

Unter den gewählten Bedingungen des Versuchsdesigns kann festgestellt werden, dass die Konzentrationen der Aromasubstanzen unterschiedlich schnell abnehmen. Für alle Substanzen kann mittels der Varianzanalyse des Programms *Design Expert* ein signifikanter Einfluss der Temperatur auf die Abtrennkinetik gezeigt werden. Die ermittelten Modelle zur Berechnung des Stofftransports zeigen ein gutes bis sehr gutes Bestimmtheitsmaß für den funktionalen Zusammenhang zwischen der Temperatur und den jeweiligen Stofftransportkoeffizienten (Tabelle 6.3). Die Güte des aus der ANOVA hervorgegangenen Modells zur Beschreibung der Veränderungen des Stofftransports gewährleistet für die ermittelten K-Werte eine gute Aussagekraft insbesondere über die Bewertung der Selektivität.

**Tabelle 6.3: Statistische Auswertung des faktoriellen Versuchsplans für die Aromakomponenten für den Faktor Temperatur und die Zielgröße Stofftransportkoeffizient  $K$**

	Ethyl- hexanoat	Hexyl- acetat	Isoamyl- Acetat	Isoamyl- Alkohol	Benz- aldehyd	Pentanol	Linalool
<b>Prob &gt; F</b>	0,0005	0,0007	0,0087	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001	< 0,0001
<b>Mittelwert</b>	-5,10E-06	-5,00E-06	-4,97E-06	-3,88E-06	-3,83E-06	-3,72E-06	-2,96E-06
<b>Standardabweichung</b>	8,89E-07	8,91E-07	1,11E-06	6,14E-07	6,31E-07	5,80E-07	5,14E-07
<b>R<sup>2</sup></b>	0,8863	0,8727	0,7097	0,9520	0,9426	0,9553	0,9532

Allen Aromakomponenten ist gemein, dass im Gegensatz zu Ethanol die Umlaufgeschwindigkeit keinen signifikanten Einfluss auf den Stofftransport nimmt, obwohl die Argumente, die für Ethanol gelten, nämlich der erhöhte konvektive Abtransport und eine verringerte Grenzschichtdicke auf der Extraktionsseite auch für die

Aromakomponenten gelten müssten. Das wiederum lässt darauf schließen, dass es einen weiteren Effekt der Aromaabreicherung im System geben muss, der für das Ethanol nicht zutrifft, jedoch ebenfalls von der Temperatur mit beeinflusst wird. Ansonsten wären die guten statistischen Kennzahlen mit der hohen Korrelation für die Temperatur und die Transferrate nicht zu erklären. In Tabelle 6.4 wurden die sieben Substanzen in die Reihenfolge der Abtrenngeschwindigkeit gebracht, gemessen an dem mittleren Stofftransportkoeffizienten der acht ausgeführten Versuche des faktoriellen Versuchsplans wie sie Tabelle 6.3 zu entnehmen sind. Des Weiteren enthält die Tabelle 6.4 die Unterteilung in die Substanzklassen sowie die chemischen und physikalischen Parameter Molmasse, Siedepunkt und Löslichkeit in Wasser bei 20 °C. Nicht zu erwarten war, dass die Substanzen mit den niedrigsten Siedepunkten (Pentanol und Isoamylalkohol) und den somit auch höchsten Dampfdrücken über der wässrigen Lösung nicht die höchsten Transferraten besitzen. Von den Substanzen verringern sich die Konzentrationen der drei Ester am schnellsten.

**Tabelle 6.4: Physikochemische Merkmale der untersuchten Substanzen**

Substanz	Ethyl-Hexanoat	Hexyl-acetat	Isoamyl-acetat	Isoamyl-alkohol	Benz-aldehyd	Pentanol	Linalool
<b>Substanzklasse</b>	Ester	Ester	Ester	Alkohol	Aldehyd	Alkohol	Monoterpen
<b>Molmasse</b>	144,21	144,21	130,18	88,15	106,12	88,15	154,25
<b>Siedepunkt</b>	168	170	142	130	179	136	199
<b>Löslichkeit in Wasser bei 20 °C / g.L-1</b>	Unlöslich	0,4	2,12	25	3,3	22	1,45

Anhand der tabellarischen Daten ist zu vermuten, dass die Hydrophobizität, gemessen an der Löslichkeit in Wasser, ebenfalls einen Einfluss auf die Kinetik des Prozesses nimmt. Zum einen erhöht eine schlechte Löslichkeit in einem Medium den Dampfdruck der Substanz über selbigem. Anfänglich sind die Ester in dem Ethanol-Wasser-Gemisch noch gut löslich, mit fortschreitender Prozessdauer verringert sich die Löslichkeit zusehends und der Dampfdruckgradient steigt für die Substanzen. Zum anderen kann es zu Wechselwirkungen der Aromakomponenten mit dem hydrophoben Membranmaterial Polypropylen kommen. Dies wurde ebenfalls in den Untersuchungen von ALI hervorgehoben. Dieser Effekt wurde jedoch unterbunden, indem vor jedem Versuch die Membran konditioniert wurde. ALI berichtet von einer erfolgreichen Gegenmaßnahme, indem eine Sättigung der Membran mit den Aromakomponenten durch einstündiges Zirkulieren der Feed- und Striplösungen erreicht wird. Da sich diese Maßnahme in den durchgeführten Experimenten ebenfalls nicht als wirksam erwies, muss angenommen werden, dass sich ein kontinuierlicher Gradient für die Aromakomponenten durch das Schlauchmaterial (Teflon) oder das Modulgehäuse (Polycarbonat) eingestellt hat. Dies würde erklären, warum die Abtrennkinetik so stark von der Temperatur abhängt. Die Absorptions- und Diffusionsvorgänge am Schlauchmaterial oder Modulgehäuse sind ebenfalls temperaturabhängig. Eine anderweitige Undichtigkeit des Systems kann ausgeschlossen werden, da die Massenbilanzen für Ethanol über alle Versuche hinweg konstant geblieben sind. Das heißt, die Gesamtmasse des Ethanols im System änderte sich nicht über die Zeit. Für eine Umsetzung des Verfahrens in ein Scale-up oder in industrielle Anwendungen müssen die verwendeten Schlauchmaterialien hinsichtlich ihrer adsorptiven Eigenschaften untersucht und optimiert werden. Im Idealfall werden Materialien eingesetzt, die keinerlei Wechselwirkungen zu dem Wein und seinen Inhaltsstoffen

aufweisen. In den Versuchen dieser Arbeit war durch die Verwendung von Schlauchpumpen der Einsatz von elastischen Materialien notwendig.

Die festgestellte Tatsache, dass innerhalb des untersuchten Versuchsaufbaus für Ethanol und die Aromakomponenten unterschiedliche Einflussfaktoren beobachtet werden konnten, lässt einen Einfluss auf die Selektivität des Prozesses vermuten. Dieser wird im folgenden Punkt diskutiert.

### 6.2.3 Einfluss der Prozessparameter auf die Selektivität des Prozesses

Zur Ermittlung der optimalen Parametereinstellungen im Bezug auf die Selektivität des Prozesses wurde der faktorielle Versuchsplan zu einem *Response-Surface-Design* ausgebaut. Dieser enthielt mittlere Faktorstufen für die Temperatur (30 °C) und die Umlaufgeschwindigkeit des Strips (200 mL · min<sup>-1</sup>). Die Umlaufgeschwindigkeit der Feedlösung wurde als Faktor aus dem Plan genommen, da sich diese als nicht signifikant gezeigt hat. Mit der Hinzunahme dieser Faktorstufen sollten mögliche nicht-lineare funktionale Zusammenhänge im Messbereich erfasst werden und eine Optimierung für die Selektivität vorgenommen werden.

Die Selektivität von Entalkoholisierungsprozessen wurde in vorherigen Studien [92] bemängelt, da sich ein hoher Verlust an aromawirksamen Substanzen aus dem Wein negativ auf die Qualität auswirkt. Eine bessere Selektivität stellt demnach im besonderen Maße eine entscheidende Beurteilungsgröße für die Eignung der Osmotischen Destillation zur Entalkoholisierung von Wein dar. Um diese Größe beeinflussen zu können, muss sichergestellt werden, dass Ethanol im Vergleich zu den Aromastoffen schneller abgetrennt wird. Eine Veränderung der Selektivität ergibt sich nur, wenn sich die veränderten Prozessparameter in unterschiedlicher Weise auf die Abtrenngeschwindigkeit des Ethanols im Verhältnis zu den Aromasubstanzen auswirken.

Dass die Prozessparameter und der Versuchsaufbau der Osmotischen Destillation die Selektivität, also den Koeffizienten zwischen  $K_{ethanol}$  und  $K_{aroma}$ , beeinflussen, konnte den vorherigen Ergebnissen entnommen werden. Darüber hinaus lassen von anderen Autoren durchgeführte Experimente ebenfalls diesen Schluss zu. BANAT berichtet, dass die Temperatur und die Umlaufgeschwindigkeit Einfluss auf die Selektivität nehmen und in

einer weiteren Studie wurde gezeigt, dass bei höheren Temperaturen höhere Selektivitäten erreicht werden [13,15]. In beiden Fällen handelte es sich um Versuche der prozesstechnisch artverwandten Membrandestillation, die im Gegensatz zur OD noch einen transmembranen Temperaturgradienten aufweist. Auch ALI stellte fest, dass durch veränderte Prozessparameter bei der Aufkonzentrierung eines Modellsaftes die Selektivität für Aromakomponenten erhöht werden konnte. In einem anderen, ebenfalls der OD ähnlichen Versuch mit einem angelegten Vakuum auf der Stripseite konnte BAGGER-JORGENSEN den gegenteiligen Effekt konstatieren, dass sich die Selektivitäten mit steigenden Prozesstemperaturen negativ veränderten. In seinen Versuchen zur Herstellung von Saftkonzentraten erfolgte die Konzentrationsveränderung der Aromakomponenten im Vergleich zum Wasserflux über die Membran bei höheren Temperaturen schneller [10].

Die Aussagen in der Literatur bezüglich der Selektivität sind demnach widersprüchlich und es bedurfte einer Klärung für die Anwendung der Entalkoholisierung von Wein mittels der Osmotischen Destillation. Für diese Applikation lässt allein die Komplexität des Ausgangsstoffes unterschiedliche Abtrennkinetiken erwarten. Die enthaltenen Aromakomponenten unterscheiden sich untereinander stark aufgrund ihrer Molekülstruktur, welche wiederum die Löslichkeit, den Siedepunkt und die Volatilität jeder Substanz definiert [93]. Diese unterschiedlichen physiko-chemischen Eigenschaften lassen eine ungleiche Abtrennung erwarten. Auf diese Argumentation greift auch HOGAN zurück, der eine selektive Abtrennung einer flüchtigen Komponente (z.B. Ethanol) aus wässrigen Lösungen (Wein) für möglich hält, weil

1. Ethanol die flüchtigste Substanz im Wein ist, die darüber hinaus auch den größten Diffusionskoeffizienten besitzt,
2. der Dampfdruck der Aromakomponenten gering ist und folglich auch ihr Flux
3. die Löslichkeit der Aromakomponenten in Alkohol-Wasser-Gemischen substantiell höher (und ihr Dampfdruck entsprechend geringer) ist als in reinem Wasser [65].

Nimmt man diese Argumente, erwartet man eine höhere Transferrate für Ethanol als für die Aromakomponenten. Die aus dem Verhältnis  $K_{ethanol} / K_{aroma}$  gewonnenen Selektivitäten müssten demzufolge einen Wert kleiner 1 annehmen. Zieht man Tabelle 6.5 mit den errechneten Selektivitäten der Versuche heran, erkennt man, dass in lediglich 7

von 112 Messergebnissen diese Erwartungen erfüllt wurden. In fünf von den sieben Fällen handelt es sich um das Verhältnis von Ethanol zu Linalool und jeweils einmal von Ethanol zu Isoamylalkohol und Pentanol. Viermal ergab sich der niedrigere Quotient (= gute Selektivität) für Linalool bei einer Prozesstemperatur von 10 °C.

**Tabelle 6.5: Selektivität des Prozesses anhand der Verhältnisse der Stofftransportkoeffizienten**

Parametereinstellungen									
Temperatur / °C	Umlaufgeschwindigkeit Strip / mL min <sup>-1</sup>	Run	Linalool	Isoamyl- alkohol	Pentanol	Isoamyl- acetat	Hexyl- acetat	Benz- aldehyd	Ethyl- Hexanoat
10	100	8	0,77	1,28	1,22	2,60	2,53	1,13	2,47
10	300	7	0,64	1,24	1,11	2,38	1,69	1,24	1,70
10	200	16	0,90	0,96	0,97	2,19	2,73	1,21	2,60
10	100	5	0,91	1,38	1,28	4,71	3,21	1,50	3,18
10	300	6	1,03	1,39	1,31	2,51	3,15	1,75	3,13
30	200	9	1,11	1,14	1,16	1,50	1,81	1,01	1,71
30	300	12	1,22	1,33	1,57	1,93	2,34	1,34	2,30
30	200	14	1,25	1,44	1,41	1,58	2,67	1,32	2,67
30	100	13	1,04	1,21	1,22	1,56	2,25	1,12	2,14
30	200	11	1,25	1,43	1,22	2,02	2,48	1,35	2,46
30	200	10	1,23	1,44	1,15	1,98	2,47	1,37	2,41
50	100	2	1,76	2,10	1,98	2,19	2,41	1,95	2,50
50	300	1	0,92	1,21	1,20	1,16	1,25	1,21	1,29
50	200	15	1,25	1,44	1,47	1,64	1,46	1,20	2,03
50	100	4	1,17	1,48	1,45	1,56	1,69	1,46	1,76
50	300	3	1,09	1,38	1,32	1,51	1,63	1,32	1,66

Eine Aufschlüsselung über die Entwicklung der Selektivität ermittelt aufgrund der gebildeten Mittelwerte der Selektivitäten innerhalb der Faktorstufen, ergibt unterschiedliche Tendenzen für die Substanzen (Tabelle 6.6). Hierbei steht „+“ für sich verbessernde Selektivitäten, „-“ für sich verschlechternde und „=“ für eine tendenzlose Entwicklung.

**Tabelle 6.6: Mittelwerte und Tendenzen der Selektivitäten bei zunehmender Temperatur**

Temperatur	Selektivität						
	Linalool	Isoamylalkohol	Pentanol	Isoamylacetat	Hexylacetat	Benzaldehyd	Ethylhexanoat
10	0,85	1,25	1,18	2,88	2,66	1,37	2,61
30	1,18	1,33	1,29	1,76	2,34	1,25	2,28
50	1,24	1,52	1,48	1,61	1,69	1,43	1,85
<b>Tendenz der Selektivität</b>	-	-	-	+	+	=	+

Für die drei untersuchten Ester verbessert sich die Selektivität mit steigender Temperatur, Benzaldehyd verändert sich ohne Tendenz und die Alkohole werden mit steigender Temperatur schneller im Verhältnis zu Ethanol abgetrennt. Insgesamt liegen anhand der Mittelwerte lediglich für Linalool bei 10 °C Prozesstemperatur die Selektivitäten in dem von HOGAN beschriebenen Erwartungsbereich [65]. Die Gründe hierfür wurden unter den Punkten 6.2.1 und 6.2.2 erörtert. Es ist interessant zu sehen, dass sich mit steigender Temperatur die Selektivität für die untersuchten Ester verbessert. Mit diesen Erkenntnissen lässt sich für den gewählten Versuchsaufbau festhalten, dass für einen möglichst hohen Rückhalt an Estern im Wein hohe Temperaturen eingestellt werden müssen. Für das Linalool erhöht sich die Retention bei niedrigeren Temperaturen. Eine abschließende Bewertung, welche Parametereinstellungen vorgenommen werden müssen, hängt demnach von der Beurteilung des Produktes ab. Also davon, welche Substanzklasse einen höheren Einfluss auf die Produktqualität des Endproduktes hat. Diese Frage kann nur durch sensorische Tests beantwortet werden, die feststellen, welche mit den Aromastoffen verknüpften Geschmacksattribute mehr zum Gefallen am Wein beitragen. Genau dieser Frage wird in den sensorischen Auswertungen zu einem späteren Zeitpunkt nachgegangen.

Die statistische Auswertung der Selektivitäten, die aus dem zentral zusammengesetzten Versuchsdesign gewonnen wurden, zeigt, dass die Korrelation zwischen Selektivität und Temperatur nicht für alle untersuchten Substanzen signifikant ist. Tabelle 6.7 macht die Substanzen kenntlich, für die die Temperatur einen signifikanten Einfluss auf die Selektivität hatte. Neben den Estern gilt dies auch noch für das Linalool. Es muss an dieser Stelle jedoch darauf hingewiesen werden, dass die Modelle durchweg nur mittlere bis schwache Korrelationen aufweisen.



Tabelle 6.7: Signifikanz der Selektivitäten ermittelt durch ANOVA

	Selektivität						
	Ethylhexanoat	Hexylacetat	Isoamylacetat	Linalool	Pentanol	Isoamylalkohol	Benzaldehyd
<b>Signifikant</b>	ja	ja	ja	ja	nein	nein	nein
<b>Prob &gt; F</b>	0,0169	0,0039	0,0086	0,0100	0,0650	0,0682	0,6801
<b>Mittelwert</b>	2,25	2,24	2,06	1,10	1,31	1,37	1,34
<b>Standardabweichung</b>	0,45	0,45	0,65	0,21	0,20	0,22	0,24
<b>R<sup>2</sup></b>	0,34	0,46	0,40	0,39	0,34	0,22	0,01

Die vier Substanzen, für die eine signifikante Beeinflussung der Selektivität festgestellt wurde, wurden zur Optimierung der Prozessfaktoren herangezogen. Der Versuchsplan bietet die Möglichkeit, Zielvorgaben zu geben, die durch die vorhandenen Stofftransportmodelle im besten Maße erfüllt werden. Dieser Erfüllungsgrad wird *Desirability* genannt. Tabelle 6.8 führt die gewählten Zielvorgaben auf.

Tabelle 6.8: Zielvorgaben für die Prozessoptimierung bezüglich der Selektivitäten

	Zielvorgabe	Untere Grenze	Obere Grenze	Gewichtung
Temperatur	Innerhalb der Grenzen	10	50	3
Strip Durchlaufgeschwindigkeit	maximieren	100	300	3
Linalool	minimieren	0,64	1,76	3
Ethylhexanoat	minimieren	1,29	3,18	3
Isoamylacetat	minimieren	1,16	4,71	3
Hexylacetat	minimieren	1,25	3,21	3

Für alle Aromakomponenten soll ein minimaler Stofftransportkoeffizient erzielt werden. Die Stripgeschwindigkeit wurde auf die obere Grenze von  $300 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$  eingestellt, da sich aus den Versuchen kein signifikanter Einfluss dieses Faktors auf die Aromaabtrennung ergab. Aus den vorherigen Ergebnissen war aber bekannt, dass die Umlaufgeschwindigkeit des Strips den Permeatfluss des Ethanols insgesamt steigert und somit zur Wirtschaftlichkeit des Prozesses beiträgt. Die statistische Analyse der Versuche ergibt einen Lösungsvorschlag (Tabelle 6.9).

**Tabelle 6.9: Optimierte Prozessparameter für die Stofftransportkoeffizienten**

Nummer	Temperatur	Strip Umlauf- geschwindigkeit	Selektivität				
			Linalool	Ethylhexanoat	Isoamylacetat	Hexylacetat	Desirability
1	50.00	300.00	1,29	1,87	1,43	1,75	0,73

In diesem Optimierungsvorschlag sind die Zielvorgaben zu 73% erfüllt. Da die Tendenzen der Selektivität für die beiden unterschiedlichen Stoffgruppen sich ebenfalls unterscheiden, war anzunehmen, dass der Erfüllungsgrad nicht 100% erreichen konnte. Als bestmögliche Prozesstemperatur wurden 50 °C vorgeschlagen, was einen Kompromiss der gegenläufigen Selektivitätsbeeinflussung darstellt. Dass die Temperatur in diesem Fall an der oberen Grenze des Messbereichs liegt, ist damit zu erklären, dass die Gruppe der Ester mit drei Substanzen vertreten ist und somit einen größeren Anteil an dem berechneten Modell besitzt als das Terpen Linalool. Aus verfahrenstechnischer Sicht konnte somit durch die Versuche die optimale Parameterkombination im Bezug auf die Selektivität des Prozesses ermittelt werden. Zugleich wurden Erklärungen für das Auftreten dieser Phänomene gefunden und mit den Erkenntnissen der Literatur abgeglichen.

Ob sich mit dem verfahrenstechnischen Optimum auch das sensorisch bestbewertete Produkt produzieren lässt, wird in den nächsten Diskussionspunkten behandelt.

### ***6.3 Sensorische Bewertung der OD zur Entalkoholisierung von Wein***

Der Erfolg entalkoholisierter und alkoholreduzierter Weine auf dem Markt ist bis heute ausgeblieben. D'HAUTEVILLE führt drei Gründe für die Erfolglosigkeit dieser Produkte auf: 1. technische Schwierigkeiten bei der Entwicklung von Weinen mit guter sensorischer Qualität, 2. eine inadäquate Marktpositionierung und unzureichende Werbung, 3. eine zu geringe Akzeptanz bei den Konsumenten [45].

Zweifellos stellt der Erhalt einer guten sensorischen Qualität und der damit verbundene Erhalt des typischen Weinaromas, der Struktur und der Harmonie bei entalkoholisierten Weinen, unabhängig von der Entalkoholisierungsmethode, ein erhebliches technologisches Problem dar. Diese Problematik erfordert Verbesserungen auf dem Gebiet der Entalkoholisierungsverfahren, um Weine mit einem sensorisch akzeptablen Niveau auf den Markt bringen zu können.

Im Folgenden wird anhand der sensorischen und analytischen Ergebnisse diskutiert, welchen Einfluss die Entalkoholisierung mittels Osmotischer Destillation auf die sensorische Qualität der Weinproben hat und inwiefern diese zur Herstellung von alkoholreduzierten und entalkoholisierten Rotweinen, mit einer für den Konsumenten akzeptablen sensorischen Qualität geeignet ist.

### **6.3.1 Sensorische Veränderungen bei der Entalkoholisierung von Wein mittels OD**

Die Literatur, die sich auf die Entalkoholisierung von Weinen bezieht, liefert nur sehr wenig Information über die sensorischen Veränderungen, die mit diesem Prozess in Verbindung stehen. Der Fokus der sensorischen Tests wurde bisher vor allem auf hedonistische Weinbeschreibungen und Rangfolgetests mit hedonistischer Fragestellung gelegt [30,38,50,118]. Diese Studien haben dabei die sensorischen Auswirkungen der Entalkoholisierung durch Extraktion und Dialyse [100,118], durch Umkehrosmose [101] und durch Vakuumdestillation [30,50] untersucht. Im Jahr 1995 lieferte FISCHER Ergebnisse einer sensorischen Untersuchung, hervorgehend aus einer deskriptiven Analyse und eines Unterschiedstests, die sich auf die sensorischen Auswirkungen der Entalkoholisierung durch Vakuumdestillation und Umkehrosmose bezogen haben [51].

Ergebnisse von sensorischen Untersuchungen, speziell die einer deskriptiven Analyse und eines Beliebtheitstests, in Bezug auf die sensorischen Veränderungen, die durch eine Entalkoholisierung mittels Osmotischer Destillation verursacht werden, sind bis heute nicht publiziert.

#### **6.3.1.1 Profilprüfung**

Auswirkungen des Ethanolentzugs: Die Ergebnisse der Sensorik zeigen, dass die Entalkoholisierung mittels der Osmotischen Destillation zu Veränderungen der sensorischen Attribute bei den Weinproben geführt hat. Bei der Entalkoholisierung auf 6 Vol.-% machen sich die Unterschiede im Verhältnis zum Standardwein allerdings noch nicht stark bemerkbar. Selbst die mit einer geringeren Ethanolkonzentration bekannterweise einhergehende Verminderung der Attribute „stehend“ und „vollmundig“

bleiben bei den 6 Vol.-% verhältnismäßig gering. Die untersuchten Proben fallen in diesen beiden Merkmalseigenschaften ähnlich in den Intensitäten ab wie bei den restlichen olfaktorischen, gustatorischen und den „Eindruck bei der Mundprobe“-beschreibenden Attributen. Auch diejenigen Attribute, die mit den Aromastoffen assoziiert sind, verlieren in den 6 Vol.-%-Proben nach der sensorischen Bewertung nur geringfügig an Intensität. Dieses Ergebnis deutet auf relativ geringe Aromastoffverluste bei diesen Proben hin. Zumindest erscheinen die Konzentrationen der Aromakomponenten ausreichend hoch, um einen dem Standardwein ähnlichen sensorischen Eindruck hervorzurufen. Es war das Ziel, dass die behandelten Produkte dem Ausgangsprodukt so stark wie möglich ähneln. Die auf 6 Prozent Ethanol reduzierten Proben erfüllen diesen Anspruch in noch relativ hohem Maße. Die Osmotische Destillation bietet somit ein Verfahren, Weine ohne große sensorische Veränderungen auf 6 Vol.-% zu reduzieren. Aufgrund der sensorisch beschriebenen Merkmalsausprägungen könnte auf ein marktfähiges Produkt geschlossen werden.

Die Entalkoholisierung auf ~ 3 Vol.-% hat stärkere Veränderungen der sensorischen Merkmalseigenschaften zur Folge. Im olfaktorischen Bereich kommt es vor allem zu einer Intensitätsabnahme des Attributes „frisch“ und „fruchtig-obstig“, was auf Verluste an Isoamylacetat und Ethylhexanoat schließen lässt. Die Merkmalseigenschaft „blumig“, die mit Linalool verbunden wird, unterscheidet sich von den olfaktorischen Eindrücken noch am geringsten vom Ausgangswein. Die Retention an Linalool scheint somit bei den 3 Vol.-% Proben immer noch ausreichend hoch, um das Bukett als blumig wirken zu lassen. Der Ethanolentzug führt zu einer weiteren Intensitätsabnahme des „stechend-alkoholischen“ Geruchs bei den Weinen, die bis auf 3 Vol.-% reduziert wurden. Im gustatorischen Bereich bewirkt die Entalkoholisierung eine Reduzierung der „Adstringenz“. Ebenfalls leicht abgenommen hat die Ausprägung der Merkmalseigenschaft „frisch-fruchtig“, wenn auch nicht so stark wie bei der geruchlichen Bewertung von „frisch“. Dies lässt darauf schließen, dass die Aromastoffe im Kollektiv immer noch einen „frisch-fruchtigen“ Geschmack hervorrufen, der möglicherweise von dem noch vorhandenen Ethanol verstärkt wird [116]. Der Säureeindruck wird wie in der Literatur beschrieben durch den Ethanolentzug verstärkt [62,100,116]. Die Effekte der Entalkoholisierung auf 3 Vol.-% bewirken jedoch vor allem Veränderungen beim „Eindruck während der Mundprobe“. Es kommt zu einer Abnahme der „Vollmundigkeit“

und der „Harmonie“. Zur abschließenden Beurteilung einer möglichen Marktreife der auf 3 Prozent reduzierten Weine, müssen die Ergebnisse der Verbraucherakzeptanz zurate gezogen werden. Die Profilprüfung alleine kann nicht als Bewertungsgrundlage zur Produktbeurteilung dienen. Die großen Abweichungen der Profile zu dem des Ausgangsweins lassen jedoch vermuten, dass die Akzeptanz der Weine ebenfalls geringer ausfällt als die des Standardweins.

Die Ausprägung der sensorischen Veränderungen verstärkt sich erwartungsgemäß noch einmal bei den auf 0,5 Vol.-% entalkoholisierten Weinen. Am stärksten lassen die Attribute „vollmundig“, „harmonisch“, „frisch“ und „alkoholisch-stechend“ nach. Die Abnahme der Vollmundigkeit und des „stechenden“ Geruchs können allein mit dem Ethanolentzug erklärt werden. Das olfaktorische Attribut „frisch“ nimmt genau wie „fruchtig-obstig“ stark ab. Dies lässt auf erhebliche Aromastoffverluste bei den entalkoholisierten Proben schließen. Lediglich der mit Linalool verbundene Eindruck „blumig“ bleibt auf einem etwas höheren Niveau im Vergleich mit den anderen olfaktorischen Eindrücken. Das zeigt, dass Linalool immer noch in einer aromawirksamen Konzentration im entalkoholisierten Wein enthalten sein muss. Bei der Beurteilung der Intensitäten der sensorischen Merkmalseigenschaften ist eine Ausnahme festzustellen. Die Intensität des Attributes „sauer“ nimmt mit erhöhtem Grad der Entalkoholisierung zu. Die Erhöhung des Säureeindrucks durch verstärkten Ethanolentzug ist in der Literatur beschrieben [115] und konnte dementsprechend erwartet werden. Dieser verstärkte Säureeindruck führt auch zu einer geringeren Empfindung des Attributes „süß“ durch die Prüfer. Weil der Zuckergehalt des Weines durch die Osmotische Destillation nicht verändert wird, kommt der Prüfer wegen der erhöhten Intensität der Säureempfindung zu dem Eindruck, dass der Wein weniger süß schmeckt. Die Literatur beschreibt ebenso eine durch den Ethanolentzug hervorgerufene Zunahme der Adstringenz [62,116]. Auf die sensorischen Ergebnisse dieser Arbeit trifft dies jedoch nicht zu, da die Intensitäten der Adstringenz der behandelten Proben verhältnismäßig geringen Schwankungen über alle Ethanolkonzentrationen unterlagen. Die existierende Problematik der Identifizierung einzelner Attribute in komplexen Gemischen, wie z.B. Wein, wird in diesem Zusammenhang von LAWLESS beschrieben [77]. Auch die Varianzanalyse veranschaulicht die Unterschiede zwischen den Weinen im Allgemeinen. Bis auf die Attribute „blumig“ und „süßlich“ sowie „frisch-fruchtig“ unterscheiden sich die Proben signifikant

voneinander. Eine genauere Betrachtung dieser Unterschiede bietet der TUKEY-Test. Zieht man diesen zurate, dann relativieren sich die Differenzen. Signifikante Unterschiede ergeben sich bei den Proben aus den Abweichungen zum Standardwein. Die statistische Auswertung des TUKEY-Tests ergibt keine signifikanten Unterschiede bei dem paarweisen Vergleich der behandelten Proben.

Ein anderer statistischer Ansatz, die Profile der Weine auszuwerten, ist die Hauptkomponentenanalyse.

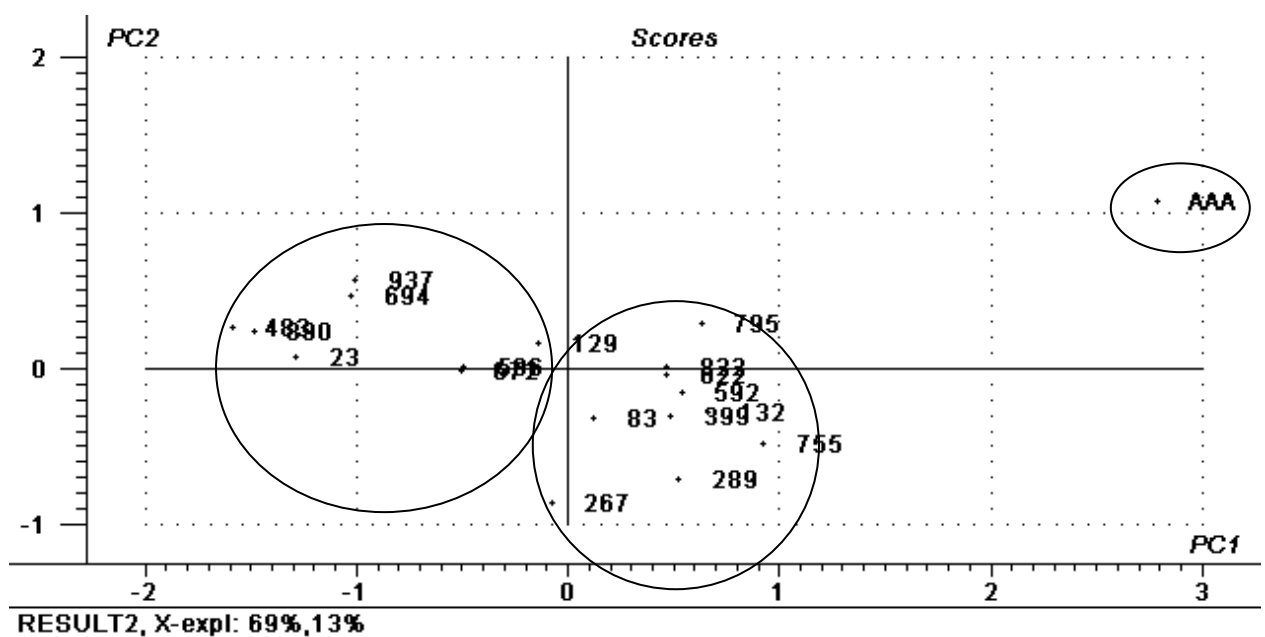
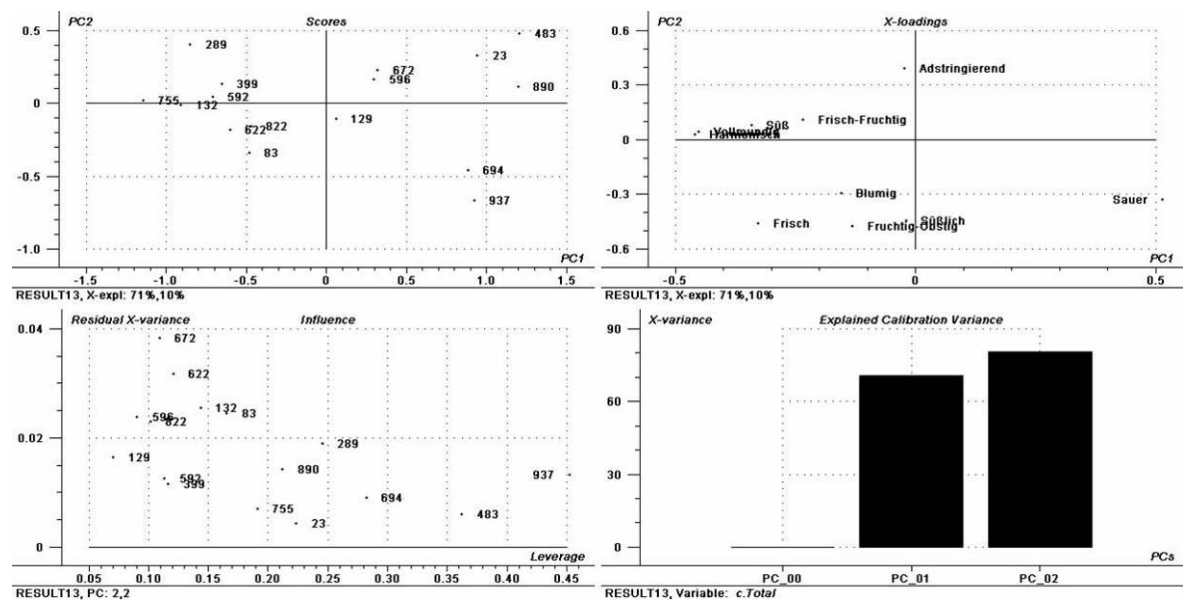


Abbildung 6.4: Abb.: Faktorwerte im Hauptkomponentenraum

In der Ergebnisübersicht der Hauptkomponentenanalyse bestätigt sich das Ergebnis der ANOVA. Die Probe AAA setzt sich räumlich stark von den anderen Proben ab. Diese räumliche Trennung bedeutet einen signifikanten Unterschied bei der Bewertung der sensorischen Merkmale zwischen dem Ausgangswein einerseits und den behandelten Produkten andererseits. Eine Gruppierung der restlichen Proben ist bestenfalls in zwei Untergruppen möglich, nämlich rechts und links von der y-Achse, obwohl drei verschiedene Ethanolkonzentrationen, 6, 3 und 0,5 Vol.-%, produziert wurden. Somit lassen sich die behandelten Weine in dieser Darstellung nicht allein nach Ethanolkonzentration differenzieren. Als Ursache dafür wurde gesehen, dass der Ausgangswein sich so stark von den behandelten Proben unterscheidet und damit so großen Einfluss auf das Modell nimmt, dass die Unterschiede innerhalb der Gruppe der

behandelten Weine an Bedeutung verlieren. Um eine differenzierte Sicht auf die Gruppe der prozessierten Proben zu erlangen und somit eine genauere Aussage über den Einfluss des Verfahrens treffen zu können, muss der Ausgangswein aus dem Modell entfernt werden. Des Weiteren wurden das Attribut „alkoholisch-stechend“ aus der Berechnung genommen sowie die von dem Statistikprogramm *The Unscrambler* erkannten Ausreißerwerte. Das Attribut „alkoholisch-stechend“ wurde aus der Berechnung genommen, um einen Vergleich zwischen den Proben in geringerer Abhängigkeit von der Ethanolkonzentration zu ermöglichen. Trotz dieser Maßnahme fließt Ethanol durch das Attribut „vollmundig“ weiterhin mit in die Bewertung ein. Als neue Ergebnismatrix ergab sich damit folgende Graphik (Abbildung 6.5):



**Abbildung 6.5: Erklärte Varianz durch zwei Hauptkomponenten berechnet ohne Ausreißer, Ausgangswein und das Attribut alkoholisch-stechend**

Das Modell besteht immer noch aus 2 Hauptkomponenten, die 81% der Gesamtvarianz erklären, wobei die erste Hauptkomponente 71 % erklärt. Diese Werte entnimmt man der Abbildung 6.5 unterhalb der Graphiken *Scores* und *X-loadings* unter „X-expl“. Somit verliert das Modell durch die vorgenommenen Änderungen nicht an Qualität und Aussagekraft, da sich die erklärte Gesamtvarianz nur um einen Prozentpunkt verringert (s. Abbildung 6.4). Die neu berechnete Ergebnismatrix zeigt Abbildung 6.6. In dieser sind nur noch die behandelten Weine im Faktorraum enthalten. Die Weine, die räumlich nah beieinander liegen, sind sensorisch ähnlich bewertet worden. Weit voneinander liegende

Proben unterscheiden sich stark in ihren sensorischen Ausprägungen. Im Gegensatz zu der zuerst durchgeführten PCA können in dieser neuen Auswertung drei Gruppen gebildet werden. Die Gruppen sind in der Abbildung 6.6 durch die Ellipsen gekennzeichnet, wobei deutlich wird, dass sich die Proben räumlich entlang der ersten Hauptkomponente verteilen. Um die Gruppen besser interpretieren zu können, werden im Folgenden die untersuchten Proben in bekannte, parameterbezogene Gruppen unterteilt.

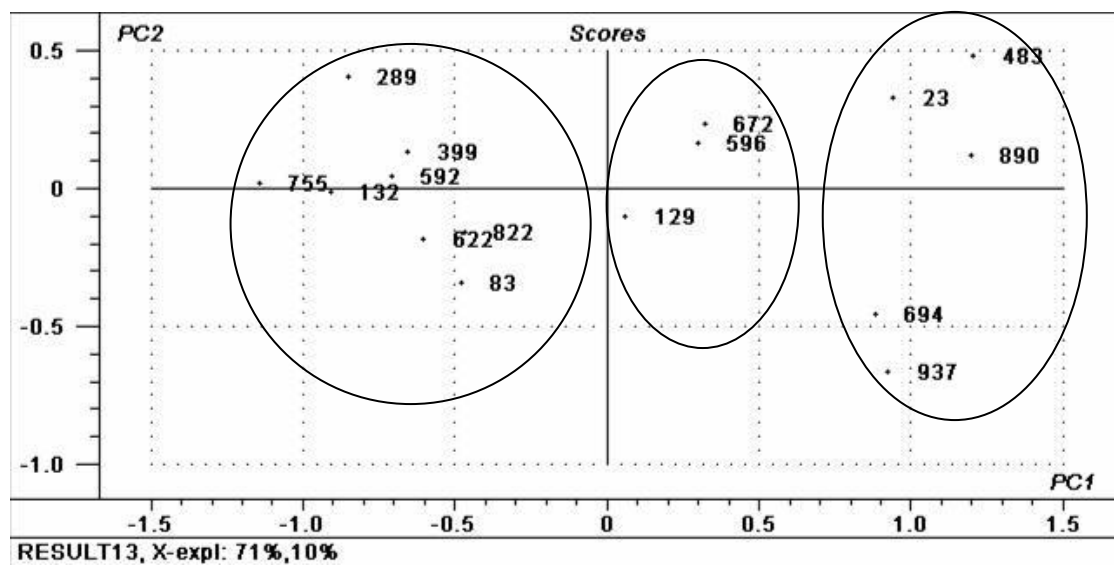


Abbildung 6.6: Faktorwerte des neu modellierten Hauptkomponentenraums

In Abbildung 6.7 wurden die aufgeführten Proben nach ihren Ethanolkonzentrationen gruppiert. Dabei ist zu erkennen, dass die 6 Vol.-% Proben und die 0,5 Vol.-% Proben jeweils eigene Gruppen bilden. Bemerkenswert ist, dass von der 3 vol. % zwei von 5 aufgeführten zu der Gruppe der 6 Vol.-% Proben zu zählen sind. Dies lässt den Schluss zu, dass es zwischen diesen Proben sensorisch keinen signifikanten Unterschied gibt und die Osmotische Destillation im Bereich von 3 – 6 Vol.-% in der Lage ist, sensorisch vergleichbare Weine herzustellen.



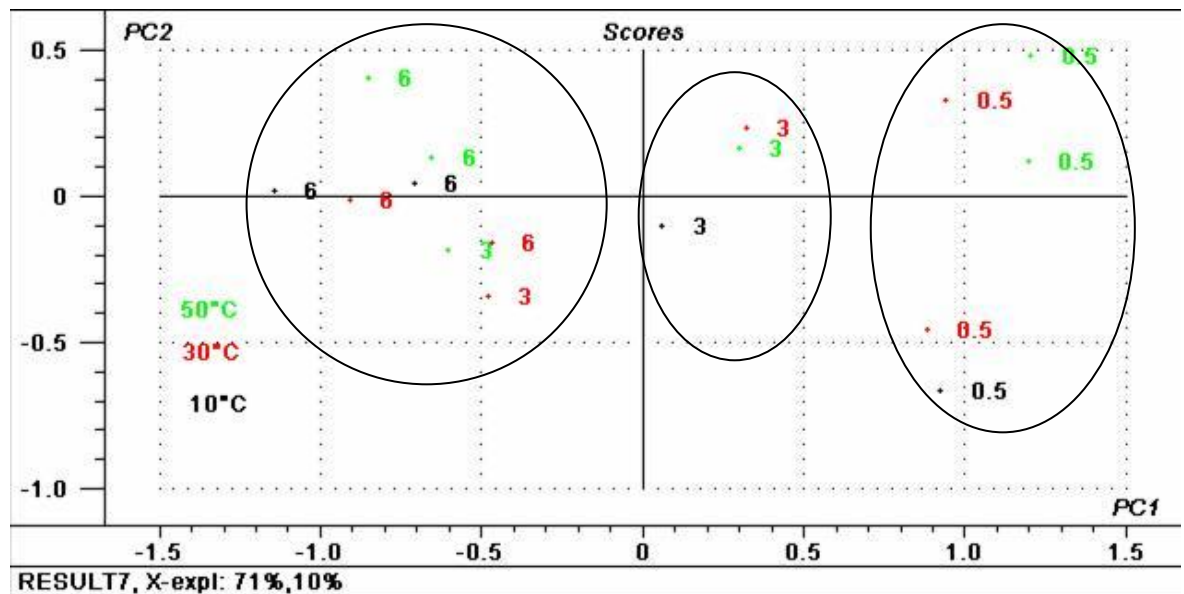


Abbildung 6.7: Darstellung der Objekte (Weine) gruppiert nach den kategorisierten Variablen Prozesstemperatur und Ethanolgehalt

Sehr deutlich unterscheiden sich die vollständig entalkoholisierten Weine (0,5) von den restlichen. Die PCA erklärt über die Hauptkomponenten auch, mit welchen Attributen die Weine stark korrelieren. Dafür betrachtet man zuerst die Faktorladungen im Komponentenraum. Je weiter die Attribute (Ladungen) vom Koordinatenursprung entfernt sind, desto stärkeren Einfluss haben sie auf die Hauptkomponenten, die als Achsen des Koordinatensystems dargestellt sind. Die x-Achse steht dabei für die erste Hauptkomponente, die y-Achse für die zweite.

Abbildung 6.8 zeigt demnach, dass die erste Hauptkomponente stark negativ mit den Attributen „harmonisch“ und „vollmundig“ korreliert ist und dass als weiteres Attribut „sauer“ mit in die Komponente einfließt. Die zweite Hauptkomponente ist am stärksten von den olfaktorischen Merkmalseigenschaften beeinflusst, insbesondere von „fruchtig-obstig“, „frisch“ und „süßlich“.

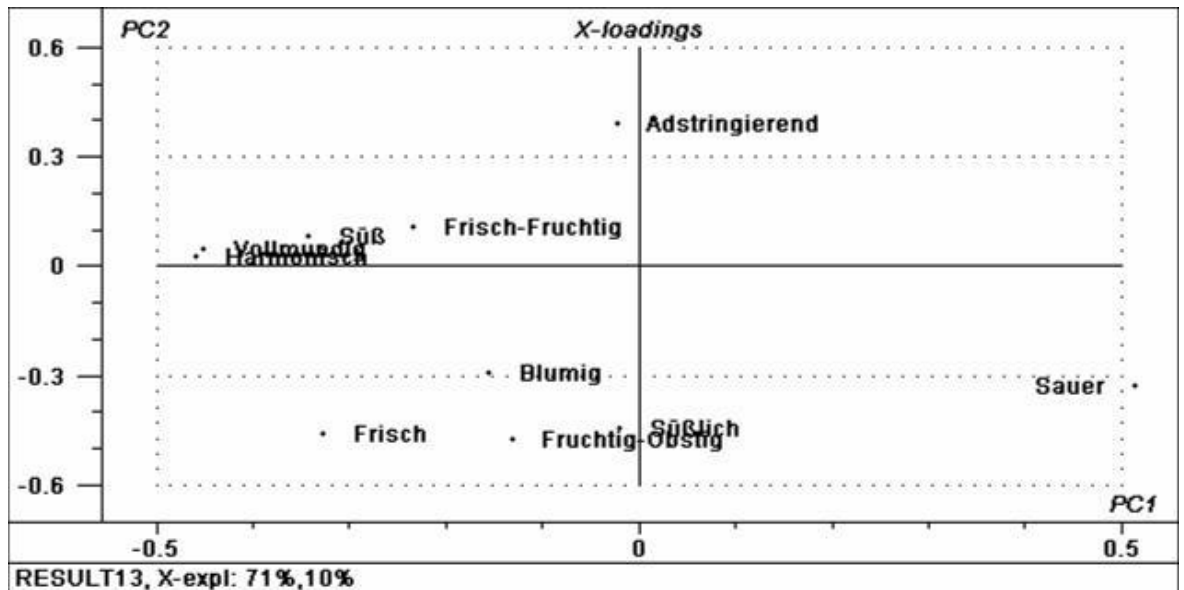


Abbildung 6.8: Faktorladungen des neu modellierten Hauptkomponentenraums

Bringt man sowohl die *Loadings* als auch die *Scores* in eine Graphik zusammen in den Hauptkomponentenraum, dann lassen sich die Zusammenhänge zwischen den Weinen und den Merkmalseigenschaften beobachten (Abbildung 6.9).

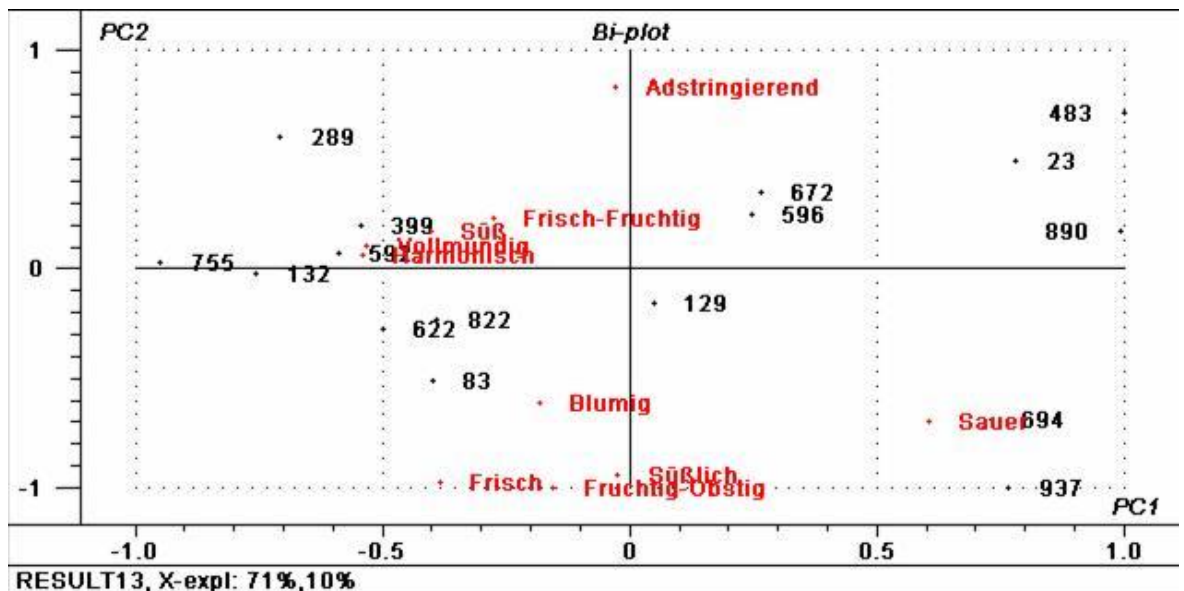


Abbildung 6.9: Bi-Plot für den neu berechneten Hauptkomponentenraum

Die Attribute müssen in dieser Darstellung als Vektoren aufgefasst werden, die in die Richtung der Weine zeigen, die durch diese Merkmalseigenschaft gut beschrieben werden.

Die Weine links der y-Achse, bei denen es sich mehrheitlich um die 6 Vol.-% Proben handelt, werden demnach von den hier aufgeführten Weinen am ehesten durch die Attribute „vollmundig“ und „harmonisch“ beschrieben. Weine, die auf der rechten Seite des Koordinatenursprungs liegen, werden hier am ehesten durch das Attribut „sauer“ beschrieben. Diese Beobachtungen stimmen mit den vorher getroffenen Auswertungen der Profilogramme überein. Je weniger Ethanol die Proben enthalten, desto saurer werden die Proben von den Prüfern empfunden. Welchen Einfluss die in der Profilprüfung ermittelten sensorischen Veränderungen tatsächlich auf die Akzeptanz der Weine bei dem Panel haben, wird in Verbindung mit den Ergebnissen der hedonischen Prüfung ermittelt. Die Modifizierung des PCA-Modells führte zu der Erkenntnis, dass die Osmotische Destillation teilweise 3prozentige Weine produziert hat, die sich nicht signifikant von den 6 Vol.-% Proben unterscheiden. Eine klare Abgrenzung ergibt sich für die vollständig entalkoholisierten Weinproben, die am stärksten vom Sauereindruck beschrieben werden. Diese Assoziation lässt vermuten, dass die Akzeptanz für diese Weine sehr gering ausfällt und sich der Einsatz der Osmotischen Destillation zur Herstellung von vollständig entalkoholisierten Weinen nicht eignet. Möglich wäre sicherlich, das hergestellte Produkt als Grundlage für ein weiter zu behandelndes Getränk zu sehen. Die PCA liefert die Grundinformation, dass das Attribut sauer in einer Weiterentwicklung des Produkts reduziert werden müsste und dass das Produkt sensorisch in Richtung Vollmundigkeit und Harmonie verschoben werden muss. Welche Möglichkeiten sich für die Weiterentwicklung eines solchen Produktes existieren, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Es könnte über den Einsatz von Mostkonzentrat nachgedacht werden, das sowohl für einen verstärkten Süßeindruck als auch für eine ausgeprägtere Vollmundigkeit sorgen könnte. Dieser Frage müsste jedoch in weiterführenden Untersuchungen nachgegangen werden.

Auswirkungen der Ethanolrückführung: Durch eine Zugabe von neutralem Ethanol in die entalkoholisierten Proben sollte der Ethanolentzug kompensiert werden. Somit ist durch die Rückführung des Ethanols auf den Ursprungsethanolgehalt eine Betrachtung des Einflusses der Entalkoholisierungstechnologie auf das Weinaroma unabhängig vom Ethanolgehalt möglich gewesen. Die Ergebnisse der Profilprüfung zeigen, dass die durch den Ethanolentzug verminderte sensorische Qualität nicht vollständig wieder hergestellt werden konnte. In erster Linie erreichte das mit dem Ethanol am engsten verknüpften Attribut „alkoholisch-stechend“ den Ausgangswert, zusätzlich stieg auch die Intensität der

Adstringenz auf das Ursprungsniveau. Ebenfalls stark von der Ethanolkonzentration abhängig erweist sich das Attribut „vollmundig“, das durch die Rückführung jedoch nicht vollständig den Wert des Ausgangsweines erreicht. Die Intensitäten der Attribute, die mit den zugegebenen Aromastoffen verknüpft sind, nehmen im Vergleich zu den vollständig entalkoholisierten Weinen nur geringfügig zu („blumig“, „frisch“ und „fruchtig-obstig“) und konnten damit ihre Ausgangsintensitäten im Standardwein AAA nicht wieder erreichen. Diese Diskrepanz zeigt, dass Aromastoffverluste während des Entalkoholisierungsprozesses aufgetreten sind, die sich nicht nur auf ihre spezifischen Geruchs- und Geschmacksnoten ausgewirkt haben, sondern auch zu einer starken Verminderung der Harmonie führen. Dass die olfaktorischen Attribute trotz Ethanolrückführung nicht ihre Ausgangsintensität erreicht haben, bestätigen die Ergebnisse von FISCHER [51]. Dieser konnte bei seinen sensorischen Tests durch die Ethanolrückführung ebenfalls keinen Ausgleich im olfaktorischen Bereich feststellen. Die gustatorischen Eindrücke konnten in seinen Versuchen jedoch wieder ausgeglichen werden, was in dieser Arbeit nicht bestätigt werden kann. Verdeutlicht wird dies durch die Ergebnisse des an die ANOVA anschließenden TUKEY Test. Für die Attribute „frisch“, „fruchtig-obstig“ und „harmonisch“ ergeben sich signifikante Unterschiede. Bemerkenswert ist, dass diese Signifikanz nur für die Proben ermittelt werden kann, die bei 30 (706) und 50 °C (204) behandelt wurden. Schon bei der vollständigen Entalkoholisierung schnitt die Probe bei 10 °C am besten ab (267). Die Prüfer bewerteten die Attributsintensitäten durchweg besser als bei den mit 30 (023) und 50 °C (483) behandelten Weinen. Diese Tatsache spricht dafür, dass sich eine niedrige Prozesstemperatur positiv auf die Aromaprofile der entalkoholisierten Weine auswirkt. Für die Produktgruppen mit 3 und 0,5 Vol.-% lassen sich diese Temperatureffekte nicht feststellen. Für die vollständig entalkoholisierten Weine muss in diesem Zusammenhang abgewogen werden, ob sich der durch die verlängerte Prozessdauer wirtschaftliche Nachteil durch die verbesserte Produktqualität, gemessen an den Aromaprofilen, kompensieren lässt.

Insgesamt liefert die Profilprüfung klare Tendenzen, die zur Bewertung des Prozesses und des Produktes herangezogen werden können. Darüber hinaus können diese Erkenntnisse als Grundlage für weiterführende Untersuchungen genutzt werden. Die möglichen Ansatzpunkte zur Verbesserung des Prozesses und der Produkte werden abschließend nach

der Be- und Auswertung der Beliebtheitstests und nach der Verknüpfung von hedonischen und deskriptiven Ergebnissen sowie der instrumentell-analytischen und sensorischen Daten diskutiert.

### 6.3.1.2 Beliebtheitstests

Die hedonische Prüfung zeigt eine klare Klassifizierung der Weine nach Ethanolgehalt. Je geringer der Anteil an Ethanol, desto geringer auch die Akzeptanz dieser Produkte. Die Aussagekraft der Ergebnisse gewinnt durch die Tatsache, dass der Ausgangswein von den Prüfern als beliebt eingestuft wurde. Insgesamt 87% der Prüfer klassifizierten den Dornfelder als „beliebt“. Die Gruppe der Weine mit einem Ethanolgehalt von 6 Vol.-% unterscheiden sich in ihrer Beliebtheit nur unwesentlich von dem Ausgangswein. Insbesondere die Proben 441 (30 °C) mit 86 % und 271 (50 °C) mit 85 % positiver Prüferurteile weisen gute Akzeptanzwerte auf, die auf eine marktfähige Qualität der Weine hindeuten. Die bei 10 °C hergestellte Probe mit 6 Vol.-% schneidet schlechter ab mit lediglich 67 % positiver Prüferurteile. Eine verlängerte Behandlungsdauer scheint sich somit bei der Herstellung teilentalkoholisierter Weine negativ auf die Akzeptanz der Produkte auszuwirken. Auf der anderen Seite scheint auch die relativ hohe Behandlungstemperatur von 50 °C, die auch über den industriell üblichen Prozesstemperaturen von 30 – 40 °C liegt, kein qualitätsmindernder Faktor zu sein. Dieser Beobachtung widerspricht das Ergebnis der 3prozentigen Proben. Denn in dieser Gruppe erhält die bei 10 °C behandelte Probe die besten Akzeptanzwerte. Ein Drittel der Prüferurteile fallen in den Bereich „beliebt“. Damit bestätigt sich der in den Profilprüfungen festgestellte Trend, dass mit fortschreitender Entalkoholisierung, die tiefe Prozesstemperatur von 10 °C besser als die beiden höheren Temperaturen abschneidet. Noch größer ist der Unterschied bei den vollständig entalkoholisierten Proben, bei denen für die 10 °C-Probe noch ein Viertel der Prüferurteile in die Kategorie „beliebt“ fallen. Damit wird sie deutlich besser beurteilt als Probe 911 (30 °C, 14 % „beliebt“) und Probe 420 (50 °C, 8 % „beliebt“). Auf Basis der Beliebtheitsprüfungen kann die Empfehlung ausgesprochen werden, vollständig entalkoholisierte Weine bei niedrigen Temperaturen herzustellen. Bei teilentalkoholisierten Weinen mit 6 Vol.-% sollten höhere Temperaturen gewählt werden.

Bei einem Vergleich der Ergebnisse des Beliebtheitstests mit Zahlen zur allgemeinen Konsumentenakzeptanz zeigt sich, dass die nicht vorhandene Akzeptanz der entalkoholisierten Weine nicht außergewöhnlich ist. Besonders in Deutschland und in Frankreich ist die Akzeptanz dieser Produkte mit 19,5 % und 12,5 % sehr gering. Diese Werte liegen auch noch unter den im dieser Arbeit ermittelten Wert von 25 %, der in etwa der Akzeptanz dieser Produkte von 26 % in England entspricht [45]. Die Osmotische Destillation bietet im Vergleich zu den bisher gemessenen Akzeptanzwerten im besten Fall eine geringe Verbesserung für die Produktqualität.

### **6.3.2 Verknüpfung deskriptiver und affektiver Daten**

Die Ergebnisse der Beliebtheitstests und der deskriptiven Profilprüfung können miteinander verknüpft werden. Dieses Vorgehen kann Auskunft darüber geben, welche Merkmalseigenschaften bzw. welche Veränderungen in den Ausprägungen der Merkmalseigenschaften bei den einzelnen Proben für die Ablehnung verantwortlich sind. Mittels der PLS Regression können die den Wein beschreibenden Attribute in einen funktionalen Zusammenhang mit den Beliebtheitswerten der Weine gebracht werden. Mit dieser Vorgehensweise werden außerdem die wichtigsten Attribute zur Beschreibung der Produktqualität herausgefiltert. Zuerst muss die optimale Anzahl der PLS „Hauptkomponenten“ ermittelt werden. Abbildung 6.10 liefert die Entscheidungsgrundlage für die Auswahl der Hauptkomponenten, die von dem Wert der Wurzel des mittleren quadratischen Fehlers abhängt, der auf der y-Achse aufgetragen ist. Man sieht, dass mit der dritten Hauptkomponente (x-Achse) der Wert des Fehlers im Vergleich zur zweiten Hauptkomponente wieder steigt. Dies bedeutet, dass mit der Hinzunahme der dritten Hauptkomponente das Modell zur Beschreibung des funktionalen Zusammenhangs zwischen den Merkmalseigenschaften und der Akzeptanz an Qualität und folglich an Aussagekraft verliert.

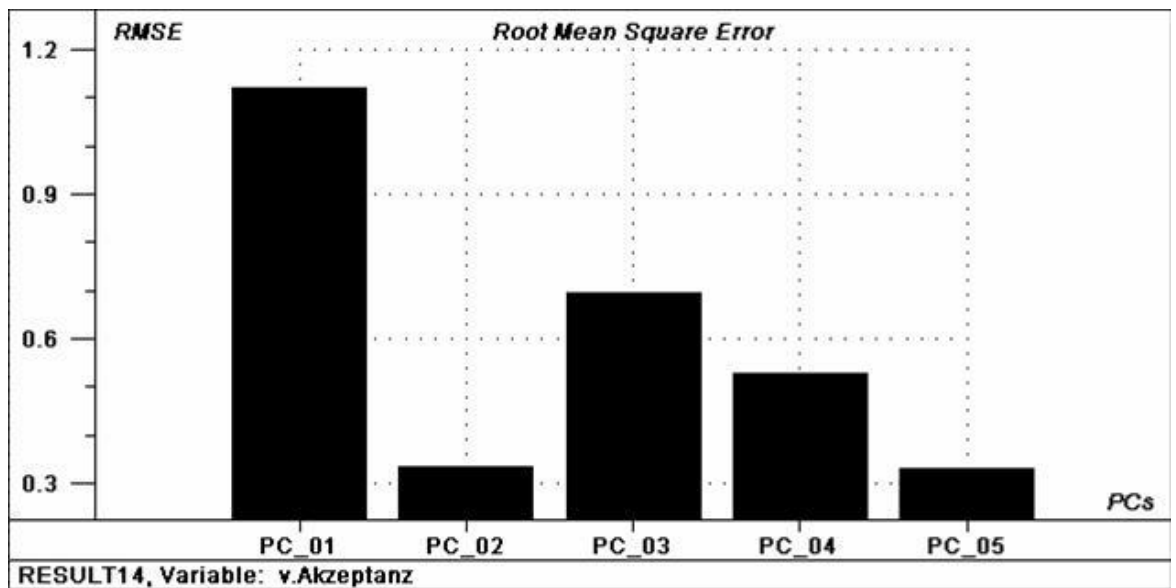


Abbildung 6.10: Root Mean Square Error der PLS Regression zur Bestimmung der Anzahl der Hauptkomponenten

Folglich wird die Regression mit zwei Hauptkomponenten durchgeführt. Daraus ergibt sich die Darstellung der Faktorwerte (Objekte/Weine) im Hauptkomponentenraum, der von der ersten Komponente als x-Achse und der zweiten als y-Achse gebildet wird. Wie bei der PCA liegen ähnlich beurteilte Weine im Koordinatensystem räumlich nah beieinander.

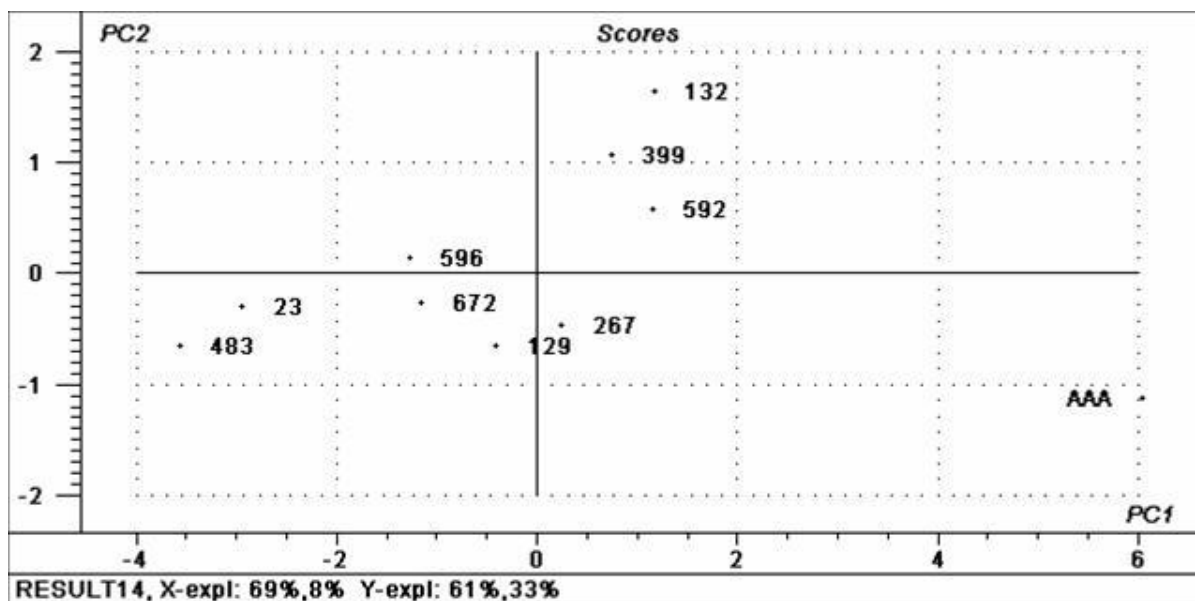


Abbildung 6.11: Übersicht der Faktorwerte der PLS Regression zur Darstellung der als „ähnlich“ oder „unterschiedlich“ empfundenen Objekten (Weine)

Der Ausgangswein AAA liegt weit entfernt von den restlichen Proben und unterscheidet sich somit auch in dieser Auswertung von den behandelten Weinen. In einem nächsten Schritt können nun die Attribute und die als Zielgröße ausgegebene Akzeptanz im Hauptkomponentenraum zusammen aufgetragen werden. In Abbildung 6.12 können die Attribute, hier als Punkte aufgetragen, als Vektoren gedeutet werden. Je länger der Vektor und je stärker dieser in die Richtung der Zielgröße zeigt, desto höher sein Einfluss auf die Akzeptanz. Im negativen Sinn gilt diese Interpretation auch für entgegengesetzte Vektoren.

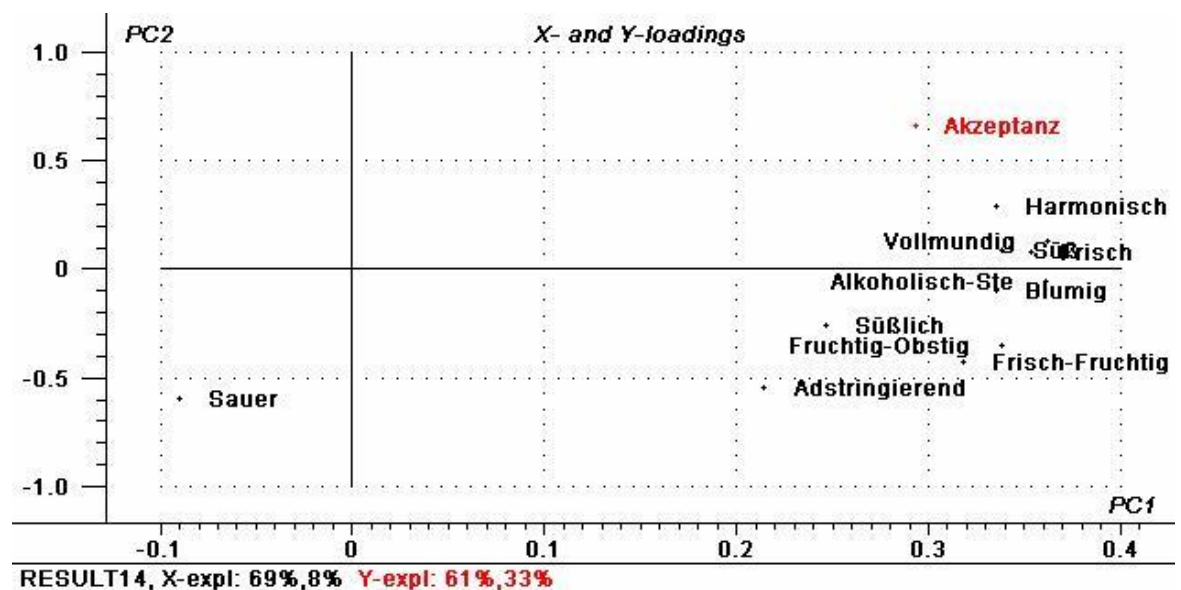


Abbildung 6.12: Übersicht der Faktorladungen der PLS Regression zur Visualisierung der Korrelation zwischen Akzeptanz und Merkmalsattributen

Diese Ergebnisübersicht zeigt eindeutig den negativen Einfluss des Attributes „sauer“ auf die Akzeptanz der verkosteten Weine. Die höchste Korrelation zwischen der Akzeptanz und den Weinattributen weisen die Merkmalseigenschaften „harmonisch“ und „vollmundig“ auf. Die PLS Regression erlaubt es auch noch, die Anzahl der unabhängigen Variablen (hier die Attribute) zu reduzieren, indem man über die zugeordneten Regressionskoeffizienten eine Auswahl trifft. Anhand der Regressionskoeffizienten (y-Achse) kann man den Einfluss der Faktoren (x-Achse) auf das Modell erkennen (Abbildung 6.13).



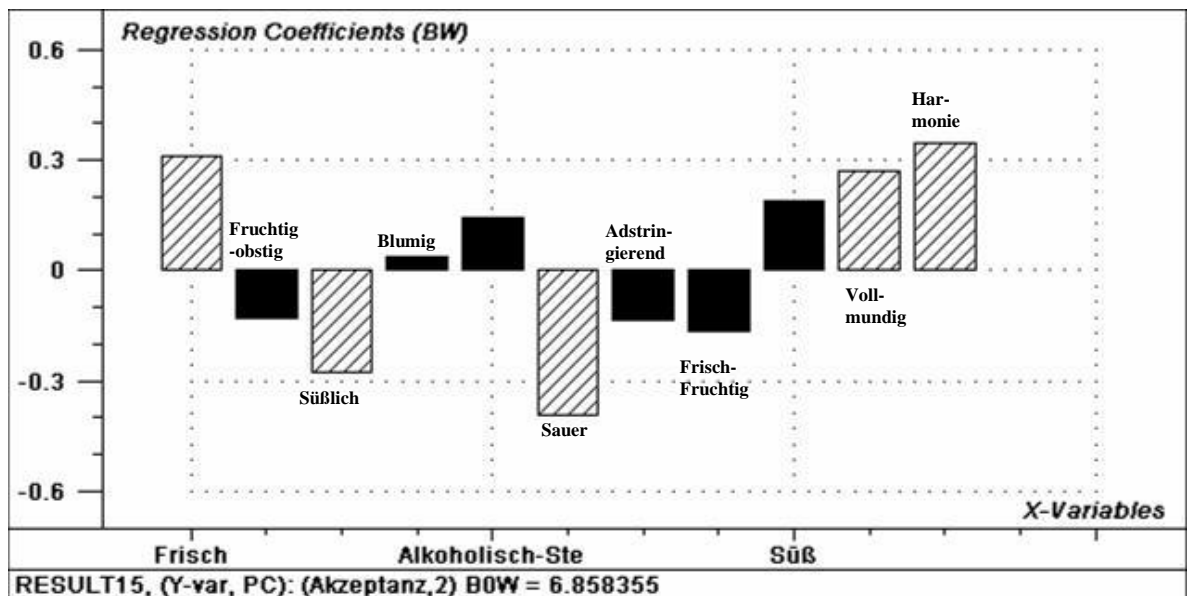


Abbildung 6.13: Auswahl der wichtigsten Merkmalsattribute anhand der Gewichtung der Regressionskoeffizienten aus dem PLSR Modell

Von ursprünglich elf Faktoren wurden die fünf Merkmalseigenschaften mit den größten Beträgen der Regressionskoeffizienten ausgewählt: „harmonisch“, „frisch“, „vollmundig“, „sauer“ und „süßlich“. Mit diesen Attributen wurde die Regression erneut durchgeführt und eine neue Ergebnismatrix erzielt, die bessere Werte als die erste aufweist (Abbildung 6.14).

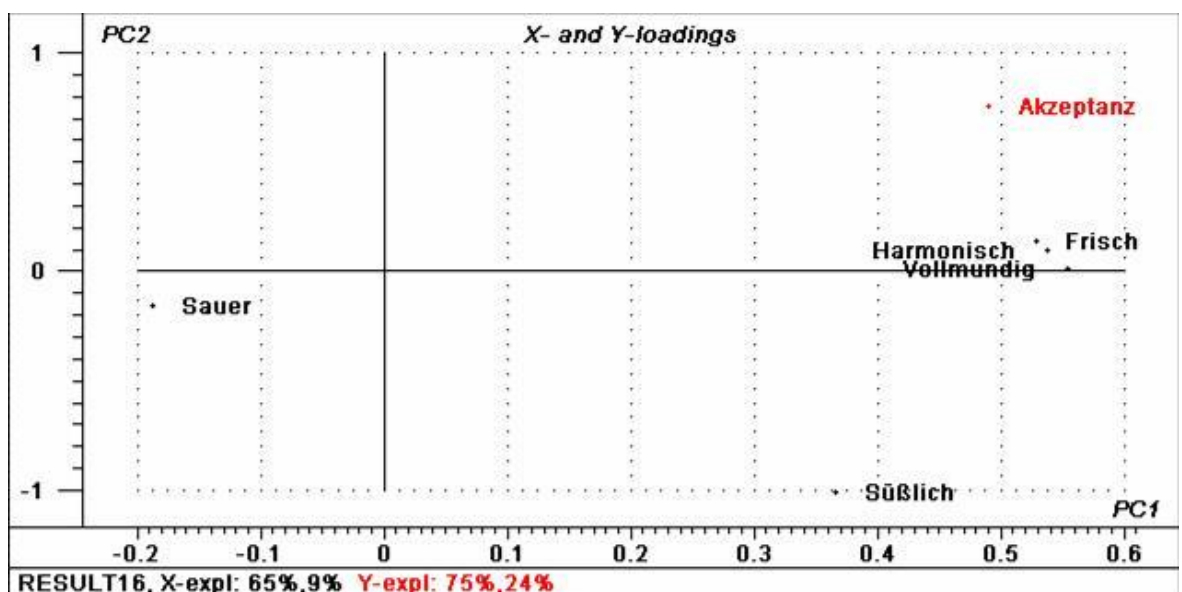


Abbildung 6.14: Darstellung der Korrelation der Merkmalsattribute und der Akzeptanz der untersuchten Weine

Dieses Modell erklärt mittels der zwei gewählten Hauptkomponenten 74 % der Gesamtvarianz der Merkmalseigenschaften (vorher 77 %). Außerdem können 99 % der Varianz der Akzeptanz durch die fünf ausgewählten Faktoren erklärt werden (vorher 94%). Somit ergibt die Reduktion der Merkmalseigenschaften noch mal eine Verbesserung des auch vorher sicher schon guten Modells bei einer akzeptablen Verringerung der erklärten Gesamtvarianz der Attribute von nur 3 Prozentpunkten. Genau wie in Abbildung 6.12 erkennt man in Abbildung 6.14 den stark positiven Einfluss der Variablen „harmonisch“, „vollmundig“ und „frisch“ auf die Akzeptanz sowie den stark negativen Einfluss des Sauereindrucks. Die so ins Modell einfließenden Merkmalseigenschaften können in ein Modell gefasst werden, das in Abbildung 6.15 zu sehen ist. Auf der x-Achse sind gemessenen Akzeptanzwerte aufgetragen, die ins Verhältnis zu den prognostizierten Werten auf der y-Achse gesetzt werden.

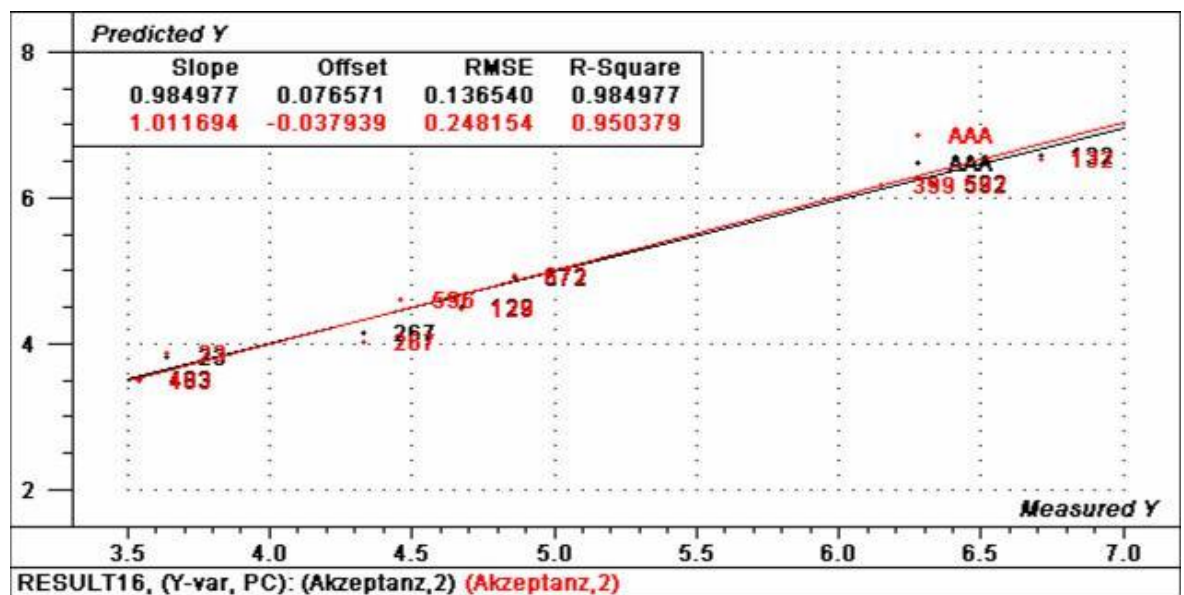


Abbildung 6.15: Neu berechnetes PLSR Modell mit der reduzierten Anzahl von Merkmalsattributen zur Vorhersage von neu beurteilten Proben durch das Prüferpanel

Es fällt auf, dass zwischen den gemessenen und prognostizierten Werten nur geringe Unterschiede herrschen, was für ein gutes Modell spricht. Dies unterstreichen auch die beiden Bestimmtheitsmaße von 0,98 und 0,95 für die beiden Regressionsgeraden, sowie die Steigung (*Slope*), die im Idealfall eins beträgt und diesem Wert sehr nahe kommt. Durch die Verknüpfung der hedonischen und deskriptiven sensorischen Daten konnte ein sehr aussagekräftiges Modell erstellt werden, das es ermöglicht unbekannte Proben

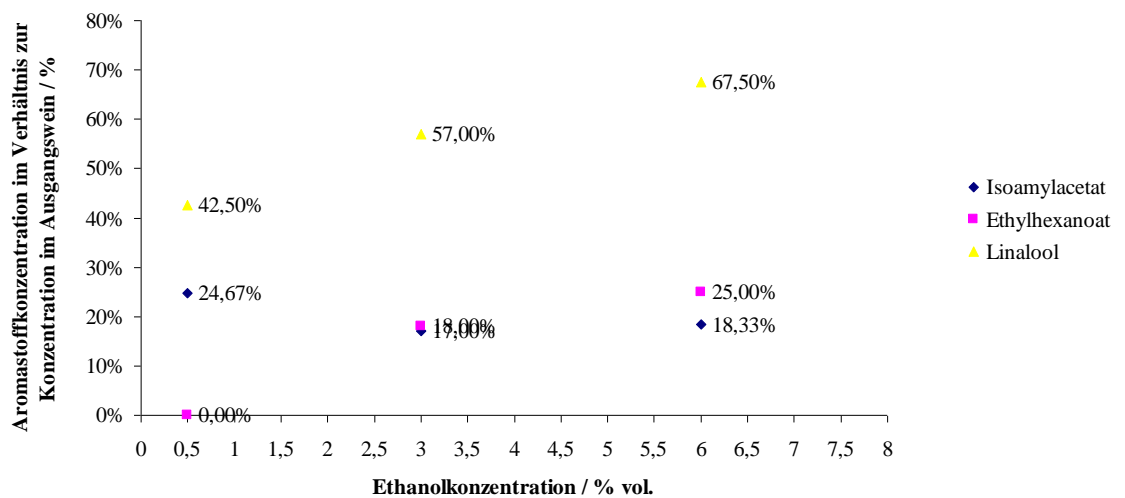
aufgrund der Panelbewertung einer Akzeptanz zuzuordnen. Voraussetzung dafür ist, dass es sich um dasselbe Panel handelt wie in den hier durchgeführten sensorischen Profilprüfungen. Am stärksten nimmt das Attribut „sauer“ Einfluss auf die Akzeptanz der Weine. Als positiv werden die Attribute „vollmundig“ und „harmonisch“ verknüpft. Dieses Ergebnis unterstützt die These, dass die alleinige Abtrennung von Ethanol aus Wein schon ein sensorisches Problem darstellt, da Ethanol der Bestandteil im Wein ist, der für das „Mundgefühl“ sorgt. Außerdem konnte in dieser Arbeit wie in vorherigen Studien bewiesen werden, dass sich der Säureeindruck mit abnehmender Ethanolkonzentration verstärkt [115]. Diese Attribute haben einen ebenso großen wenn nicht größeren Einfluss auf die Produktakzeptanz als die Konzentration der Aromakomponenten, die durch das Attribut „frisch“ vorrangig durch die Ester im Modell vertreten waren. Das Ergebnis lässt darauf schließen, dass sich auch bei gleichbleibenden Aromakonzentrationen kein „beliebtes“ entalkoholisiertes Produkt herstellen lässt. Auf der anderen Seite konnte auch gezeigt werden, dass es durchaus möglich ist, Wein in seiner Ethanolkonzentration in etwa zu halbieren ohne die Akzeptanz des Weines zu beeinflussen. Im Gegenteil, die Proben 132 (6 %, 30 °C), 592 (6%, 10 °C) und 399 (6 %, 50 °C) konnten mit einer durchschnittlichen Bewertung von 6,71, 6,33 und 6,15 teilweise sogar höhere Akzeptanzwerte erzielen als der Ausgangswein AAA mit 6,28. Damit scheint die Grenze des akzeptierten Entalkoholisierungsgrads für die Osmotische Destillation zwischen 6 und 3 Vol.-% Ethanol zu liegen (zumal der höchste Akzeptanzwert für 3prozentige Weine bei 4,86 (Probe 672) auf der Skala von 1 – 9 liegt).

#### **6.4 Verknüpfung sensorischer und analytischer Daten**

Es lassen sich funktionale Zusammenhänge zwischen den chemisch-analytisch gemessenen Konzentrationen der wertgebenden Komponenten im Wein und den in der Profilprüfung getesteten Geschmacksattributen betrachten. Es konnte festgestellt werden, dass die Aromakomponenten mit ihren in Verbindung gebrachten sensorischen Merkmalseigenschaften korrelieren: Linalool kann stark mit dem Attribut „blumig in Verbindung gebracht werden; Ethylhexanoat und Isoamylacetat bewirken in den sensorischen Versuchen die Eindrücke „frisch“, „fruchtig-obstig“ und „frisch-fruchtig“; die Ethanolkonzentration ist am stärksten mit den Eindrücken „vollmundig“ und

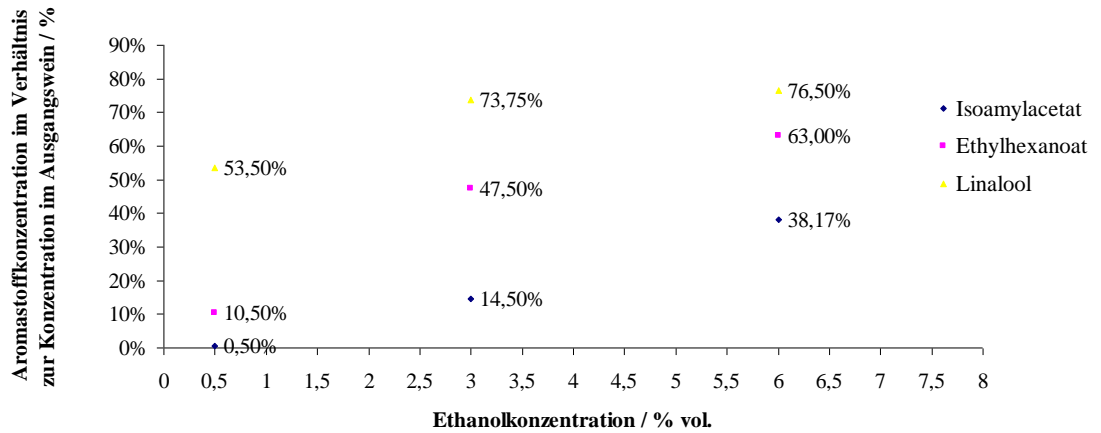
„alkoholisch-stechend“ korreliert. Diese Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass die Aromakomponenten in dieser Arbeit wie postuliert die wertgebenden Eigenschaften im Wein darstellen und dass eine erhöhte Retention dieser Substanzen zu einer stärkeren Merkmalsausprägung bei den sensorischen Untersuchungen führen. In logischer Fortsetzung dieser Überlegung können die hier gewählten Substanzen auch direkt mit den in der PLS Regression beschriebenen Zusammenhängen zwischen den Merkmalseigenschaften und der Akzeptanz in Verbindung gebracht werden. In der Auswertung der PLS Regression ergab sich vor allem ein Einfluss der Attribute „vollmundig“ und „harmonisch“ auf die Akzeptanz der Weine. Somit muss für die hier durchgeführten Versuche konstatiert werden, dass die Ethanolkonzentration, die am stärksten mit diesen Attributen in Relation zu bringen ist, den größten Einfluss auf die Beliebtheit der hergestellten Weine genommen hat. Als einziges der fünf wichtigsten die Akzeptanz beeinflussenden Attribute fließt die Merkmalseigenschaft „frisch“ in das PLS Modell ein. Besonders erweist sich der Ethanolentzug als wichtigstes Kriterium für die Erklärung der Akzeptanz, weil die mit abnehmender Ethanolkonzentration steigende Säureempfindung den größten negativen Einfluss auf die Verbraucherakzeptanz besitzt. Für das auf den Markt zu bringende Produkt gilt es daher in erster Linie einen Ausgleich der Merkmalseigenschaft „sauer“ zu erwirken. Mit dieser Maßnahme könnte die Akzeptanz der untersuchten Weine am meisten zum positiven verbessert werden und die Chance auf einen Erfolg auf dem Markt für entalkoholisierte Weine vergrößert werden. Die Feststellung, dass die Ethanolkonzentration den stärksten Einfluss auf die Produktakzeptanz innehält, lässt die verfahrenstechnische Betrachtung ein wenig in den Hintergrund rücken, da die Verbesserung der Selektivität aufgrund der gewonnenen Daten sich hier nur in geringem Maße auf die Beliebtheit auswirkt. Wäre der Einfluss der untersuchten Aromakomponenten ausgedrückt in den Merkmalsattributen „frisch-fruchtig“, „fruchtig-obstig“ und „frisch“ größer, könnte man über die in der Arbeit bewiesene Möglichkeit der Selektivitätsveränderung schon über die Prozesseinstellungen Einfluss auf die Produktqualität und –akzeptanz nehmen. In den Untersuchungen mit dem Modellwein ergab sich, dass bei höheren Temperaturen eine höhere Retention an Estern erzielt wird. Bei den Profilprüfungen und den Beliebtheitstests, die mit dem Dornfelder-Wein durchgeführt wurden, ergeben sich allerdings andere Aussagen. Bei einer höheren Retention an Aromakomponenten und einer erwiesenen Korrelation der Substanzen mit den untersuchten Merkmalsausprägungen, müssten bei der ermittelten, optimalen

Prozessparameterkombination auch die bestbewerteten Weine produziert werden. In den Auswertungen zeigt sich, dass die 50 °C-Proben, mit einer theoretisch verhältnismäßig hohen Konzentration an Estern, durchweg schlechter abschneiden als die 10 °C Proben. Eine Erklärung findet sich, wenn man die chemisch-analytischen Ergebnisse der verkosteten Weine betrachtet. In Abbildung 6.16 sind die Retentionen der 3 zugesetzten Aromakomponenten bei den als optimal ermittelten Einstellungen von 50 °C und 300 mL min<sup>-1</sup> aufgeführt.



**Abbildung 6.16: Retentionen der zugesetzten Aromakomponenten bei 50 °C und 300 mL · min<sup>-1</sup>**

Interessanterweise ergibt sich nur für das Isoamylacetat bei vollständig entalkoholisierendem Wein ein Maximum im Vergleich zu allen anderen Proben. Für die anderen Substanzen ergeben sich bessere Retentionen und damit automatisch bessere Selektivitäten für andere Temperaturen. Somit erklärt sich, warum die unter den theoretisch optimalen Bedingungen produzierten Proben bei beiden sensorischen Prüfungen nicht am besten abgeschnitten haben. Es zeigt sich, dass die Ergebnisse, die mit dem Modellwein für die Aromaretention erzielt wurden, nicht vollständig auf die verkosteten Weine übertragen werden konnten. Exemplarisch ist die Abbildung 6.17 aufgeführt, die die Mittelwerte der Aromakonzentrationen bei den mit 30 °C behandelten Weinen zeigt. Für fast jede Ethanolkonzentration können höhere Retentionen für die Ester als bei den 50 °C-Proben beobachtet werden. Höhere Linaloolkonzentrationen hingegen waren durch das Modell aus den Versuchen mit dem Modellwein erwartet worden und konnten in den Analysen der verkosteten Weine bestätigt werden.



**Abbildung 6.17: Mittelwerte der prozentualen Aromastoffkonzentrationen bei 30 °C**

Es ist zu erkennen, dass die Optima der Retentionen nicht wie durch das Modell berechnet bei den 50 °C-Proben liegen. Das berechnete Optimum für die Selektivität von 50 °C und 300 mL · min Umlaufgeschwindigkeit des Strips kann anhand der analytischen Ergebnisse demnach nicht bestätigt werden. Das bedeutet, dass zur akkuraten Prozessoptimierung die Versuche im Versuchsdesign schon mit der „Originalmatrix Wein“ durchgeführt werden sollten, da sich Wechselwirkungen zwischen den Substanzen innerhalb des komplexer zusammengesetzten „echten“ Weins und auch mit der Membran auf die Abtrennkinetik und Retention auswirken. Diese Maßnahme würde die Versuche verteuern und den allgemeinen Aufwand zur Bestimmung der optimalen Prozessparameter bei der Herstellung von teil- und entalkoholisierten Wein mittels Osmotischer Destillation erhöhen. Deshalb kann man das Vorgehen mit dem Modellwein auch weiterhin unterstützen, da bestimmte Tendenzen der Untersuchungen mit dem Modellwein in der Analytik des verkosteten Weins auch bestätigt werden können. So liegen die Retentionen für Linalool auch bei den verkosteten Weinen höher, wenn die Prozess Temperatur niedriger gehalten wird. Insgesamt lässt sich ebenfalls erkennen, dass die Ester immer noch deutlich schneller abgetrennt werden als das Linalool, was in guter Übereinstimmung mit der nur geringen Abnahme der Merkmalsausprägung „blumig“ bei den Profilprüfungen steht. Die schnelle Abnahme der Ester auch im sensorisch bewerteten Wein hingegen bewirkt schon bei den 6 Vol.-% Proben, dass die Merkmalseigenschaft „frisch“ am stärksten von den olfaktorischen Attributen an Intensität verliert. Der hohe Verlust der Ester kann mit der geringen Polarität der Substanzen und der hohen Adsorption durch Schlauch- und

Membranmaterialien erklärt werden. Bei erneuten Versuchen zur Herstellung von entalkoholisierten Weinen müsste darauf geachtet werden, dass die benutzten Materialien inerte Eigenschaften gegenüber den Weinen besitzen.

Die Diskrepanz zwischen den sensorischen und prozesstechnisch ermittelten Optima für die Weine mit 3 und 0,5 Vol.-% wurde einerseits mit den unterschiedlichen Retentionen im Modellwein und dem verkosteten Wein erklärt. Andererseits gibt es noch einen weiteren wahrscheinlichen Grund für die Inkongruenz der Ergebnisse. Selbst wenn die Retention und folglich die Selektivität bei 50 °C am höchsten gewesen wäre, wäre dies nicht gleichbedeutend mit der besten Bewertung bei sensorischen Untersuchungen. Die gewählte Prozesstemperatur wirkt sich, je nach Dauer des Prozesses, mehr oder weniger stark auf die chemische Zusammensetzung und damit auf die Produktqualität aus. Chemische Reaktionen laufen nach dem Gesetz von Arrhenius bei 40 °C Temperaturdifferenz erheblich schneller ab [9]. Damit bilden sich schneller sogenannte *Off-Flavour*, die den Geschmack des Produkts negativ beeinflussen. Im Rahmen dieser Arbeit wurden keine Indikatorsubstanzen für eine thermische Einflussnahme auf die Produktqualität untersucht. Als Beispiel dafür könnte als Substanz Hydroxymethylfurfural dienen [40], die in weiterführenden Arbeiten mit in die Untersuchungen hinzugenommen werden sollte, um den thermischen Einfluss des Prozesses messbar zu machen.

Dass die Parametereinstellungen und die damit beeinflussbare Retention der Aromasubstanzen nicht vollständig vernachlässigt werden kann, zeigt auf der anderen Seite das Ergebnis der Ethanolrückführung. Hätte der Ethanolentzug alleine Einfluss auf die Konsumentenakzeptanz, dann müssten bei diesen Weinen der Ausgangswert des Standardweins wieder sowohl bei den hedonischen als auch bei den deskriptiven Tests erreicht werden. In allen untersuchten Proben blieben jedoch sowohl die Intensitäten der Merkmalsausprägungen als auch die Akzeptanzwerte unter denen des Ausgangsweins. Für weitergehende Versuche, die den Effekt der Aromakomponenten in den behandelten Weinen beurteilen sollen, müssten unterschiedliche Aromakonzentrationen in Weinen mit definierten Ethanolkonzentrationen untersucht werden. Dies wird mit dem Naturprodukt Wein, das natürlichen Schwankungen in seiner Zusammensetzung unterliegt, nur äußerst schwer zu erreichen sein. Eine weitere Möglichkeit, die Aromaretention im Ausgangswein zu erhöhen, liegt in der Veränderung der Gradienten über die Membran. Das permeierte Ethanol könnte durch Destillation auf der Stripseite abgetrennt werden. Jedoch müsste hierfür untersucht werden, ob sich die wichtigen Aromakomponenten dadurch nicht

ebenfalls auf der Stripseite zu stark reduzieren und den Stofftransportgradienten in gleichem Maße vergrößern. Auch ein biologischer Abbau des Ethanol auf der Stripseite könnte zu einer verbesserten Selektivität des Prozesses führen. Dieser Lösungsansatz hätte den Vorteil, dass unter aerober Fermentationsführung die im Fermentationsprozess eingesetzte (Wein-)Hefe *Saccharomyces cerevisiae* Ethanol katabolisieren könnte und auf der anderen Seite Wein-eigene Aromakomponenten bildet, die den Konzentrationsgradienten für diese Substanzen herabsetzt. Auf diese Weise könnte die Selektivität in doppelter Hinsicht verbessert werden.

Die Bewertung der Osmotischen Destillation im Rahmen dieser Arbeit ergab, dass es möglich ist, teilentalkoholisierte Weine (~ 6 Vol.-%) zu produzieren, deren sensorische Akzeptanz einem unbehandelten Wein gleich kommt. Das Ziel, einen sensorisch akzeptablen entalkoholisierten Wein herzustellen, wurde nicht erreicht. Die aufgezeigte Methodik könnte jedoch dabei helfen, diesem Ziel in Zukunft näher zu kommen. Durch den verfahrenstechnischen Teil der Arbeit konnten Optimierungsansätze herausgearbeitet werden, die den Versuchsaufbau und die Prozessführung betreffen. Des Weiteren gibt der sensorische Teil Auskunft darüber, wie das erhaltene Produkt verbessert werden könnte.



## 7 Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde untersucht, welchen Einfluss die Entalkoholisierung mittels Osmotischer Destillation auf die sensorischen Eigenschaften alkoholreduzierter und entalkoholisierter Rotweine hat. Anhand der Ergebnisse dieser Arbeit sollte ermittelt werden, ob die Aromastoffverluste während des Entalkoholisierungsprozesses auf einem sensorisch akzeptablen Niveau gehalten werden können, und die Osmotische Destillation somit zur Herstellung alkoholreduzierter und bestenfalls auch entalkoholisierter Weine mit einer für den Konsumenten akzeptablen sensorischen Qualität geeignet ist. Die Prozessparameter der Osmotischen Destillation wurden auf ihren Einfluss auf die Abtrennkinetik getestet. Die Erkenntnisse sollten dazu beitragen, eine maximale Retention der Aromakomponenten im Verhältnis zur Ethanolreduktion herbeizuführen und gegebenenfalls eine Verbesserung der Produktqualität und –akzeptanz zu erzielen.

Bei den Untersuchungen wurden aus einem aromatisierten Rotwein mittels Osmotischer Destillation sowohl alkoholreduzierte Weine mit Ethanolgehalten von 6 und 3 Vol.-% als auch entalkoholisierte Weine mit einem Ethanolgehalt von 0,5 Vol.-% bei unterschiedlichen Prozesseinstellungen hergestellt. Zur Ermittlung des Einflusses der Entalkoholisierungstechnologie auf das Weinaroma unabhängig vom Ethanolgehalt wurde bei den entalkoholisierten Weinen eine Ethanolrückführung auf deren Ursprungsethanolgehalt durchgeführt. Die hergestellten Weinproben wurden sensorisch sowohl mittels Profilprüfung als auch hedonischer Prüfung beschrieben. Bei der sensorischen Analyse wurde festgestellt, dass die durch Osmotische Destillation entalkoholisierten und alkoholreduzierten Weine eine vom „traditionellen Wein“ abweichende sensorische Qualität besitzen. Die sensorischen Ergebnisse zeigen, dass der Wein mit erhöhten Grad der Entalkoholisierung sein charakteristisches Aroma, sowie seine Vollmundigkeit und Harmonie verloren hat, während die Säure stark hervorgetreten ist. Von dieser Problematik waren besonders die vollständig entalkoholisierten Weine betroffen. Sie verloren erheblich an sensorischer Qualität und wurden in der hedonischen Prüfung von nur 25 % als positiv bewertet. Die Osmotische Destillation setzt sich somit nicht von schon existierenden Entalkoholisierungsmethoden ab.

Die sensorische Qualität der alkoholreduzierten Weine konnte unterschiedlich beurteilt werden. In der Beliebtheitsprüfung wurden die 6 Vol.-% Weine als beliebt und im gleichen Akzeptanzbereich wie der Ausgangswein eingestuft. Somit kann die Osmotische

Destillation als geeigneter Prozess zur Herstellung teilentalkoholisierter Weine angesehen werden. Teilweise erreichten auch die auf drei Prozent reduzierten Weine ähnlich intensive Merkmalsausprägungen wie die 6 Vol.-% Proben. In der Beliebtheit fallen die 3 Vol.-% allerdings doch so weit ab, dass an der Marktfähigkeit dieser Produkte gezweifelt werden kann. Auch die Verknüpfung der deskriptiven und affektiven Daten gab Aufschluss darüber, dass speziell der Wein mit einem Ethanolgehalt von 6 Vol.-% ein mögliches Alternativgetränk zu traditionellem Wein darstellen kann.

Ferner konnte festgestellt werden, dass der Wein durch den Entalkoholisierungsprozess, unabhängig vom Ethanolgehalt, an Bukett verliert, da die Merkmalsausprägungen der ethanolrückgeführten Weine trotz des ursprünglichen Ethanolgehalts ihre Intensitäten im Ausgangswein nicht wieder erreichen konnten.

Die Betrachtung der Prozessparameter hat ergeben, dass ein Einfluss auf die Selektivität und damit auf den Verbleib der Aromastoffe im Verhältnis zu Ethanol erzielt werden kann. Die Auswertungen der sensorischen Untersuchungen ergaben jedoch, dass die Selektivitätsverbesserungen innerhalb der verkosteten Weine keinen sehr großen Einfluss auf die Produktakzeptanz hatten. Der Einfluss der Ethanolreduktion hatte in diesen Untersuchungen ein überproportionales Gewicht an der Beurteilung der Produktqualität und -akzeptanz.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Anwendbarkeit der Osmotischen Destillation zur Entalkoholisierung von Wein unter den gegebenen Bedingungen begrenzt ist, da ein sensorisch akzeptables Niveau bei den entalkoholisierten Produkten nicht erreicht werden konnte. Die OD kann diesbezüglich lediglich eine gleichwertige Alternative zu den bisher eingesetzten Entalkoholisierungsverfahren darstellen. Die aufgezeigten Verbesserungsmöglichkeiten, insbesondere bei der Aromaretention, könnten die Einflüsse der Selektivität auf das Produkt steigern lassen und sich positiv in einer verbesserten Produktqualität und -akzeptanz niederschlagen. Für sich anschließende Untersuchungen bietet die in dieser Arbeit aufgezeigte Vorgehensweise eine gute Bewertungs- und Vergleichsgrundlage.

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] Anon.: DIN ISO 10961, Schulung von Prüfpersonen für sensorische Prüfungen. Berlin: Beuth 1999.
- [2] Anon.: Referenzwerte für die Nährstoffzufuhr. Frankfurt: Deutsche Gesellschaft für Ernährung 2000.
- [3] ALI, F.; DORNIER, M.; DUQUENOY, A.; REYNES, M.: Evaluating transfers of aroma compounds during the concentration of sucrose solutions by osmotic distillation in a batch-type pilot plant. In: *Journal of Food Engineering*, **60** (2003), 1, S. 1-8
- [4] ALI, F.; PERSAUD, T. V. N.: Mechanisms of Fetal Alcohol Effects - Role of Acetaldehyde. In: *Experimental Pathology*, **33** (1988), 1, S. 17-21
- [5] ALVES, V. D.; COELHO, I. M.: Mass transfer in osmotic evaporation: effect of process parameters. In: *Journal of Membrane Science*, **208** (2002), 1-2, S. 171-179
- [6] ALVES, V. D.; COELHO, I. M.: Effect of membrane characteristics on mass and heat transfer in the osmotic evaporation process. In: *Journal of Membrane Science*, **228** (2004), 2, S. 159-167
- [7] ALVES, V. D.; KOROKNAI, B.; BELAFI-BAKO, K.; COELHO, I. M.: Using membrane contactors for fruit juice concentration. In: *Desalination*, **162** (2004), 1-3, S. 263-270
- [8] ANON. *Sensorische Prüfverfahren - Profilprüfung - Teil 4: Prüfpläne*. 2002.
- [9] ATKINS, P.: *Physikalische Chemie*. Wiley-VCH 2002.
- [10] BAGGER-JORGENSEN, R.; MEYER, A. S.; VARMING, C.; JONSSON, G.: Recovery of volatile aroma compounds from black currant juice by vacuum membrane distillation. In: *Journal of Food Engineering*, **64** (2004), 1, S. 23-31
- [11] BAKER, R. W.; CUSSLER, E. L.; EYKAMP, W.; KOROS, W. J.; RILEY, R. L.; STRATHMANN, H.: *Membrane separation systems*. Park Ridge, NJ, USA: Noyes Data Corporation 1991.
- [12] BANAT, F. A.; AL-RUB, F. A.; SHANNAG, M.: Modeling of dilute ethanol-water mixture separation by membrane distillation. In: *Separation and Purification Technology*, **16** (1999), 2, S. 119-131

- [13] BANAT, F. A.; AL-RUB, F. A.; SHANNAG, M.: Simultaneous removal of acetone and ethanol from aqueous solutions by membrane distillation: prediction using the Fick's and the exact and approximate Stefan-Maxwell relations. In: *Heat and Mass Transfer*, **35** (1999), 5, S. 423-431
- [14] BANAT, F. A.; AL-SHANNAG, M.: Recovery of dilute acetone-butanol-ethanol (ABE) solvents from aqueous solutions via membrane distillation. In: *Bioprocess Engineering*, **23** (2000), 6, S. 643-649
- [15] BANAT, F. A.; SIMANDL, J.: Membrane distillation for propanone removal from aqueous streams. In: *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, **75** (2000), 2, S. 168-178
- [16] BANDINI, S.; GOSTOLI, C.; SARTI, G. C.: Role of Heat and Mass-Transfer in Membrane Distillation Process. In: *Desalination*, **81** (1991), 1-3, S. 91-106
- [17] BARBE, A. M.; BARTLEY, J. P.; JACOBS, A. L.; JOHNSON, R. A.: Retention of volatile organic flavour/fragrance components in the concentration of liquid foods by osmotic distillation. In: *Journal of Membrane Science*, **145** (1998), 1, S. 67-75
- [18] BAUDOT, A.; FLOURY, J.; SMORENBURG, H. E.: Liquid-liquid extraction of aroma compounds with hollow fiber contactor. In: *Aiche Journal*, **47** (2001), 8, S. 1780-1793
- [19] BELITZ, H. D.; GROSCH, W.; SCHIEBERLE, P.: *Lehrbuch der Lebensmittelchemie*. 5. Auflage. Springer Verlag 2005.
- [20] BESSABAROV, D. *New opportunities for osmotic membrane distillation*. 2006.
- [21] BOCQUET, S.; TORRES, A.; SANCHEZ, J.; RIOS, G. M.; ROMERO, J.: Modeling the mass transfer in solvent-extraction processes with hollow-fiber membranes. In: *Aiche Journal*, **51** (2005), 4, S. 1067-1079
- [22] BOI, C.; BANDINI, S.; SARTI, G. C.: Pollutants removal from wastewaters through membrane distillation. In: *Desalination*, **183** (2005), 1-3, S. 383-394
- [23] BRODARD, F.; ROMERO, J.; BELLEVILLE, M. P.; SANCHEZ, J.; COMBE-JAMES, C.; DORNIER, M.; RIOS, G. M.: New hydrophobic membranes for osmotic evaporation process. In: *Separation and Purification Technology*, **32** (2003), 1-3, S. 3-7
- [24] BROSIUS, F.: *SPSS14*. Heidelberg: Springer 2006.
- [25] BUSCH-STOCKFISCH, M.: *Praxishandbuch Sensorik in der Produktentwicklung und Qualitätssicherung*. 14. Auflage. Hamburg: Behr-Verlag 2006.

- [26] CARERI, M.; MANGIA, A.; BARBIERI, G.; BOLZONI, L.; VIRGILI, R.; PAROLARI, G.: Sensory Property Relationships to Chemical-Data of Italian-Type Dry-Cured Ham. In: *Journal of Food Science*, **58** (1993), 5, S. 968-972
- [27] CARLINI, P.; MASSANTINI, R.; MENCARELLI, F.: Vis-NIR measurement of soluble solids in cherry and apricot by PLS regression and wavelength selection. In: *J. Agric. Food Chem.*, **48** (2000), 11, S. 5236-5242
- [28] CAYOT, N.: Sensory quality of traditional foods. In: *Food Chemistry*, **101** (2007), 1, S. 154-162
- [29] CELERE, M.; GOSTOLI, C.: The heat and mass transfer phenomena in osmotic membrane distillation. In: *Desalination*, **147** (2002), 1-3, S. 133-138
- [30] CHRISTMANN, M.: *Veränderung der Weininhaltsstoffe unter besonderer Berücksichtigung der Weinaromen bei der Entalkoholisierung von Weinen mit kombinierter Dialyse-Vakuumdestillation*. 1989.
- [31] CLIFF, M. A.; KING, M. C.; SCHLOSSER, J.: Anthocyanin, phenolic composition, colour measurement and sensory analysis of BC commercial red wines. In: *Food Research International*, **40** (2007), 1, S. 92-100
- [32] CLOS, D.: *Chemische und sensorische Auswirkungen physikalischer Konzentrierungsverfahren auf Most und Wein*. 2003.
- [33] COELHO, I. M.; CARDOSO, M. M.; VIEGAS, R. M. C.; CRESPO, J. P. S. G.: Transport mechanisms and modelling in liquid membrane contactors. In: *Separation and Purification Technology*, **19** (2000), 3, S. 183-197
- [34] COKER, D. T.; FREEMAN, B. D.; FLEMING, G. K.: Modeling multicomponent gas separation using hollow-fiber membrane contactors. In: *Aiche Journal*, **44** (1998), 6, S. 1289-1302
- [35] COUREL, M.; DORNIER, M.; HERRY, J. M.; RIOS, G. M.; REYNES, M.: Effect of operating conditions on water transport during the concentration of sucrose solutions by osmotic distillation. In: *Journal of Membrane Science*, **170** (2000), 2, S. 281-289
- [36] COUREL, M.; DORNIER, M.; RIOS, G. M.; REYNES, M.: Modelling of water transport in osmotic distillation using asymmetric membrane. In: *Journal of Membrane Science*, **173** (2000), 1, S. 107-122
- [37] COUREL, M.; TRONEL-PEYROZ, E.; RIOS, G. M.; DORNIER, M.; REYNES, M.: The problem of membrane characterization for the process of osmotic distillation. In: *Desalination*, **140** (2001), 1, S. 15-25

- [38] CUENAT, P.: Alternative beverages without alcohol - dealcoholized wine, beer and cider. In: *Flüssiges Obst*, **57** (1990), 7, S. 447-452
- [39] CURCIO, E.; DRIOLI, E.: Membrane distillation and related operations - A review. In: *Separation and Purification Reviews*, **34** (2005), 1, S. 35-86
- [40] DELAIGLESIA, F.; LAZARO, F.; PUCHADES, R.; MAQUIEIRA, A.: Automatic determination of 5-hydroxymethylfurfural (5-HMF) by a flow injection method. In: *Food Chemistry*, **60** (1997), 2, S. 245-250
- [41] DEUTSCHER WEINFONDS A.D.Ö.R.: *German Wine Statistics, 2007*. - ULR: [www.deutscheweine.de](http://www.deutscheweine.de)
- [42] DRIOLI, E.; CRISCUOLI, A.; CURCIO, E.: *Membrane Contactors: Fundamentals, Applications and Potentialities*. 1. Amsterdam: Elsevier B.V. 2006.
- [43] DRIOLI, E.; CRISCUOLI, A.; CURCIO, E.: Membrane contactors and catalytic membrane reactors in process intensification. In: *Chemical Engineering & Technology*, **26** (2003), 9, S. 975-981
- [44] DRIOLI, E.; CURCIO, E.; DI PROFIO, G.: State of the Art and recent Progresses in Membrane Contactors. In: *Chemical Engineering Research and Design*, **83** (2005), A3, S. 223-233
- [45] D'HAUTEVILLE, F.: Consumer Acceptance of Low Alcohol Wines. In: *International Journal of Wine Marketing*, **6** (1994), S. 35-48
- [46] ESBENSEN, K.: *Multivariate Data Analysis*. 5. CAMO Software AS 2006.
- [47] EXLER, A. *Vom Wein beseelt*. Die Zeit . 2007. Hamburg, Die Zeit.
- [48] FENAROLI, G.: *Fenaroli's handbook of Flavor ingredients*. 4. Auflage. Boca Raton: CRC Press 2002.
- [49] FERREIRA, V.; RAPP, A.; CACHO, J. F.; HASTRICH, H.; YAVAS, I.: Fast and Quantitative-Determination of Wine Flavor Compounds Using Microextraction with Freon-113. In: *J. Agric. Food Chem.*, **41** (1993), 9, S. 1413-1420
- [50] FETTER, K.; SCHÖLLER, S.: Entalkoholisierter Wein: Geschmackliche Analyse. In: *Die Weinwirtschaft-Technik*, **9** (1989), 1, S. 21-23
- [51] FISCHER, U.: *Massenbilanz der Aromastoffe bei der Entalkoholisierung von Wein: Korrelation chemischer und sensorischer Datensätze*. 1995.

- [52] FLIEDNER, I.; WILHELMI, F.: *Grundlagen und Prüfverfahren in der Lebensmittelsensorik*. Hamburg: Behr 1989.
- [53] FRANCIS, F. J.: *Encyclopedia of Food Science and Technology*. 2. Auflage. New York: John Wiley and Sons 2000.
- [54] FRANKE, C.: *Allgemeines Lehrbuch der Lebensmittelchemie*. 3. Auflage. Hamburg: Behr 1996.
- [55] FULLARTON, D.; SCHLUNDER, E. U.: Diffusion Distillation - A New Separation Process for Azeotropic Mixtures .1. Selectivity and Transfer Efficiency. In: *Chemical Engineering and Processing*, **20** (1986), 5, S. 255-263
- [56] GABELMAN, A.; HWANG, S. T.: Hollow fiber membrane contactors. In: *Journal of Membrane Science*, **159** (1999), 1-2, S. 61-106
- [57] GLASNER, W.: *Varianzanalyse*. 1. Auflage. Stuttgart: Fischer 1978.
- [58] GOLDBERG, D. M.; SOLEAS, G. J.; LEVESQUE, M.: Moderate alcohol consumption: the gentle face of Janus. In: *Clinical Biochemistry*, **32** (1999), 7, S. 505-518
- [59] GOSTOLI, C.: Thermal effects in osmotic distillation. In: *Journal of Membrane Science*, **163** (1999), 1, S. 75-91
- [60] GOSTOLI, C.; SARTI, G. C. *Separation of Liquid Mixtures by Membrane Distillation*. *Journal of Membrane Science* 41, 211-224. 1989.
- [61] GRYTA, M.: Osmotic MD and other membrane distillation variants. In: *Journal of Membrane Science*, **246** (2005), 2, S. 145-156
- [62] GUTH, H.: Comparison of Different White Wine Varieties in Odor Profiles by Instrumental Analysis and Sensory Studies. In: EBELER, S.; WATERHOUSE, A. (Hrsg.): *Chemistry of Wine Flavor*. Washington: American Chemical Society 1999,
- [63] HEYMANN, H.; NOBLE, A. C.: Descriptive Analysis of Commercial Cabernet-Sauvignon Wines from California. In: *American Journal of Enology and Viticulture*, **38** (1987), 1, S. 41-44
- [64] HO, R.: *Handbook of univariate and multivariate data analysis and interpretation with SPSS*. Boca Raton: Chapman&Hall/CRC 2006.
- [65] HOGAN, P. A.; CANNING, R. P.; PETERSON, P. A.; JOHNSON, R. A.; MICHAELS, A. S.: A new option: Osmotic distillation. In: *Chemical Engineering Progress*, **94** (1998), 7, S. 49-61

- [66] IMHOF, A.; BLAGIEVA, R.; MARX, N.; KOENIG, W.: Drinking modulates monocyte migration in healthy subjects: A randomised intervention study of water, ethanol, beer and red wine with or without alcohol. In: *European Heart Journal*, **27** (2006), S. 12-13
- [67] IVERSEN, S. B.; BHATIA, V. K.; DAMJOHANSEN, K.; JONSSON, G.: Characterization of microporous membranes for use in membrane contactors. In: *Journal of Membrane Science*, **130** (1997), 1-2, S. 205-217
- [68] KESSLER, H. G.: *Lebensmittel- und Bioverfahrenstechnik - Molkereitechnologie*. Muenchen: Verlag A. Kessler 1996.
- [69] KESSLER, W.: *Multivariate Datenanalyse*. Wiley-VCH Verlag 2007.
- [70] KLATSKY, A. L.: Alcohol, cardiovascular diseases and diabetes mellitus. In: *Pharmacological Research*, **55** (2007), 3, S. 237-247
- [71] KLEPPMANN; WILHELM: *Taschenbuch Versuchsplanung*. 1998.
- [72] KOUSSISSI, E.; PATERSON, A.; PIGGOTT, J. R.: Sensory profiling of aroma in Greek dry red wines using rank-rating and monadic scoring related to headspace composition. In: *European Food Research and Technology*, **225** (2007), 5-6, S. 749-756
- [73] KRAMMER, G. E.; GÜNERT, M.; LAMBRECHT, S.; SOMMER, H.: Volatile Compounds affecting the aroma of vitis vinifera. In: WATERHOUSE, A.; EBELER, S. (Hrsg.): *Chemistry of Wine Flavor*. Washington: American Chemical Society 1999,
- [74] KRÜGER, K. *Mode zum Essen, Trends zum Trinken*. Frankfurter Allgemeine Sonntagszeitung (51). 2006.
- [75] KUNZ, W.; BENHABILES, A.; BENAIM, R.: Osmotic evaporation through macroporous hydrophobic membranes: A survey of current research and applications. In: *Journal of Membrane Science*, **121** (1996), 1, S. 25-36
- [76] LANXESS: Sicherheitsdatenblatt und Produktinformation - Velcorin. Lanxess 2006.
- [77] LAWLESS, H. T.: Descriptive analysis of complex odors: reality, model or illusion? In: *Food Quality and Preference*, **10** (1999), 4-5, S. 325-332
- [78] LAWSON, K. W.; LLOYD, D. R.: Membrane distillation .2. Direct contact MD. In: *Journal of Membrane Science*, **120** (1996), 1, S. 123-133



- [79] LAWSON, K. W.; LLOYD, D. R.: Membrane distillation. In: *Journal of Membrane Science*, **124** (1997), 1, S. 1-25
- [80] LETENNEUR, L.: Moderate Alcohol Consumption and Risk of Developing Dementia in the Elderly: The Contribution of Prospective Studies. In: *Annals of Epidemiology*, **17** (2007), 5, Supplement 1, S. S43-S45
- [81] LIPNIZKI, F.; FIELD, R. W.: Mass transfer performance for hollow fibre modules with shell-side axial feed flow: using an engineering approach to develop a framework. In: *Journal of Membrane Science*, **193** (2001), 2, S. 195-208
- [82] LIPNIZKI, F.; NIELSEN, C. E.; BETCKE, R.; CAPRIO, J. D.: Food & bev: anyone for a tasty beverage? In: *Filtration & Separation*, **43** (2006), 2, S. 14-18
- [83] MAARSE, H.: *Volatile Compounds in Foods and Beverages*. 1. Auflage. New York: Dekker 1991.
- [84] MEILGAARD, M.: *Sensory Evaluation Techniques*. 3. Auflage. Boca Raton: CRC Press 1999.
- [85] MELIN, T.: *Membrane Processes*. Aachen, RWTH, Institut für Verfahrenstechnik, Vorlesungsskript, 2005.
- [86] NAGARAJ, N.; PATIL, G.; BABU, B. R.; HEBBAR, U. H.; RAGHAVARAO, K. S. M. S.; NENE, S.: Mass transfer in osmotic membrane distillation. In: *Journal of Membrane Science*, **268** (2006), 1, S. 48-56
- [87] NEUMANN, R.; MOLNAR, P.: *Sensorische Lebensmitteluntersuchung*. 2. Auflage. Leipzig: Fachbuchverlag 1991.
- [88] NEY, K. H.: *Lebensmittelaromen*. Hamburg: Behr 1982.
- [89] PAGES, J.; TENENHAUS, M.: Multiple factor analysis combined with PLS path modelling. Application to the analysis of relationships between physicochemical variables, sensory profiles and hedonic judgements. In: *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, **58** (2001), 2, S. 261-273
- [90] PETROTOS, K. B.; LAZARIDES, H. N.: Osmotic concentration of liquid foods. In: *Journal of Food Engineering*, **49** (2001), 2-3, S. 201-206
- [91] PICKERING, G.: Low- and Reduced-alcohol Wine: A Review. In: *Journal of Wine Research*, **11** (2000), 2, S. 129-144

- [92] PICKERING, G. J.; HEATHERBELL, D. A.; BARNES, M. F.: The production of reduced-alcohol wine using glucose oxidase-treated juice. Part III. Sensory. In: *American Journal of Enology and Viticulture*, **50** (1999), 3, S. 307-316
- [93] RAMTEKE, R. S.; EIPESON, W. E.; PATWARDHAN, M. V.: Behavior of Aroma Volatiles During the Evaporative Concentration of Some Tropical Fruit Juices and Pulps. In: *Journal of the Science of Food and Agriculture*, **50** (1990), 3, S. 399-405
- [94] RAPP, A.: Aromastoffe des Weines: Beziehungen zwischen instrumenteller Analytik und sensorischer Beurteilung. In: *Lebensmittelchemie*, **50** (1996), 6, S. 149-154
- [95] RAPP, A.: Volatile flavour of wine: Correlation between instrumental analysis and sensory perception. In: *Nahrung-Food*, **42** (1998), 6, S. 351-363
- [96] RAUTENBACH, R.; MELIN, T.: *Membranverfahren*. 3. Berlin: Springer Verlag 2006.
- [97] REKTOR, A.; VATAI, G.; BEKASSY-MOLNAR, E.: Multi-step membrane processes for the concentration of grape juice. In: *Desalination*, **191** (2006), 1-3, S. 446-453
- [98] ROMERO, J.; RIOS, G. M.; SANCHEZ, J.; BOCQUET, S.; SAVEDRA, A.: Modeling heat and mass transfer in osmotic evaporation process. In: *Aiche Journal*, **49** (2003), 2, S. 300-308
- [99] SCHEFFLER: *Statistische Versuchsplanung*. Stuttgart: DVG 1997.
- [100] SCHOBINGER, U.; DÜRR, P.: Diätetische und sensorische Aspekte alkoholfreier Weine. In: *Alimenta*, **22** (1983), S. 33-36
- [101] SCHOBINGER, U.; DÜRR, P.: Die Entalkoholisierung von Wein und Fruchtweinen. In: *Schweizerische Zeitschrift für Obst- und Weinbau*, **122** (1986), 4, S. 98-110
- [102] SCHREIER, P.: Flavor Composition of Wines - Review. In: *Crc Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, **12** (1979), 1, S. 59-111
- [103] SCHREIER, P.; MOSANDL, A.: Aromaforschung heute. In: *Chemie in Unserer Zeit*, (1985),
- [104] SOLEAS, G. J.; DIAMANDIS, E. P.; GOLDBERG, D. M.: Wine as a biological fluid: History, production, and role in disease prevention. In: *Journal of Clinical Laboratory Analysis*, **11** (1997), 5, S. 287-313

- [105] STANLEY, L. L.; PATRICIA MAZIER, M. J.: Potential explanations for the French paradox. In: *Nutrition Research*, **19** (1999), 1, S. 3-15
- [106] STAUDE, E.: *Membranen und Membranprozesse*. 1. Aufl. Weinheim: VCH Verlag 1992.
- [107] STRUCK, A.: *Untersuchung und Optimierung von Hohlfasermodule für die Stickstoffanreicherung durch Gaspermeation*. Aachen, Fakultät für Maschinenwesen, Doktor-Ingenieur, 1998.
- [108] TERNES, W.; TAUTE, A.; TUNGER, L.; ZOBEL, M.: *Das Lebensmittel-Lexikon*. 4. Auflage. Hamburg: Behr 2005.
- [109] THIELE, T.: *Statistische Versuchsplanung in der Lebensmittel- und Konsumgüterindustrie*. 2006.
- [110] VIET BUI, A.: *A study of osmotic distillation in a hollow fibre module*. Richmond, Australien, University of Western Sydney, Centre for advanced food research, Master Thesis, 2002.
- [111] VOILLEY, A.; LUBBERS, S.: Flavor-Matrix Interactions in Wine. In: WATERHOUSE, A.; EBELER, S. (Hrsg.): *Chemistry of Wine Flavor*. Washington: American Chemical Society 1999, S. pp. 217-229
- [112] WANG, Z.; ZHENG, F.; WU, Y.; WANG, S. C.: Membrane osmotic distillation and its mathematical simulation. In: *Desalination*, **139** (2001), 1-3, S. 423-428
- [113] WEISSBRODT, J.; MANTHEY, M.; DITGENS, B.; LAUFENBERG, G.; KUNZ, B.: Separation of aqueous organic multi-component solutions by reverse osmosis - development of a mass transfer model. In: *Desalination*, **133** (2001), 1, S. 65-74
- [114] Wiesgen-Pick, A.: *Bundesverband der Deutschen Spirituosenindustrie*, 1.8.2005. - ULR: <http://www.bsi-bonn.de/statistik/images/verbrauch.pdf>
- [115] WILLIAMS, A. A.: Flavor effects of Ethanol in alcoholic beverages. In: *The Flavour Industry*, **3** (1972), S. 604-607
- [116] WILLIAMS, A. A.; ROSSER, P. R.: Aroma Enhancing Effects of Ethanol. In: *Chem. Senses*, **6** (1981), 2, S. 149-153
- [117] WU, J.; CHEN, V.: Shell-side mass transfer performance of randomly packed hollow fiber modules. In: *Journal of Membrane Science*, **172** (2000), 1-2, S. 59-74

- [118] WUCHERPFENNIG, K.; MILLIES, K. D.; CHRISTMANN, M.: Herstellung entalkoholisierte Weine unter besonderer Berücksichtigung des Dialyseverfahrens. In: *Die Weinwirtschaft-Technik*, **6** (1986), 9, S. 346-354
- [119] WÜRDIG, G.; WOLLNER, R.: *Chemie des Weines*. Stuttgart: Ullmer 1989.
- [120] WUST, M.: Biochemistry of wines - Quality determined in nanograms. In: *Chemie in Unserer Zeit*, **37** (2003), 1, S. 8-17
- [121] ZHANG, G. L.; CUSSLER, E. L.: Distillation in hollow fibers. In: *Aiche Journal*, **49** (2003), 9, S. 2344-2351

## 9 Anhang

### 9.1 Kalibriergerade der Ethanolanalytik

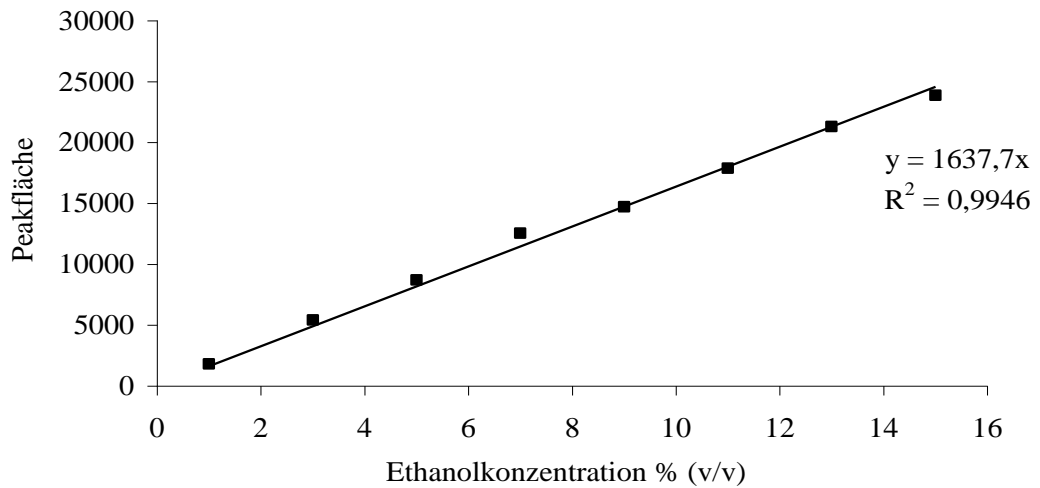


Abbildung 9.1: Kalibriergerade für Ethanol

### 9.2 Kalibriergeraden der Aromakomponenten

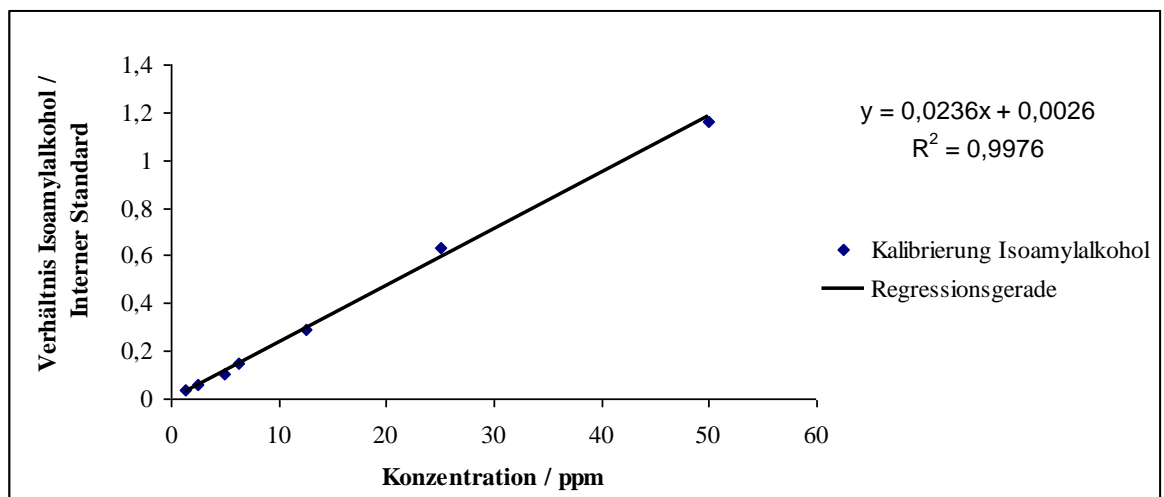


Abbildung 9.2: Kalibriergerade für Isoamylalkohol

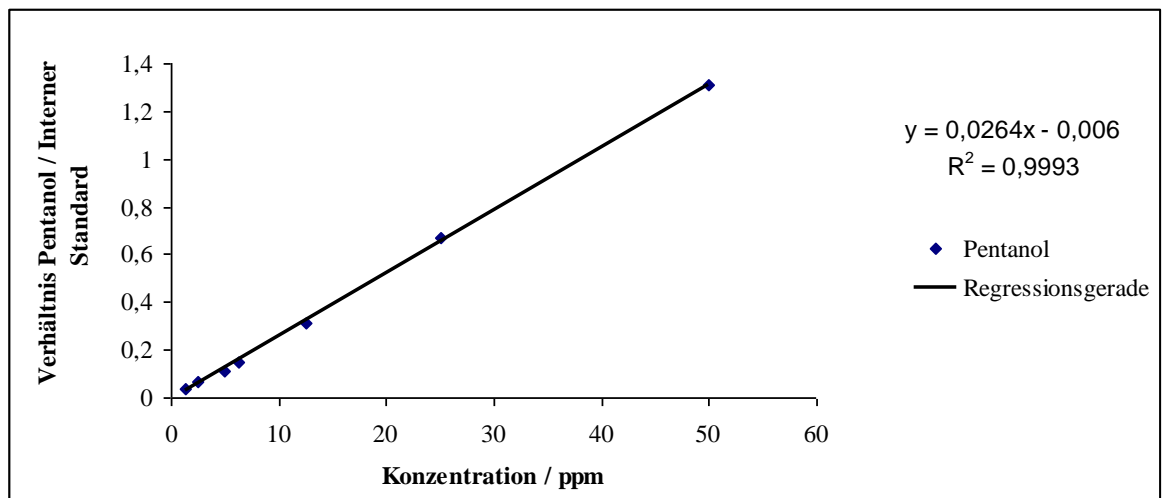


Abbildung 9.3: Kalibriergerade für 1-Pentanol

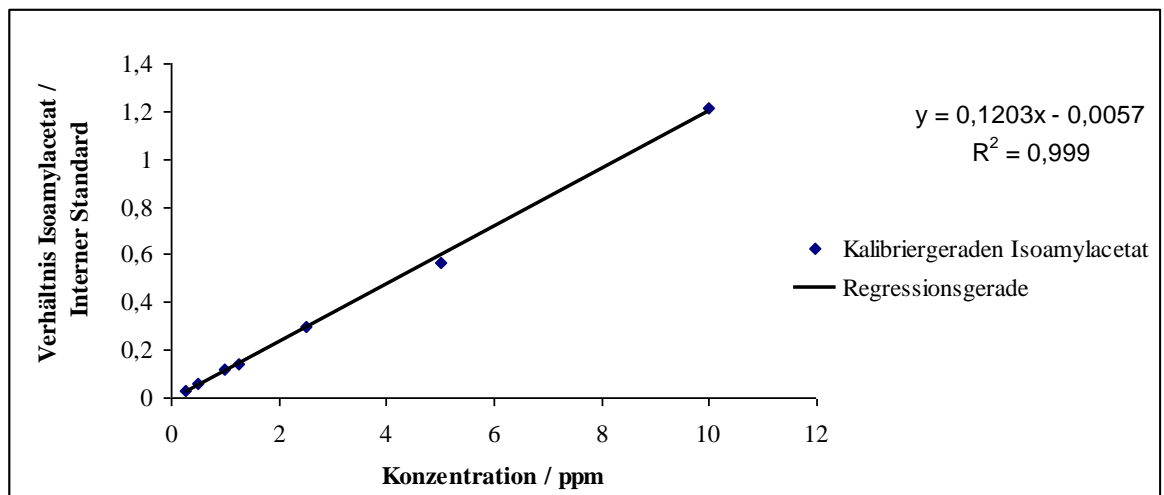


Abbildung 9.4: Kalibriergerade für Isoamylacetat

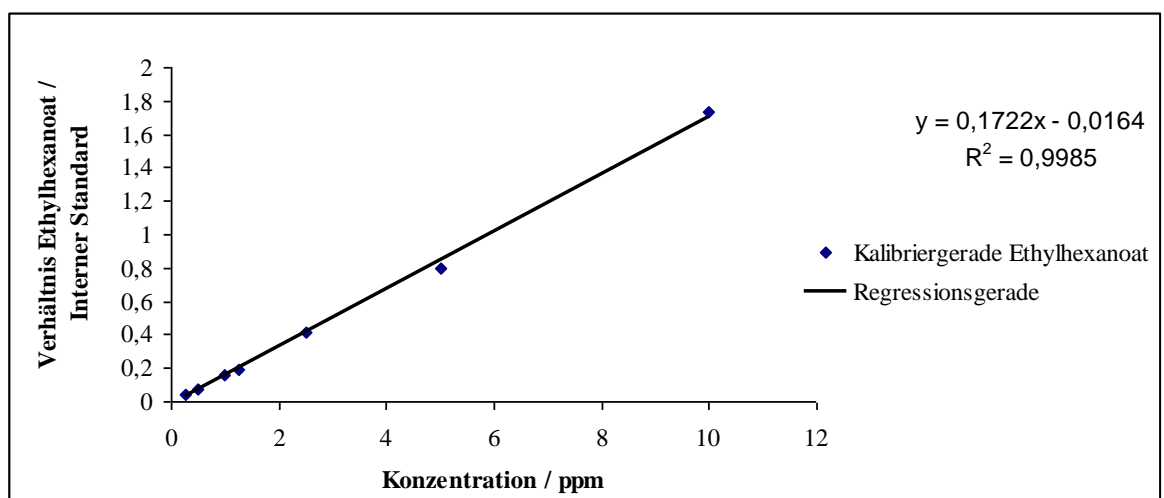


Abbildung 9.5: Kalibriergerade für Ethylhexanoat

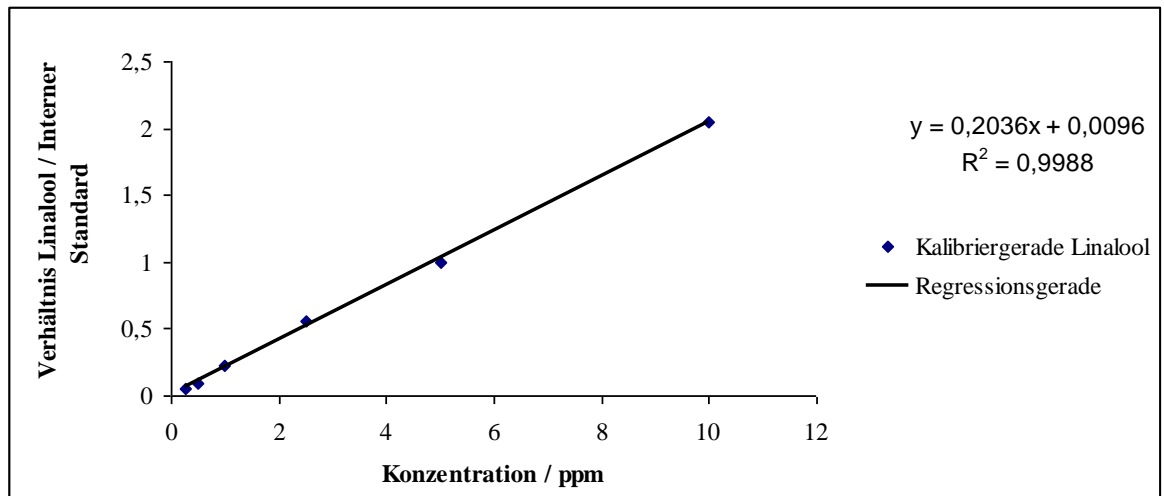


Abbildung 9.6: Kalibriergerade für Linalool

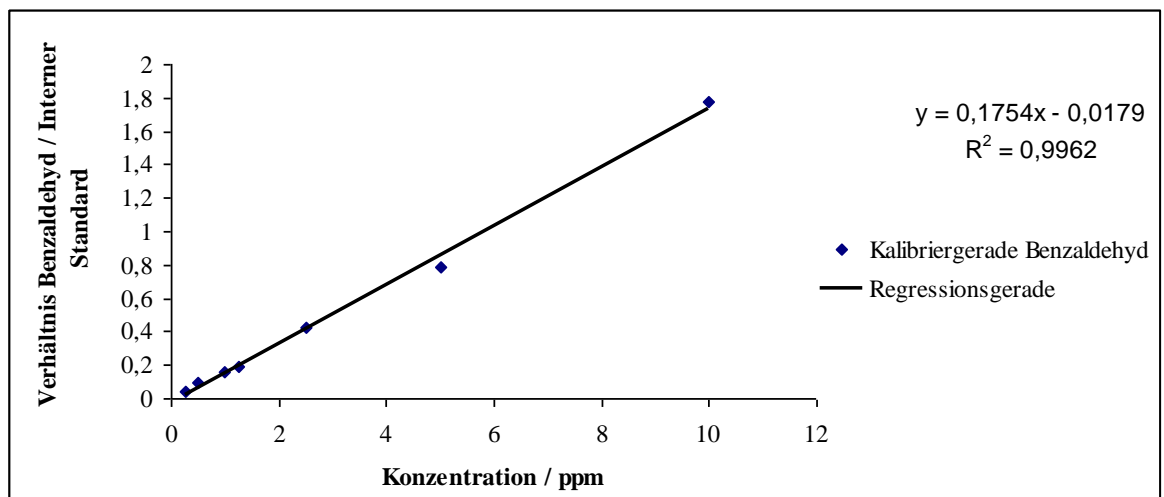


Abbildung 9.7: Kalibriergerade Benzaldehyd

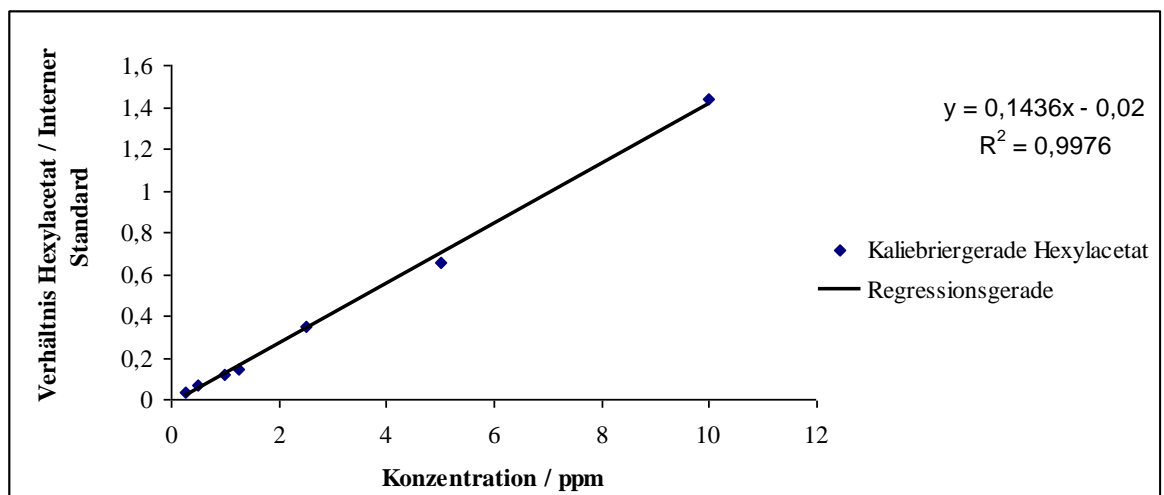


Abbildung 9.8: Kalibriergerade Hexylacetat

### 9.3 Berechnungen der K-Werte

**Tabelle 9.1: Peakflächen der Ethanolanalytik mittels der GC-HS Methode**

Zeit/s	run1	run2	run3	run4	run5	run6	run7	run8
0	19980	15892	16344	15016	15665	15926	19411	16124
900	5686	7770	5150	6895	11743	13036	12539	13612
1800	2378	3702	2322	3006	9189	9174	10282	11592
2700	1244	2156	1083	2012	7167	7197	7984	8464
3600	1167	1896	992	1557	5645	5022	5744	6194
5400	1020	1474	948	1342				
7200	978	1344	956	1116	2508	1824	2141	2440
10800					1822	1053	1257	1487
14400					1540	978	1092	1142

**Fortsetzung der Tabelle 9.1**

Zeit/s	run9	run10	run11	run12	run13	run14	run15	run16
0	18574	16914	16443	18118	17998	15795	19585	18611
900	9514	9162	10170	12496	12153	11151	6619	13053
1800	6036	4811	5879	6268	7641	6667	2628	10520
2700	3692	2994	3655	3858	4914	3744	1300	8374
3600	2319	1673	1979	2489	3291	2411	1041	6399
5400							925	
7200	1078	1042	957	1106	1219	1049	942	2390
10800	1022	940	883	916	937	969		1231
14400								945

**Tabelle 9.2: Peakflächen der Substanzen ermittelt aus der GC-Inj Methode**

Zeit/min	Isoamyl- alkohol	Interner Standard	1-Pentanol	Isoamyl- acetat	Ethyl- hexanoat	Hexyl- acetat	Benz- aldehyd	Linalool
0	2739	3787	2862	2747	2250	2192	3106	3580
15	627	4005	686	534	383	369	755	1044
30	269	3948	308	303	232	225	295	572
45	128	4075	146	135	85	80	167	200
60	116	4519	140	181	113	83	185	133
90	113	15257	183	143	91	83	180	180
120	116	39943	281	35	7	7	50	24



Tabelle 9.3: Verhältnis der Peakflächen der Substanzen zum Internen Standard

Zeit/min	Isoamyl-alkohol	Interner Standard	1-Pentanol	Isoamyl-acetat	Ethyl-hexanoat	Hexyl-acetat	Benz-aldehyd	Linalool
0	0,723	1,000	0,756	0,725	0,594	0,579	0,820	0,945
15	0,157	1,000	0,171	0,133	0,096	0,092	0,189	0,261
30	0,068	1,000	0,078	0,077	0,059	0,057	0,075	0,145
45	0,031	1,000	0,036	0,033	0,021	0,020	0,041	0,049
60	0,026	1,000	0,031	0,040	0,025	0,018	0,041	0,029
90	0,007	1,000	0,012	0,009	0,006	0,005	0,012	0,012
120	0,003	1,000	0,007	0,001	0,000	0,000	0,001	0,001

Tabelle 9.4: Konzentrationen der Substanzen in ppm

Zeit/min	Isoamyl-alkohol	1-Pentanol	Isoamyl-acetat	Ethyl-hexanoat	Hexyl-acetat	Benz-aldehyd	Linalool
0	30,517	28,845	6,075	3,501	4,120	4,749	4,636
15	6,606	6,538	1,117	0,564	0,656	1,092	1,278
30	2,875	2,978	0,643	0,346	0,406	0,433	0,711
45	1,325	1,367	0,277	0,123	0,140	0,237	0,241
60	1,083	1,182	0,335	0,147	0,131	0,237	0,144
90	0,313	0,458	0,078	0,035	0,039	0,068	0,058
120	0,123	0,269	0,007	0,001	0,001	0,007	0,003

Tabelle 9.5: Internes Verhältnis innerhalb der jeweiligen Substanz zu ihrem Nullwert

Zeit/min	Isoamyl-alkohol	1-Pentanol	Isoamyl-Acetat	Ethyl-hexanoat	Hexyl-acetat	Benz-aldehyd	Linalool
0	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
15	0,2165	0,2266	0,1838	0,1610	0,1592	0,2298	0,2757
30	0,0942	0,1032	0,1058	0,0989	0,0985	0,0911	0,1533
45	0,0434	0,0474	0,0457	0,0351	0,0339	0,0500	0,0519
60	0,0355	0,0410	0,0552	0,0421	0,0317	0,0499	0,0311
90	0,0102	0,0159	0,0129	0,0100	0,0094	0,0144	0,0125
120	0,0040	0,0093	0,0012	0,0003	0,0003	0,0015	0,0006

Tabelle 9.6: Standardisierte Konzentrationen aus den Verhältnissen der Tabelle 5.4

Zeit/min	Isoamyl-alkohol	1-Pentanol	Isoamyl-Acetat	Ethyl-hexanoat	Hexyl-acetat	Benz-aldehyd	Linalool
0	30,000	30,000	10,000	10,000	10,000	10,000	10,000
15	6,494	6,799	1,838	1,610	1,592	2,298	2,757
30	2,826	3,097	1,058	0,989	0,985	0,911	1,533
45	1,303	1,422	0,457	0,351	0,339	0,500	0,519
60	1,065	1,230	0,552	0,421	0,317	0,499	0,311
90	0,307	0,476	0,129	0,100	0,094	0,144	0,125
120	0,120	0,279	0,012	0,003	0,003	0,015	0,006

### 9.4 Homogene Untergruppen des Post-Hoc-Test

Tabelle 9.7: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Frisch“

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.	
		1	2
483	13	1,7692	
890	13	1,8077	
023	14	1,8571	
596	13	2,0000	
204	15	2,0167	
267	13	2,0385	
795	13	2,2308	2,2308
706	15	2,2667	2,2667
694	14	2,2857	2,2857
622	13	2,3269	2,3269
008	15	2,4000	2,4000
399	13	2,4231	2,4231
672	14	2,4286	2,4286
129	14	2,4643	2,4643
083	14	2,5357	2,5357
937	14	2,5357	2,5357
289	13	2,6346	2,6346
755	15	2,6667	2,6667
592	15	2,6667	2,6667
822	14	2,6786	2,6786
132	14	2,8571	2,8571
665	14		3,4286
Standardwein	17		3,5294
Signifikanz		0,2588	0,0523

**Tabelle 9.8: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Fruchtig-Obstig“**

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.		
		1	2	3
204	15	1,8333		
706	15	1,9667	1,9667	
483	13	2,1154	2,1154	
596	13	2,3077	2,3077	2,3077
023	14	2,3571	2,3571	2,3571
890	13	2,3654	2,3654	2,3654
132	14	2,4643	2,4643	2,4643
289	13	2,5385	2,5385	2,5385
694	14	2,6071	2,6071	2,6071
795	13	2,6538	2,6538	2,6538
592	15	2,6667	2,6667	2,6667
399	13	2,6731	2,6731	2,6731
083	14	2,7143	2,7143	2,7143
622	13	2,7308	2,7308	2,7308
672	14	2,7500	2,7500	2,7500
008	15	2,7500	2,7500	2,7500
755	15	2,7667	2,7667	2,7667
937	14	2,7857	2,7857	2,7857
822	14	2,8214	2,8214	2,8214
129	15	2,8667	2,8667	2,8667
267	13	2,8846	2,8846	2,8846
665	14		3,3393	3,3393
Standardwein	17			3,6176
Signifikanz		0,5461	0,0930	0,1436

**Tabelle 9.9: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Süßlich“**

<b>Wein</b>	<b>N</b>	<b>Untergruppe für Alpha = .05.</b>
		<b>1</b>
<b>204</b>	15	1,9667
<b>289</b>	13	2,0000
<b>483</b>	13	2,0385
<b>023</b>	14	2,0714
<b>672</b>	14	2,1429
<b>706</b>	15	2,1667
<b>596</b>	13	2,1731
<b>592</b>	15	2,2000
<b>399</b>	13	2,2308
<b>008</b>	15	2,2333
<b>129</b>	15	2,3333
<b>083</b>	14	2,3571
<b>694</b>	14	2,3571
<b>822</b>	14	2,3929
<b>132</b>	14	2,3929
<b>937</b>	14	2,3929
<b>890</b>	13	2,4231
<b>795</b>	13	2,4231
<b>755</b>	15	2,4333
<b>267</b>	13	2,6154
<b>665</b>	14	2,6250
<b>622</b>	13	2,6538
<b>Standardwein</b>	17	2,7353
<b>Signifikanz</b>		0,8316

Tabelle 9.10: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Blumig“

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05. 1
890	13	1,5769
023	14	1,6071
483	13	1,6154
129	15	1,7667
204	15	1,8000
694	14	1,8571
672	14	1,8929
706	15	1,9000
289	13	1,9038
399	13	1,9615
267	13	1,9615
755	15	1,9667
132	14	2,0000
008	15	2,0000
622	13	2,0769
596	13	2,0769
592	15	2,1000
937	14	2,1071
795	13	2,1538
083	14	2,1786
Standardwein	17	2,2647
665	14	2,2857
822	14	2,3214
Signifikanz		0,8275

**Tabelle 9.11: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut:  
„Alkoholisch-Stechend“**

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.			
		1	2	3	4
483	13	0,5962			
023	14	0,8571	0,8571		
890	13	0,8654	0,8654		
694	14	1,0714	1,0714	1,0714	
267	13	1,1923	1,1923	1,1923	
937	14	1,2143	1,2143	1,2143	
083	14	1,2857	1,2857	1,2857	
204	15	1,3333	1,3333	1,3333	
596	13	1,3654	1,3654	1,3654	
672	14	1,3929	1,3929	1,3929	
129	15	1,5000	1,5000	1,5000	
622	13	1,5577	1,5577	1,5577	
008	15	1,5667	1,5667	1,5667	
592	15	1,6000	1,6000	1,6000	
289	13	1,6923	1,6923	1,6923	1,6923
132	14	1,7143	1,7143	1,7143	1,7143
755	15	1,7667	1,7667	1,7667	1,7667
399	13	1,7692	1,7692	1,7692	1,7692
795	13	1,8077	1,8077	1,8077	1,8077
706	15	1,8333	1,8333	1,8333	1,8333
822	14		2,0357	2,0357	2,0357
665	14			2,3929	2,3929
Standardwein	17				2,9706
Signifikanz		0,1286	0,1930	0,0669	0,0944

Tabelle 9.12: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Sauer“

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05. 1
289	13	1,8077
267	13	1,8462
755	15	2,0000
204	15	2,0500
008	15	2,1333
399	13	2,2115
665	14	2,2143
706	15	2,2833
592	15	2,3333
083	14	2,4286
822	14	2,4464
132	14	2,5000
622	13	2,5769
129	15	2,6667
596	13	2,7692
672	14	2,8214
795	13	2,8846
Standardwein	17	3,0000
023	14	3,0000
890	13	3,0769
937	14	3,1071
483	13	3,2308
694	14	3,3214
Signifikanz		0,2283

**Tabelle 9.13: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut:  
„Adstringierend“**

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.	
		1	2
083	14	1,2857	
694	14	1,3571	
267	13	1,5385	1,5385
596	13	1,6154	1,6154
937	14	1,6786	1,6786
622	13	1,7308	1,7308
890	13	1,7692	1,7692
023	14	1,7857	1,7857
755	15	1,8000	1,8000
399	13	1,8077	1,8077
132	14	1,8393	1,8393
289	13	1,8846	1,8846
592	15	1,9667	1,9667
129	15	1,9667	1,9667
483	13	2,0000	2,0000
672	14	2,0000	2,0000
822	14	2,0357	2,0357
795	13	2,1154	2,1154
706	15	2,4167	2,4167
204	15	2,5000	2,5000
665	14	2,6071	2,6071
Standardwein	17	2,6176	2,6176
008	15		2,9000
Signifikanz		0,1455	0,1196



**Tabelle 9.14: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Frisch-Fruchtig“**

<b>Wein</b>	<b>N</b>	<b>Untergruppe für Alpha = .05.</b>
		<b>1</b>
<b>937</b>	14	2,1786
<b>204</b>	15	2,1833
<b>890</b>	13	2,1923
<b>483</b>	13	2,2692
<b>023</b>	14	2,2857
<b>706</b>	15	2,3333
<b>694</b>	14	2,3929
<b>008</b>	15	2,4000
<b>132</b>	14	2,5357
<b>596</b>	13	2,5385
<b>399</b>	13	2,5577
<b>129</b>	15	2,6000
<b>083</b>	14	2,6071
<b>289</b>	13	2,7500
<b>822</b>	14	2,7500
<b>592</b>	15	2,8000
<b>795</b>	13	2,8077
<b>622</b>	13	2,8846
<b>665</b>	14	2,8929
<b>755</b>	15	2,9000
<b>267</b>	13	2,9231
<b>672</b>	14	2,9643
<b>Standardwein</b>	17	3,3235
<b>Signifikanz</b>		0,1611

Tabelle 9.15: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Süß“

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.	
		1	2
890	13	1,6538	
483	13	1,8462	1,8462
937	14	1,8571	1,8571
596	13	1,9615	1,9615
694	14	1,9643	1,9643
023	14	2,0714	2,0714
129	15	2,1333	2,1333
822	14	2,2143	2,2143
204	15	2,2167	2,2167
399	13	2,3269	2,3269
706	15	2,3333	2,3333
592	15	2,4333	2,4333
622	13	2,4423	2,4423
083	14	2,4643	2,4643
672	14	2,5000	2,5000
665	14	2,5000	2,5000
289	13	2,5769	2,5769
267	13	2,5769	2,5769
008	15	2,6333	2,6333
755	15	2,6667	2,6667
795	13	2,7308	2,7308
132	14	2,7857	2,7857
Standardwein	14		3,1786
Signifikanz		0,3905	0,1226

**Tabelle 9.16: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut:  
„Vollmundig“**

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.	
		1	2
937	14	1,7143	
890	13	1,8077	
483	13	1,8077	
023	14	1,8571	
694	14	1,9643	
672	14	2,0357	
204	15	2,1500	
267	13	2,2308	
129	15	2,2333	
596	13	2,2692	
083	14	2,2857	
706	15	2,3667	
289	13	2,4808	2,4808
399	13	2,5385	2,5385
822	14	2,5714	2,5714
132	14	2,6071	2,6071
622	13	2,6923	2,6923
592	15	2,7667	2,7667
795	12	2,7917	2,7917
755	15	2,8667	2,8667
665	14	2,9286	2,9286
008	15	2,9667	2,9667
Standardwein	17		3,7353
Signifikanz		0,0655	0,0643

Tabelle 9.17: Post Hoc-Test nach TUKEY mit homogenen Untergruppen für das Attribut: „Harmonie“

Wein	N	Untergruppe für Alpha = .05.	
		1	2
672	14	1,7143	
204	15	1,7667	
937	14	1,7857	
706	15	1,8000	
694	14	1,8571	
890	13	1,8654	
023	14	1,8929	
483	13	1,9231	
008	15	2,1333	
267	13	2,1538	2,1538
129	15	2,2333	2,2333
596	13	2,3462	2,3462
822	14	2,3571	2,3571
592	15	2,4667	2,4667
289	13	2,5385	2,5385
665	14	2,6786	2,6786
083	14	2,7143	2,7143
755	15	2,7333	2,7333
795	12	2,7500	2,7500
622	13	2,7692	2,7692
399	13	2,8654	2,8654
132	14	2,8929	2,8929
Standardwein	17		3,5588
Signifikanz		0,2601	0,0535

## 9.5 Prüfbögen für die Sensorik - Profilprüfung

### Prüfbogen Weinsensorik

DA Session:

Name:.....

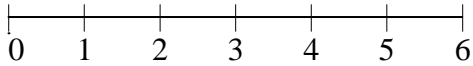
Datum:

Schwenken Sie das Probengefäß und riechen Sie das Aroma des Weines. Bewerten Sie die Intensität des ersten Geruchsattributes indem Sie je nach empfundener Intensität einen Wert zwischen **0** und **6** angeben. Die Bedeutung der Werte entnehmen Sie bitte der unten angegebenen Tabelle. Riechen Sie den Wein so oft wie notwendig. Bitte halten Sie sich an die vorgegebene Reihenfolge der Geruchsattribute. Falls Ihre Nase erschöpft ist, nehmen Sie mehrere Sniffs aus dem Wasserglas und gönnen Sie Ihrer Nase eine kurze Erholungspause.

Erst wenn der Wein vollständig geruchlich bewertet ist, beurteilen Sie die Geschmacksattribute auf dem 2. Prüfungsbogen. Dazu nehmen Sie einen nicht zu kleinen Schluck aus dem Probengefäß, verteilen ihn im Mundraum, spucken den Wein wieder aus und beurteilen dann das Geschmacksattribut.

#### Geruch:

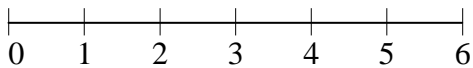
Frisch



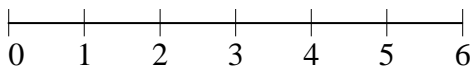
Fruchtig/Obstig



Süßlich



Blumig



Alkoholisch-Stechend



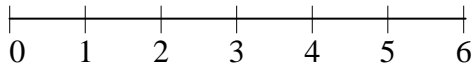
0	Nicht erkennbar
1	Sehr schwach erkennbar
2	Schwach erkennbar
3	Erkennbar
4	Deutlich erkennbar
5	Stark erkennbar
6	Sehr stark erkennbar

**Geschmack**

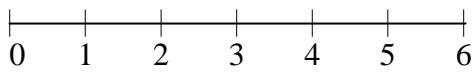
Name:.....

DA Session:

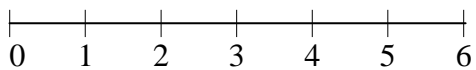
Sauer



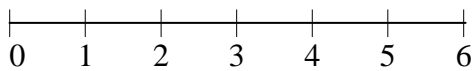
Adstringierend



Frisch-fruchtig



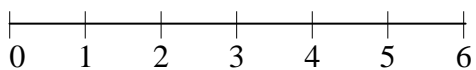
Süß

**Eindruck bei der Mundprobe:**

Vollmundig



Harmonie



0	Nicht erkennbar
1	Sehr schwach erkennbar
2	Schwach erkennbar
3	Erkennbar
4	Deutlich erkennbar
5	Stark erkennbar
6	Sehr stark erkennbar

### 9.6 Prüfbögen für die Beliebtheitsprüfung

**Beliebtheitsprüfung**

**Name:** .....

**Datum:**

**Prüfgut:**

**Rotwein Proben- Nr.**

**251**

**112**

**437**

**Prüfanleitung:**

Die Proben sind nacheinander zu verkosten und entsprechend der Prädikatsskale 9-1 einzuordnen. Die Beurteilung ist durch Ankreuzen (x) zu kennzeichnen. Im Bereich Bemerkungen sind die Entscheidungen zu begründen.

Note	Prädikat	Proben- Nr.		
		251	112	437
9	Gefällt außerordentlich			
8	Gefällt sehr			
7	Gefällt einigermaßen			
6	Gefällt geringfügig			
5	Weder gefällt noch missfällt			
4	Missfällt geringfügig			
3	Missfällt einigermaßen			
2	Missfällt sehr			
1	Missfällt außerordentlich			

**Bemerkungen:** (Entscheidungsbegründungen)

Proben-Nr. 251 Skalenote:	
Proben-Nr. 112 Skalenote:	
Proben-Nr. 437 Skalenote:	

### 9.7 Chromatogramme der Kalibrierung

Die angehängten Chromatogramme sind exemplarisch aufgeführt und zeigen Beispiele aus der Kalibrierung und aus den Versuchsplänen.

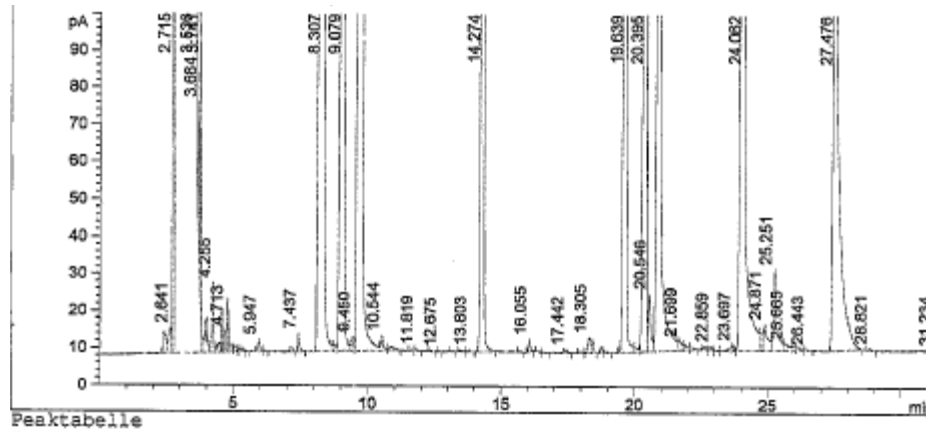


Abbildung 9.9: Chromatogramm der Kalibrierung (100%)

Tabelle 9.18: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (100%)

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,307	3835,813
2-Methyl-4-Pentanol	9,079	3463,098
1-Pentanol	9,777	4176,476
Isoamylacetat	14,274	4069,310
Ethylhexanoat	19,639	5721,028
Hexylacetat	20,395	4725,646
Benzaldehyd	20,922	5677,122
Linalool	24,062	7039,474

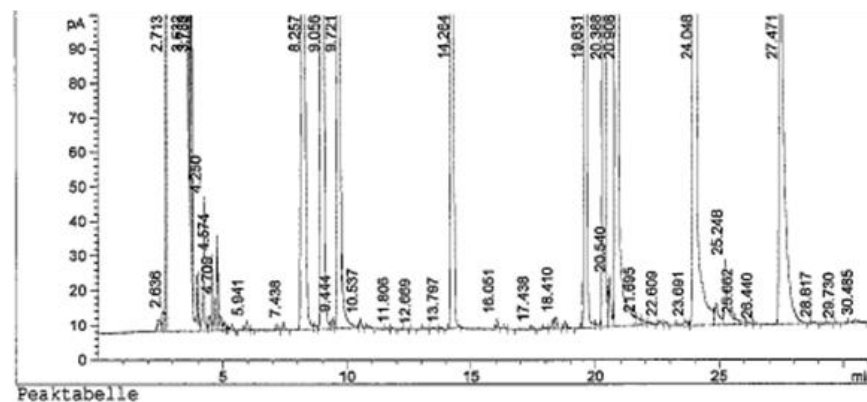
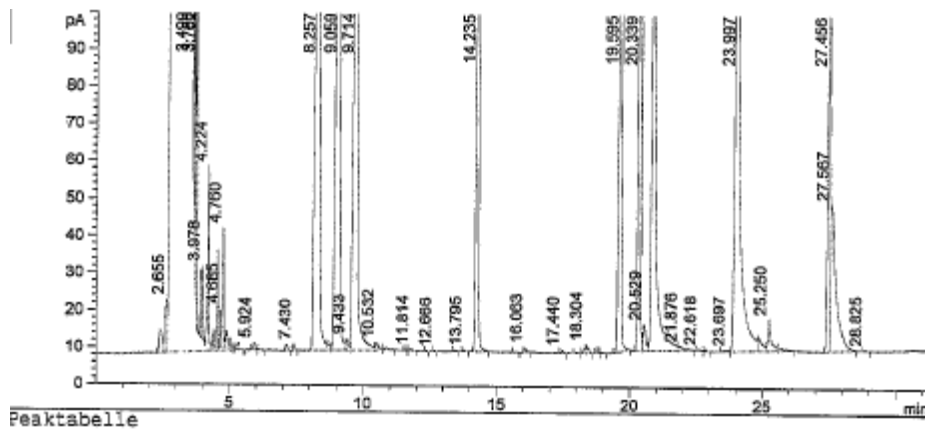


Abbildung 9.10: Chromatogramm der Kalibrierung (75%)



**Tabelle 9.19: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (75%)**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,257	1895,888
2-Methyl-4-Pentanol	9,056	2973,091
1-Pentanol	9,721	2357,359
Isoamylacetat	14,264	3572,422
Ethylhexanoat	19,631	5313,470
Hexylacetat	20,388	4418,592
Benzaldehyd	20,908	5156,741
Linalool	24,048	6306,354

**Abbildung 9.11: Chromatogramm der Kalibrierung (50%)****Tabelle 9.20: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (50%)**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,257	2082,493
2-Methyl-4-Pentanol	9,059	3372,829
1-Pentanol	9,714	2192,457
Isoamylacetat	14,235	1849,838
Ethylhexanoat	19,595	2491,836
Hexylacetat	20,339	2055,685
Benzaldehyd	20,851	2605,458
Linalool	23,997	3307,969

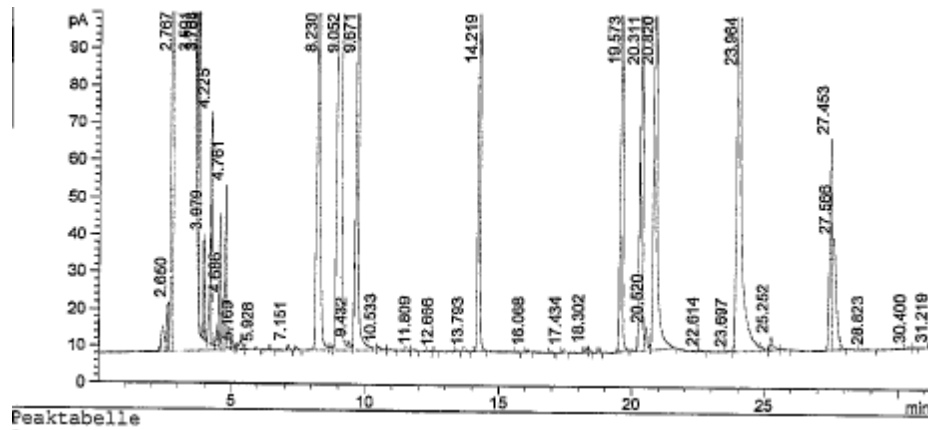


Abbildung 9.12: Chromatogramm der Kalibrierung (25%)

Tabelle 9.21: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (25%)

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,230	994,309
2-Methyl-4-Pentanol	9,052	3259,269
1-Pentanol	9,671	1055,324
Isoamylacetat	14,219	895,549
Ethylhexanoat	19,573	1220,934
Hexylacetat	20,311	1008,254
Benzaldehyd	20,820	1241,454
Linalool	23,964	1695,847

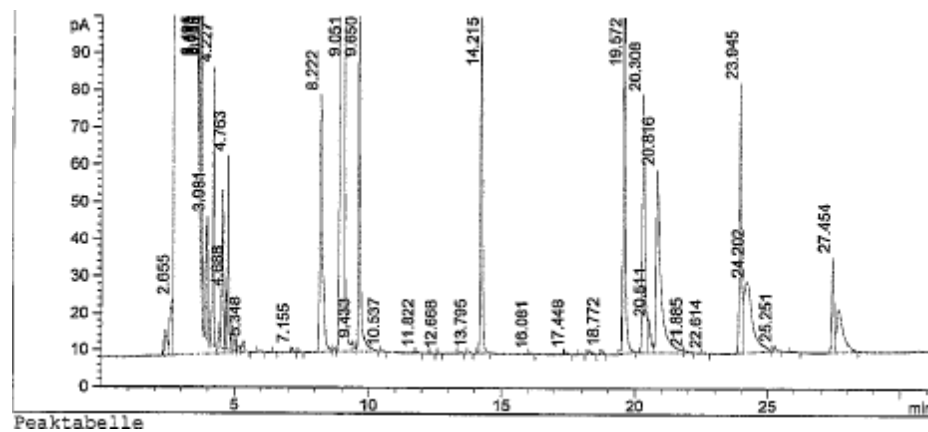
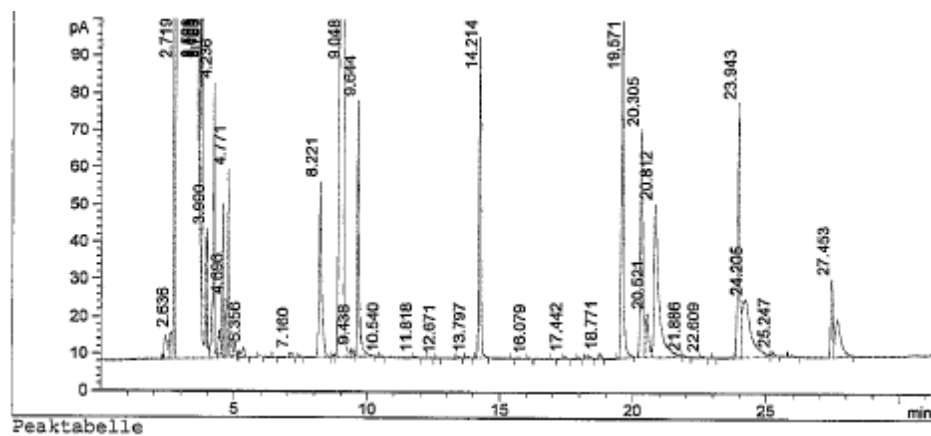


Abbildung 9.13: Chromatogramm der Kalibrierung (12,5%)

**Tabelle 9.22: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (12,5%)**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,222	481,983
2-Methyl-4-Pentanol	9,051	3278,840
1-Pentanol	9,650	499,710
Isoamylacetat	14,215	464,764
Ethylhexanoat	19,572	633,318
Hexylacetat	20,308	468,320
Benzaldehyd	20,816	621,800
Linalool	23,945	875,509

**Abbildung 9.14: Chromatogramm der Kalibrierung (10%)****Tabelle 9.23: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (10%)**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,221	320,108
2-Methyl-4-Pentanol	9,048	3240,993
1-Pentanol	9,644	347,708
Isoamylacetat	14,214	419,343
Ethylhexanoat	19,571	560,563
Hexylacetat	20,305	399,016
Benzaldehyd	20,812	532,465
Linalool	23,945	770,459

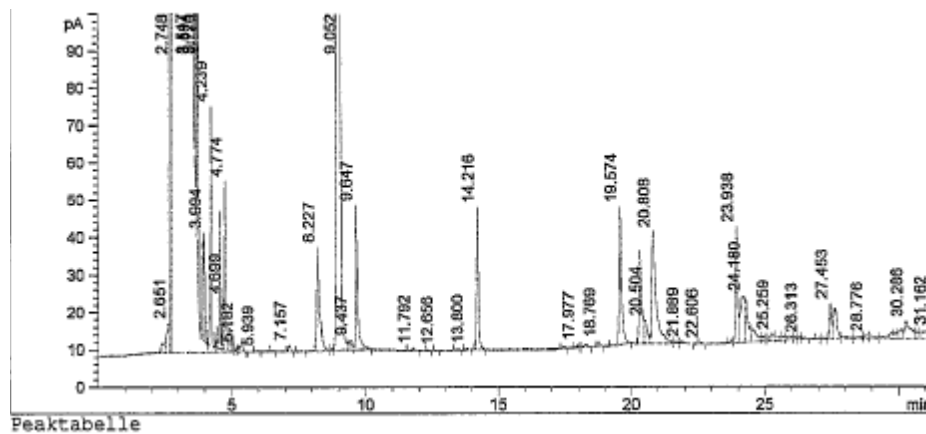


Abbildung 9.15: Chromatogramm der Kalibrierung (5%)

Tabelle 9.24: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (5%)

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,227	194,662
2-Methyl-4-Pentanol	9,052	3332,496
1-Pentanol	9,647	212,412
Isoamylacetat	14,216	188,760
Ethylhexanoat	19,574	251,248
Hexylacetat	20,305	186,252
Benzaldehyd	20,808	333,058
Linalool	23,938	323,105

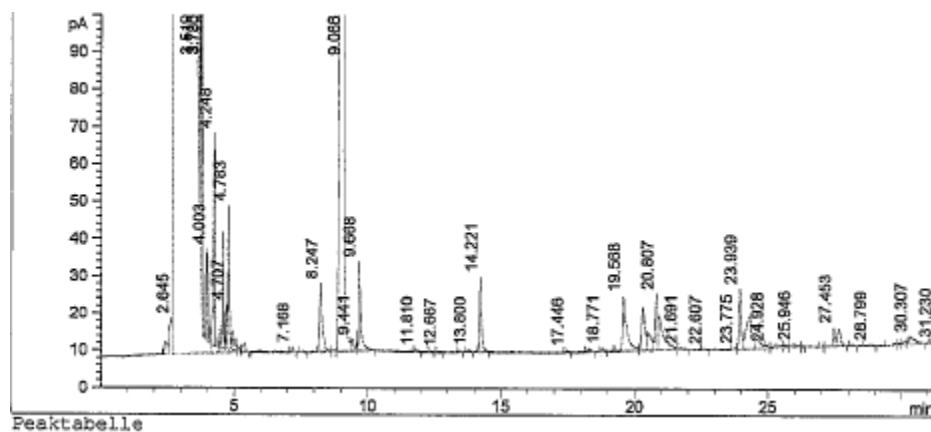
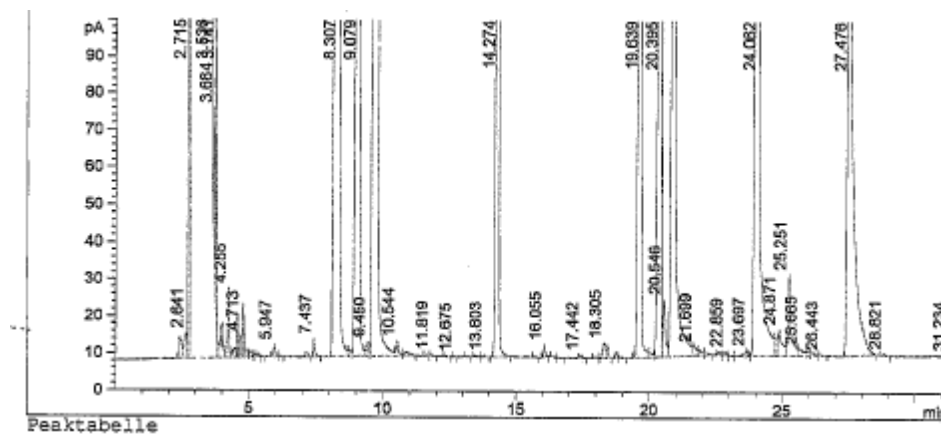


Abbildung 9.16: Chromatogramm der Kalibrierung (2,5%)

**Tabelle 9.25: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen in der Kalibrierung (2,5%)**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,247	127,462
2-Methyl-4-Pentanol	9,066	3462,394
1-Pentanol	9,668	143,636
Isoamylacetat	14,221	108,960
Ethylhexanoat	19,568	157,114
Hexylacetat	20,304	78,579
Benzaldehyd	20,807	88,619
Linalool	23,939	233,562

### 9.8 Chromatogramme der Versuchspläne

**Abbildung 9.17: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=0 min****Tabelle 9.26: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=0 min**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,084	2600,879
2-Methyl-4-Pentanol	8,884	3679,598
1-Pentanol	9,538	2661,911
Isoamylacetat	14,125	2771,781
Ethylhexanoat	19,485	2374,118
Hexylacetat	20,231	2282,697
Benzaldehyd	20,743	2334,064
Linalool	23,877	3651,373

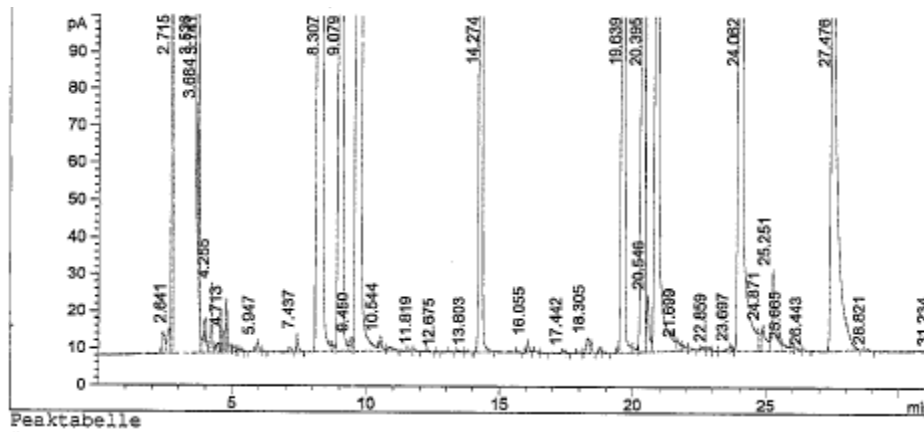


Abbildung 9.18: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=15 min

Tabelle 9.27: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=15 min

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,057	1568,721
2-Methyl-4-Pentanol	8,861	2942,569
1-Pentanol	9,500	1616,550
Isoamylacetat	14,105	1452,586
Ethylhexanoat	19,465	1140,507
Hexylacetat	20,208	1063,738
Benzaldehyd	20,723	1748,193
Linalool	23,867	2752,846

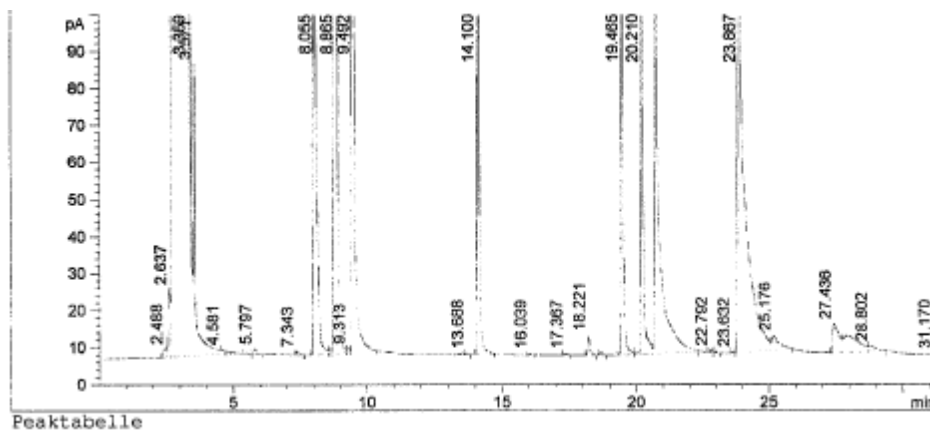
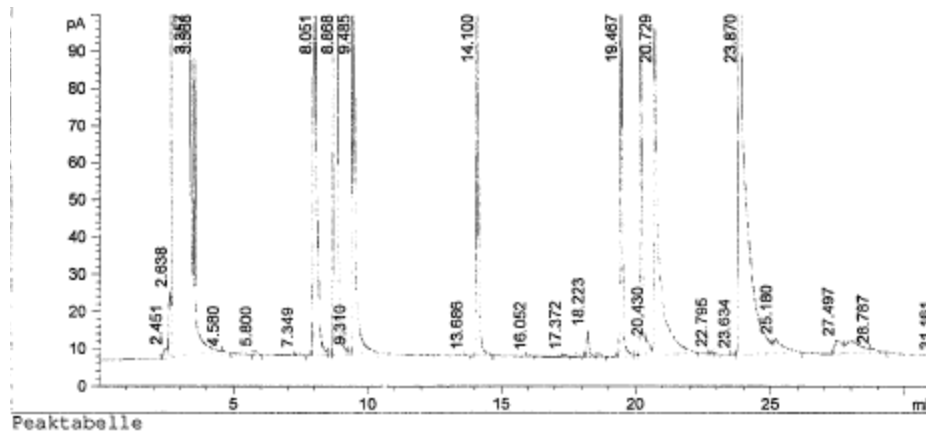


Abbildung 9.19: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=30 min

**Tabelle 9.28: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=30 min**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,055	1273,162
2-Methyl-4-Pentanol	8,865	3093,503
1-Pentanol	9,492	1321,121
Isoamylacetat	14,100	896,813
Ethylhexanoat	19,465	679,005
Hexylacetat	20,210	661,158
Benzaldehyd	20,724	1268,825
Linalool	23,867	2332,849



**Abbildung 9.20: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=45 min**

**Tabelle 9.29: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=45 min**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,051	1035,164
2-Methyl-4-Pentanol	8,868	3319,430
1-Pentanol	9,485	1110,222
Isoamylacetat	14,100	679,360
Ethylhexanoat	19,467	523,878
Hexylacetat	20,215	475,525
Benzaldehyd	20,729	1074,497
Linalool	23,870	2286,676

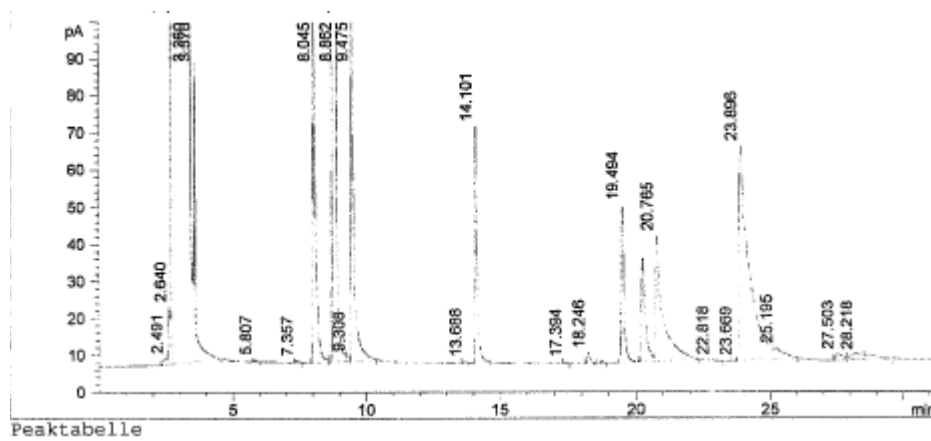


Abbildung 9.21: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=60 min

Tabelle 9.30: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=60 min

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,045	758,243
2-Methyl-4-Pentanol	8,862	3054,995
1-Pentanol	9,475	812,921
Isoamylacetat	14,101	363,831
Ethylhexanoat	19,494	264,909
Hexylacetat	20,247	248,974
Benzaldehyd	20,765	617,907
Linalool	23,896	1450,087

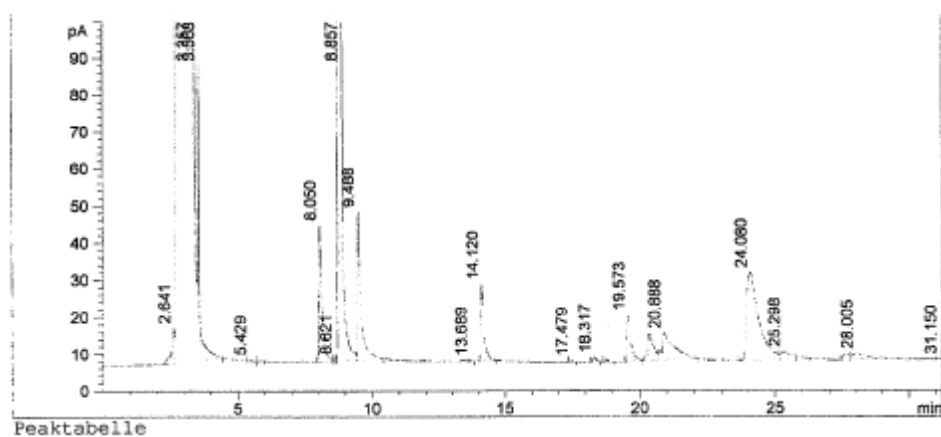
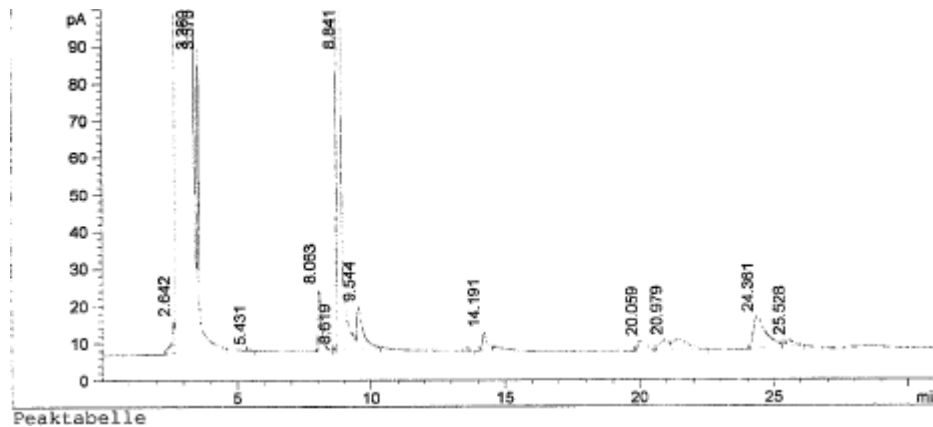


Abbildung 9.22: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=120 min



**Tabelle 9.31: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=120 min**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,050	308,397
2-Methyl-4-Pentanol	8,857	3205,634
1-Pentanol	9,488	354,066
Isoamylacetat	14,120	146,469
Ethylhexanoat	19,573	117,315
Hexylacetat	20,340	100,975
Benzaldehyd	20,888	209,677
Linalool	24,080	741,264



**Abbildung 9.23: Chromatogramm aus dem Versuchsplan; Run 8; t=180 min**

**Tabelle 9.32: Retentionszeiten und Hauptpeakflächen der untersuchten Substanzen im Versuchsplan; Run 8; t=180 min**

Substanz	Retentionszeit	Hauptpeakfläche
Isoamylalkohol	8,063	150,111
2-Methyl-4-Pentanol	8,841	2823,858
1-Pentanol	9,544	177,724
Isoamylacetat	14,191	45,366
Ethylhexanoat	19,573	-
Hexylacetat	20,340	-
Benzaldehyd	20,888	-
Linalool	24,361	255,934