

Optimierung der Rohstoffzusammensetzung von Brennwein und Weintrub zur Verbesserung der Destillatqualität

PAVEL DYAKONOV¹, MARIN MARINOV² und EVA DIMITROVA²

¹ Nationalinstitut für Untersuchung und Kontrolle von Wein
BG-1618 Sofia, Bvd. Tzar Boris 3-134
E-mail: office@wineinbg.org

² Hochschule für Lebensmittelindustrie
BG-5800 Plovdiv

Faktorielle Experimente zur Optimierung der Destillatqualität durch Veränderung von Alkoholgehalt, Titrationsacidität und Extraktgehalt in den verwendeten Rohstoffen Brennwein und Weintrub wurden durchgeführt. Basierend auf einem vollständigen faktoriellen Versuchsplan wurden Destillate hergestellt und die Zielgrößen Summe Ester, Summe Aldehyde, höhere Alkohole sowie flüchtige Säuren quantitativ ermittelt. Nach einer qualitativen Bewertung dieser Ergebnisse konnte eine Regressionsgleichung zweiten Grades für die optimale Destillatqualität berechnet werden. Die Aussagekraft der chemischen Analysen und die Optimierungsergebnisse wurden mittels sensorischer Beurteilung der Destillate überprüft. Konkrete Vorschläge zur Korrektur der Ausgangswerte werden gegeben.

Schlagwörter: Destillatqualität, Optimierung, Rohstoffzusammensetzung, Brennwein

Optimization of the raw material composition of distilling wine and solid matter for the improvement of the distillate quality. Factorial experiments for the optimization of the distillate quality by adaptations of alcohol content, titratable acidity and extract content of distilling wine and solid matter were carried out. Based on a complete factorial experimental design distillates were produced and the parameters total ester, total aldehydes, higher alcohols as well as volatile acids were quantitatively determined. After a qualitative evaluation of these results a regression equation of second degree for the optimum distillate quality could be computed. The validity of chemical analyses and the optimization results were investigated by means of sensory evaluation of the distillates. Detailed suggestions on the correction of the initial values are given.

Key words: Distillate quality, optimization, raw material composition, distilling wine

Optimisation de la composition des matières premières, du vin pour distillation et des sédiments, afin d'améliorer la qualité du distillat. Des expériences factorielles destinées à optimiser la qualité du distillat par voie de modification de la teneur en alcool, de l'acidité de titration et de la teneur en extrait des matières premières, c.-à-d. du vin pour distillation et des sédiments, ont été effectuées. Les distillats ont été produits et les valeurs totales des esters et des aldéhydes, les alcools supérieurs ainsi que les acides volatils ont été déterminés quantitativement sur la base d'un plan d'essai factoriel complet. Une équation de régression du second degré a pu être calculée pour la qualité optimale du distillat après une évaluation qualitative de ces résultats. La pertinence des analyses chimiques et les résultats de l'optimisation ont été vérifiés au moyen d'une appréciation sensorielle des distillats. Des propositions concrètes en vue d'une correction des valeurs initiales seront faites.

Mots clés: qualité du distillat, optimisation de la composition des matières premières, vin pour distillation

In kontinuierlich arbeitenden Destillationsanlagen können durch Veränderung verschiedener Parameter, wie beispielsweise Zulaufmenge (Debit) und Temperatur des Rohstoffes, Dampfmenge und Verstärkungszahl,

Destillate mit bestimmten Charakteristiken hergestellt werden. Die Variierbarkeit dieser Parameter hängt aber von den Eigenschaften des Destillates und der technischen Ausstattung der Destillieranlage, z.B. Vorhandensein entsprechender Mess- und Regeleinrichtungen, ab. Wenn die technischen Voraussetzungen in den Destillieranlagen vorhanden sind, kann durch Optimierung der Parameter Dampfmenge, Verstärkungszahl, Menge und Temperatur des eintretenden Rohstoffes ein optimaler Destillationsprozess erreicht werden. Damit ist es dann möglich, aus dem jeweiligen Rohstoff bestmögliche Destillate zu erhalten.

Neben der technologischen Optimierung des Destillationsprozesses kann eine Qualitätserhöhung der Destillate durch Einflussnahme auf Zusammensetzung und Qualität des Rohstoffes (Brennwein, Weintrub u.a.) erzielt werden. Eine Möglichkeit besteht in der gezielten Veränderung bestimmter Rohstoffkennwerte, wie beispielsweise Alkoholgehalt, Titrationsacidität und Extraktgehalt. Gezielte Veränderungen dieser Parameter sind aber nur dann wirtschaftlich gerechtfertigt, wenn sie einen gesichert positiven Einfluss auf die Destillatqualität aufweisen. Unseres Wissens wurden Veränderungen der Rohstoffcharakteristik in der Brennereipraxis in Bulgarien bisher noch nicht eingesetzt und es sind uns auch keine dementsprechenden Versuchsergebnisse bekannt.

Ziel der vorliegenden Untersuchung war es, den Einfluss von drei ausgewählten und für die Praxis leicht bestimmbareren Kennzahlen von Destillationsparametern - Alkoholgehalt, Titrationsacidität und Extraktgehalt - auf die Zusammensetzung der erhaltenen Destillate zu studieren.

Material und Methoden

Die Untersuchungen wurden mit Brennwein und Weintrub der Rebsorten 'Cabernet Sauvignon' und 'Merlot' aus dem Bezirk Plovdiv-Stambolijski, Bulgarien, durchgeführt. Die Versuchsmenge (sowohl Brennwein als auch Weintrub) betrug bei jeder Variante 30 Liter. Die drei Parameter Alkohol, Acidität und Extraktstoffe wurden für die Versuche als Einflussfaktoren ausgewählt und deren Gehalte in den Rohstoffen mit offiziellen Methoden analysiert (O.I.V., 1999). Entsprechend dem Versuchsplan (Tab. 1) wurden die Gehalte der drei Einflussgrößen mit bestimmten Mengen von rektifiziertem Ethanol, Weinsäure, Saccharose (Rübenzucker) und Wasser auf das gewünschte Niveau eingestellt. Für beide Rohstoffe (Brennwein, Weintrub)

Tabelle 1:
Getestete Niveaus der drei Einflussfaktoren (Alkohol-, Säure- und Extraktgehalt) im Brennwein und Weintrub

	Faktoren	Bezeichnung
Grundweine	Alkohol (%vol)	x ₁
	Säuregehalt (g/l)	x ₂
	Trockensubstanz (%w/w)	x ₃
Weintrub	Alkohol (%vol)	x ₁
	Säuregehalt (g/l)	x ₂
	Trockensubstanz (%w/w)	x ₃

wurde das experimentelle Design eines vollständigen faktoriellen Versuchsplanes gewählt.

Bei der Auswahl der einzelnen Niveaus wurde darauf geachtet, dass diese problemlos und kostengünstig in der Brennereipraxis ausgeführt werden können. Gleichzeitig sollten aber die Intervalle möglichst groß sein, damit ein klarer Einfluss auf die Destillatqualität zu erkennen ist.

Die verwendete Versuchsdestillationsanlage war mit Verstärkerkolonne, Dephlegmator und elektrisch beheizbarem Wasserbad ausgestattet und ermöglichte dank periodischer Arbeitsweise vergleichbare Destillationsbedingungen bei allen Versuchsvarianten.

Die Qualität des erhaltenen Destillats wurde im Wesentlichen anhand folgender wertbestimmender flüchtiger Inhaltsstoffe ermittelt: Summe Ester (y₁), Summe Aldehyde (y₂), flüchtige Säuren (y₃) und höhere Alkohole (y₄). Die Analysen dieser Zielgrößen erfolgten mit Hilfe allgemein eingeführter chemischer und gaschromatographischer Methoden (O.I.V., 1999). Für die Optimierungsberechnungen wurde, aufbauend auf guter Brennereipraxis, davon ausgegangen, dass bei den Zielgrößen „Summe Ester“ und „höhere Alkohole“ höhere Gehalte, aber bei den Parametern „flüchtige Säuren“ und „Summe Aldehyde“ niedrigere Werte einen positiven Einfluss auf die Destillatqualität haben.

Ergebnisse und Diskussion

Anhand des faktoriellen Versuchsplanes wurden zwei vollständige Faktorexperimente (Brennwein, Weintrub) durchgeführt, dies ergab bei jedem verwendeten Rohstoff 14 unterschiedliche Versuchsvarianten. Die Ergebnisse sind in Form der Gehalte der Zielgrößen (y₁ bis y₄) in Tabelle 2 zusammengefasst.

Die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse wurde durch Analyse von zwei parallelen Varianten (je 2 Wiederho-

Tabelle 2:
Ergebnismatrix, Gehalte der Zielgrößen in den einzelnen Versuchsvarianten

	Nr.	x ₁ Alkohol (Niveau)	x ₂ Säure (Niveau)	x ₃ Trocken- substanz (Niveau)	y ₁ Summe Ester mg/l	y ₂ Summe Aldehyde mg/l	y ₃ Flüchtige Säuren mg/l	y ₄ Höhere Alkohole mg/l
Weintrub	1	+1	+1	+1	381,1	109,1	80,7	750
	2	-1	+1	+1	399,3	80,4	80,7	820
	3	+1	-1	+1	253,7	59,5	42,7	860
	4	-1	-1	+1	199,2	101,4	100,8	980
	5	+1	+1	-1	381,1	147,6	100,8	760
	6	-1	+1	-1	362,9	101,4	60,5	770
	7	+1	-1	-1	362,9	67,2	42,3	620
	8	-1	-1	-1	417,8	88,8	42,4	690
	9	+1	0	0	418,5	85,9	42,3	600
	10	-1	0	0	420,4	72,9	34,2	590
	11	0	+1	0	450,4	75,7	42,4	810
	12	0	-1	0	410,5	89,7	41,9	850
	13	0	0	+1	421,8	92,3	42,5	795
	14	0	0	-1	405,3	81,6	39,8	750
Brennweine	1	+1	+1	+1	617,6	48,5	160,5	910
	2	-1	+1	+1	617,5	99,2	171,4	770
	3	+1	-1	+1	672,2	59,5	181,5	560
	4	-1	-1	+1	526,6	61,7	201,7	730
	5	+1	+1	-1	417,5	57,3	160,8	640
	6	-1	+1	-1	544,8	79,3	171,4	775
	7	+1	-1	-1	472,0	46,3	211,8	590
	8	-1	-1	-1	478,6	66,1	181,5	625
	9	+1	0	0	617,6	123,4	171,4	720
	10	-1	0	0	653,4	114,6	191,6	785
	11	0	+1	0	635,7	116,8	171,6	710
	12	0	-1	0	640,5	120,2	195,8	730
	13	0	0	+1	651,6	118,8	189,5	690
	14	0	0	-1	615,6	98,5	175,8	610

lungen) in jedem Versuch überprüft (Anmerkung: In Tabelle 2 sind die Mittelwerte angegeben). Entsprechend dem Prüfkriterium (WEBSTER, 1995; SAPORTA, 1990) haben sich die Ergebnisse der Wiederholungen als gut reproduzierbar erwiesen (Ergebnisse nicht dargestellt). Anhand der experimentellen Ergebnisse wurden in Folge Regressionsgleichungen zur Prozessoptimierung berechnet. Die Berechnung der Regressionskoeffizienten erfolgte anhand der Werte der Zielfunktionen und der Faktorenzeichen nach den bekannten Formeln (WEBSTER, 1995; SAPORTA, 1990). Zur Bestimmung der Zuverlässigkeit der Regressionsgleichungen wurden jeweils drei zusätzliche Varianten im Zentrum des Versuchsplans untersucht. Anhand des Prüfkriteriums von WEBSTER (1995) konnte bestätigt werden, dass der Versuchsplan den notwendigen statistischen Vorgaben entspricht (Ergebnisse nicht dargestellt).

Anhand von Voruntersuchungen nahmen wir an, dass die Zusammenhänge am besten mit polynomischen Modellen zweiten Grades wie folgt beschrieben werden können.

$$y_i = b_0 + b_1 \cdot x_1 + b_2 \cdot x_2 + b_3 \cdot x_3 + b_{12} \cdot x_{12} + b_{13} \cdot x_{13} + b_{23} \cdot x_{23} + b_{11} \cdot x_1^2 + b_{22} \cdot x_2^2 + b_{33} \cdot x_3^2$$

Im Zuge erster Berechnungen haben sich beim Weintrub die Koeffizienten b_1 (x_1 = Alkoholgehalt) und b_{12} (Wechselwirkung Alkohol und Säure) beziehungsweise beim Brennwein die Koeffizienten b_3 (x_3 = Extraktgehalt) und b_{32} (Wechselwirkung Säure und Extraktgehalt) und dementsprechend die Funktionen y_1 (= Summe Ester) beziehungsweise y_3 (= flüchtige Säure) als unbedeutend erwiesen (vgl. Tab. 3). Bei der weiteren Berechnung der Zielfunktionen wurden sie daher nicht mehr in Betracht gezogen.

Tabelle 3:

Extrembereiche der Zielfunktionen (y_1 bis y_4) in Abhängigkeit von den kontrollierten Einflussgrößen (x_1 bis x_3) bei Brennwein und Weintrub

Zielgrößen	
Brennweine	y_1 Ester (mg/l) - max.
	y_2 Aldehyde (mg/l) - min.
	y_3 Fl. Säuren (mg/l) - min.
	y_4 Höhere Alk. (mg/l) - max.
Weintrub	y_1 Ester (mg/l) - max.
	y_2 Aldehyde (mg/l) - min.
	y_3 Fl. Säuren (mg/l) - min.
	y_4 Höhere Alk. (mg/l) - max.

Basierend auf den praktischen Erfahrungen, dass höhere Gehalte an Estern und höheren Alkoholen bzw. niedrige Gehalte an flüchtigen Säuren und Aldehyden mit einer hohen Destillatqualität korrelieren, wurden mit Hilfe der gefundenen mathematischen Modelle optimale Kennwerte für die Einflussgrößen Alkohol, Säuren und Extraktstoffe gesucht.

Tabelle 4:

Werte der Einflussgrößen, bei welchen die Zielgrößen in den Destillaten ihr Optimum erreichen

	Code	Einflussgröße	Optimum
Brennweine	x_1	Alkohol	9 %vol
	x_2	Säuren	11,5 g/l
	x_3	Extraktstoffe	13 %w/w
Weintrub	x_1	Alkohol	8,3 %vol
	x_2	Säuren	11,8 g/l
	x_3	Extraktstoffe	0,115 %w/w

Durch Fixieren eines Kennwertes und mittels eines Computerprogramms (Statistica) wurden äquipotenzielle Kurven und optimale Werte der Zielfunktionen in Abhängigkeit von den Einflussgrößen errechnet. Ein Beispiel solcher Kurven ist in Abbildung 1 dargestellt. Anhand dieser Graphik sind die Optimalbereiche für jede Zielgröße, wie sie auch in Tabelle 3 dargestellt sind, erkennbar. Durch Anwendung der Methode des Kompromissopti-

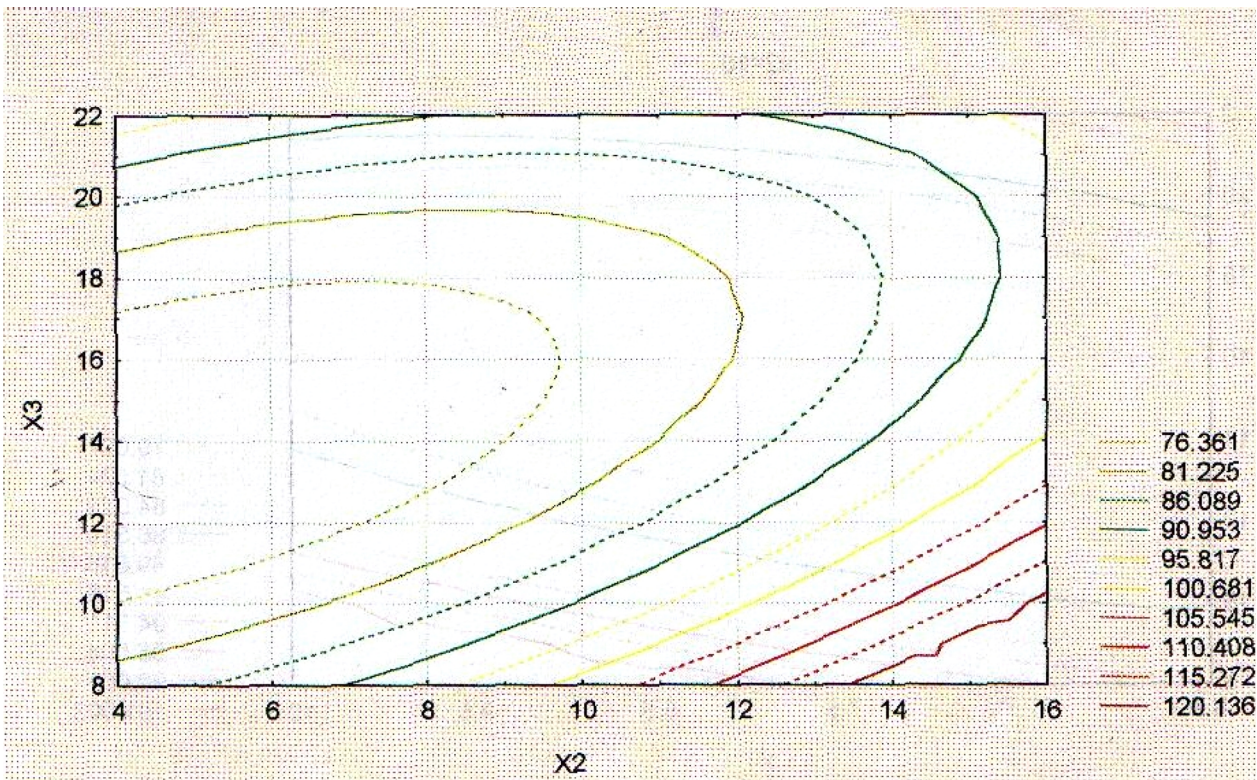


Abb. 1: Abhängigkeit der Zielfunktion y_2 (Aldehydgehalt in mg/l) von den beiden Einflussgrößen x_2 (Titrationsacidität) und x_3 (Extraktgehalt), wenn die Einflussgröße x_1 (Alkoholgehalt) mit 8 %vol. konstant bleibt

mums konnten wir Kennwerte für die kontrollierbaren Einflussgrößen (x_1 , x_2 und x_3) errechnen, bei welchen die Zielfunktionen ihr Optimum, das heißt die Zielgrößen y_1 (Summe Ester) und y_4 (höhere Alkohole) ihr Maximum und die Zielfunktionen y_2 (Summe Aldehyde) und y_3 (flüchtige Säuren) ihr Minimum erreichen. Die so berechneten Gehalte an Alkohol, Säuren und Extraktstoffen in den Ausgangsmaterialien sichern den höchsten Gehalt an Estern und höheren Alkoholen und den Minimalgehalt an flüchtigen Säuren und Aldehyden in dem resultierenden Destillat, also optimale Qualität, was auch durch eine informelle Verkostung bestätigt wurde. Einschränkend ist jedoch zu bemerken, dass diese Werte nur für die konkreten Rohstoffe gültig sind, mit denen dieser Versuch durchgeführt wurde.

Es wird empfohlen für jeden Brennwein, der destilliert werden soll, einen derartigen Versuch durchzuführen, um die optimalen Bereiche wichtiger Ausgangskennwerte zu ermitteln, bei welchen die beste Destillatqualität erzielt werden kann. Grundvoraussetzungen für die Durchführung solcher Experimente sind jedoch das Vorhandensein eines chemischen Labors und entsprechender computergestützter Optimierungsprogramme. Das Einstellen der Ausgangsparameter auf die optimalen Werte zur Gewinnung eines hochwertigen Destillats ist ein technologisches und wirtschaftliches Problem, das von der benötigten Menge und dem Preis der verwendeten Zusatzstoffe abhängt. Eine Korrektur des Alkoholgehaltes im Ausgangsmaterial kann durch Zusatz von Ethanol oder Wasser vorgenommen werden, wo-

durch keine bedeutenden Materialkosten entstehen, da bei der Destillation der gesamte Alkohol gewonnen wird. Eine Anpassung der Titrationsacidität im Ausgangsmaterial kann durch Zusatz von Lauge oder Säure erreicht werden, wodurch sich die Produktionskosten der Destillate geringfügig erhöhen. Der Extraktgehalt im Ausgangsmaterial kann durch Zugabe von Inertmaterial (z.B. Saccharose) oder durch Verdünnung mit Wasser korrigiert werden. In anderen Fällen wird es möglich sein, den Extraktgehalt durch Verschnitt mit Rohstoffen anderen Extraktgehaltes zu korrigieren. Die präsentierte Optimierungsmethode bietet somit die konkrete Möglichkeit, durch Korrektur der Kennwerte Alkohol, Titrationsacidität und Extraktgehalt im Ausgangsmaterial Destillate mit bestmöglicher Qualität zu gewinnen.

Literatur

- LEFEBVRE, J. (1983): Introduction aux analyses statistiques multidimensionnelles. - Paris: Masson, 1983
- O.I.V. (1999): Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts. - Paris: OIV, 1999
- SAPORTA, G. (1990): Propabilités, analyse des données et statistiques. - Paris Editions Technip, 1990
- WEBSTER, A. (1995): Applied statistics for business and economics. - Homewood, Ill.: Irwin, 1995

Manuskript eingelangt am 7. Mai 2003