

DIPLOMARBEIT

Titel der Diplomarbeit

Evaluierung chemischer und physikalischer Parameter
zur Nachlaufabtrennung von
Stein- und Kernobstdestillaten

angestrebter akademischer Grad

Magistra der Naturwissenschaften (Mag. rer. nat.)

Verfasser:	Christiane Donabaum (geb. Heiderer)
Matrikel-Nummer:	9801105
Studienrichtung /Studienzweig (lt. Studienblatt):	A474 Diplomstudium Ernährungswissenschaften
Betreuer:	Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Emmerich Berghofer

Wien, im Februar 2009

Danksagung

Besonders möchte ich mich bei Prof. Dr. Karl Vogel bedanken. Durch sein Engagement konnte ich die Versuche zu meiner Diplomarbeit an der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau, Klosterneuburg durchführen. Weiters möchte ich mich bedanken, dass ich alle Einrichtungen der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau, Klosterneuburg nutzen durfte.

Für die persönliche Betreuung vor Ort möchte ich mich besonders bei Dipl. Ing. Dr. Manfred Gössinger bedanken. Er stand mir stets geduldig mit Rat und Tat zur Seite. Weiters gilt mein Dank dem technischen Team der Abteilung für Obstverarbeitung der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau, Klosterneuburg. Franz Lehner, Erich Friedrich, Thomas Lauer und Theodor Frings haben mich tatkräftig bei meinen Versuchsdurchführungen unterstützt.

Weiters bedanke ich bei Herrn Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Emmerich Berghofer E. Berghofer für seine Betreuung der Diplomarbeit.

Mein größter Dank gebührt meiner Familie und meinen Freunden. Sie haben mich zu jeder Zeit unterstützt, waren immer für mich da und haben immer an mich geglaubt. Ohne ihre bedingungslose Unterstützung würde ich heute nicht diese Zeilen schreiben. Danke!

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	-6-
2	Theoretisch Grundlagen.....	-7-
2.1	Rechtliche Grundlagen.....	-8-
2.2	Herstellung von Obstmaischen.....	-9-
2.3	Rohware.....	-13-
2.3.1	Apfel der Sorte Golden Delicious	-13-
2.3.1.1	Anbau und Verbreitung.....	-14-
2.3.1.2	Aroma und Inhaltsstoffe von Äpfeln und Apfeldestillaten der Sorte Golden Delicious.....	-14-
2.3.2	Marillen der Sorte Bergeron	-15-
2.3.2.1	Anbau und Verbreitung.....	-15-
2.3.2.2	Aroma und Inhaltsstoffe von Marillen der Sorte Bergeron und von Steinobstdestillaten.....	-16-
2.4	Grundlagen der Destillation.....	-16-
2.5	Die Fraktionen eines Destillates.....	-19-
2.6	Aroma und Inhaltsstoffe von Stein- und Kernobstdestillaten.....	-21-
2.6.1	Ethanol.....	-22-
2.6.2	Methanol und Höhere Alkohole.....	-22-
2.6.3	Organische Säuren.....	-23-
2.6.4	Ester.....	-25-
2.6.5	Terpene.....	-26-
2.6.6	Ätherische Öle.....	-26-
2.6.7	Wachse.....	-26-
2.6.8	Weitere Inhaltsstoffe.....	-27-
2.7	Physikalische Eigenschaften von Destillaten.....	-27-
2.7.1	Trübung.....	-28-
2.7.2	Trübungsursachen.....	-29-
2.7.3	Leitfähigkeit allgemein.....	-29-
2.7.4	pH-Wert.....	-30-
2.8	Toxizität von Alkohol und Konsumdaten.....	-29-

2.9	Bisherige Untersuchungen zur Nachlaufabtrennung.....	-32-
3	Aufgabenstellung.....	-34-
4	Material und Methoden.....	-35-
4.1	Rohware.....	-35-
4.1.1	Äpfel.....	-35-
4.1.2	Marillen.....	-36-
4.2	Einmaischen.....	-37-
4.2.1	Verwendete Enzyme, Hefen und Reagenzien.....	-37-
4.2.2	Verwendete Geräte.....	-37-
4.3	Destillationsanlage.....	-39-
4.4	Analytische Methoden.....	-45-
4.4.1	Leitfähigkeitsbestimmung.....	-45-
4.4.2	pH-Wertmessung	-45-
4.4.3	Bestimmung des Alkoholgehaltes.....	-45-
4.4.4	Bestimmung der Trübung.....	-45-
4.4.5	Bestimmung der Gesamtsäure.....	-47-
4.4.6	Bestimmung der Öchslezahl.....	-47-
4.4.7	Bestimmung des Restzuckergehaltes der Maische.....	-47-
4.4.8	Gaschromatographische Analyse.....	-48-
4.5	Sensorische Beurteilung.....	-49-
4.6	Methoden zur statistischen Auswertung.....	-50-
4.7	Auflistung der Brände und Codierung.....	-50-
4.7.1	Codierung der Marillendestillate.....	-52-
4.7.2	Codierung der Apfelfdestillate.....	-53-
5	Versuchsdurchführung.....	-54-
5.1.1	Versuchsdurchführung Marille allgemein.....	-54-
5.1.2	Versuchsdurchführung Apfel allgemein.....	-55-
5.2	Einmaischen.....	-57-
5.2.1	Einmaischen der Marillen.....	-57-
5.2.2	Einmaischen der Äpfel.....	-59-
5.3	Gärung.....	-60-

5.4 Lagerung der Maische.....	-61-
5.5 Destillation.....	-62-
5.6 Physikalische und chemische Untersuchungen der Destillatproben.....	-63-
6 Auswertung der Ergebnisse und Diskussion.....	-64-
6.1 Destillationsprotokolle und sensorische Nachlaufabtrennung.....	-64-
6.1.1 Destillationsprotokolle.....	-65-
6.1.2 Ergebnisse der sensorischen Nachlaufabtrennung.....	-91-
6.1.3 Kommentare der Koster zu einzelnen Proben.....	-92-
6.2 Ergebnisse der physikalischen und chemischen Untersuchungen.....	-93-
6.2.1 Ergebnisse der Analyse der titrierbaren Säure.....	-93-
6.2.2 Ergebnisse der pH-Wert-Messungen.....	-97-
6.2.3 Ergebnisse der Leitfähigkeitsbestimmung.....	-99-
6.2.4 Alkoholgehalt	-105-
6.2.5 Trübung	-107-
6.2.6 Ergebnisse der Bestimmung der Geistrohrtemperatur.....	-115-
6.2.7 Inhaltsstoffe der Destillate.....	-117-
6.2.7.1 Inhaltsstoffe der Destillate allgemein.....	-117-
6.2.7.2 Inhaltsstoffe der Gleichstromdestillate am N-Punkt....	-120-
6.2.7.3 Inhaltsstoffe der Gegenstromdestillate am N-Punkt....	-122-
6.3 Signifikante Effekte bei Stein- und Kernobstdestillaten.....	-128-
6.3.1 Signifikante Effekte bei Apfeldestillaten.....	-129-
6.3.2 Signifikante Effekte bei Marillendestillaten.....	-130-
6.4 Die Abhängigkeiten der analysierten Parameter entlang des N-Punkte.....	-134-
6.4.1 Abhängigkeit der Parameter bei Apfeldestillaten.....	-135-
6.4.2 Abhängigkeit der Parameter bei Marillendestillaten	-142-
6.5 Vergleich von Gegenstrom- und Gleichstromdestillation bei Apfel- und Marillenbränden.....	-148-
6.5.1 Vergleich von Gegen- und Gleichstromdestillation bei Marillenbränden.....	-148-
6.5.2 Vergleich von Gegen- und Gleichstromdestillation bei Apfelbränden.....	-156-
6.6 Signifikante Korrelationen am N-Punkt.....	-162-

7 Schlussfolgerungen.....	-174-
8 Resümee.....	- 183-
9 Zusammenfassung.....	-184-
10 Summary.....	-185-
11 Literatur.....	-186-
12. Abbildungsverzeichnis.....	-190-
13 Tabellenverzeichnis.....	-193-
14 Abkürzungsverzeichnis.....	-195-
15 Anhang.....	-197-
Lebenslauf.....	-203-

1 Einleitung

Bei der Verarbeitung von Lebensmitteln, wird das Verfahren der Destillation häufig in unterschiedlichster Form eingesetzt. Ein Bereich ist die Destillation von Obstmaischen.

Bei dieser Form der Destillation gibt es einen besonders kritischen Punkt, nämlich den der Nachlaufabtrennung. Hier sind die Hersteller der Destillate auf Erfahrungswerte und ihre sensorischen Fähigkeiten angewiesen. Wird die Nachlaufabtrennung zu früh vorgenommen, verursacht dies einen enormen finanziellen Verlust beim Hersteller. Wird die Abtrennung zu spät vorgenommen, kommt es zu einer Qualitätsminderung des Produktes und zu einer Anreicherung nachteiliger Inhaltsstoffe im Destillat.

Um die Methode der Nachlaufabtrennung zu optimieren muss zuerst einmal untersucht werden, wie sich das Produkt im Laufe der Destillation verändert. Weiters müssen gängige Methoden der Nachlaufabtrennung erhoben und beurteilt werden. In einem weiteren Schritt müssen alternative Methoden evaluiert werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Rechtliche Grundlagen

Laut CODEX ALIMENTARIUS AUSTRIACUS von 1998 sind Spirituosen „alle zum menschlichen Genuss bestimmten Getränke, in denen aus vergorenen zuckerhaltigen Stoffen oder aus in Zucker umgewandelten und vergorenen Stoffen durch Brennverfahren gewonnener Alkohol als ein wertbestimmender Bestandteil enthalten ist und deren Mindestalkoholgehalt – vorbehaltlich anderer Regelungen – 15 % vol beträgt.“

CODEX ALIMENTARIUS AUSTRIACUS

Obstbrände sind im CODEX ALIMENTARIUS AUSTRIACUS Kapitel B23 2.3. wie folgt definiert: „Obstbrände sind, sofern nichts Abweichendes bestimmt ist, Spirituosen, die ausschließlich durch alkoholische Gärung und Destillation einer frischen, fleischigen Frucht (einschließlich Weintrauben) oder des frischen Mostes dieser Frucht – mit oder Kerne bzw. Steine – gewonnen werden, die zu weniger als 86 % vol so destilliert werden, dass das Destillat das Aroma und den Geschmack der verwendeten Frucht behält.“ Weiters werden Spirituosen wie folgt definiert: „deren Blausäuregehalt bei Steinobstbrand 10 g/hl reinem Alkohol nicht überschreiten. Der Zuckergehalt beträgt höchstens 4 g/l (auf Ware berechnet). Der Alkoholgehalt der Obstbrände beträgt mindestens 37,5 % vol.“

Im Codexkapitel B23 sind weitere Nomenklaturen und chemisch-analytische Anforderungen definiert.

Alkoholsteuer- und Monopolgesetz

Weitere rechtlich relevante Grundlagen sind im ALKOHOLSTEUER- UND MONOPOLGESETZ 1995, BGBl 1994 und in der Ergänzung BGBl I. 2000 verankert. Hier sind die Begriffe „Abfindungsbrennerei, Verschlussbrennerei und Alkohollager“ erörtert, sowie die Steuersätze und Verkaufsrichtlinien angeführt.

Abfindungsbrennereien dürfen nur „selbstgewonnene alkoholbildende Stoffe (Obst, Wurzeln, Wildfrüchte, Produkte aus dem Weingesetz und Getreide)“ destillieren. Sie dürfen ausschließlich Brenngeräte mit maximal 150l Brennblase verwenden und maximal 100l reinen Alkohol erzeugen.

Verschlussbrennereien arbeiten mit vom Zollamt verplombten und mit geeichten Weingeistzählern versehenen Anlagen. Die Judikatur unterscheidet Verschlussbrennereien mit Steueraussetzung, Kleinverschlussbrennereien und Verschlussbrennereien mit eingeschränkter Anlagensicherheit.

Brenngeräte größer als zwei Liter sind dem Finanzamt zu melden.

EU-Verordnungen

Seit 20. Mai 2008 ist in der Europäischen Union die Verordnung (EG) 110/2008 in Kraft. Diese Verordnung tritt Anstelle der Verordnung (EG) 1576/89. Die Verordnung (EG) 110/2008 regelt unter anderem geografische Angaben, Begriffsbestimmungen und Deklarationsvorschriften

2.2 Herstellung von Obstmaischen

Die Grundvoraussetzung der Erzeugung von Obstmaischen ist ein gärfähiges Rohprodukt.

Vereinfacht dargestellt ist die Gärung eine Umwandlung von Zucker in Alkohol, Kohlendioxid und Energie durch Mikroorganismen (Abb. 1). Aus 100 g Glucose entstehen etwa 50 g Ethanol und 50 g Kohlendioxid.

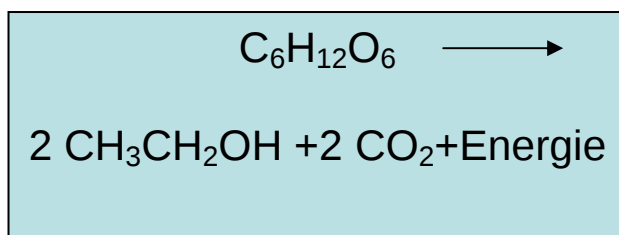


Abb. 1: Umwandlung von Zucker in Alkohol, Kohlendioxid und Energie

Auf dem Weg vom Zucker zum Alkohol werden 11 Zwischenprodukte durchlaufen und eine große Anzahl mehr oder weniger erwünschter Gärprodukte wie Glycerin, verschiedene Säuren und höhere Alkohole gebildet. Um möglichst wenige der unerwünschten Nebenprodukte, wie z.B. Essigsäure zu erhalten, versucht man durch den Einsatz von Reinzuchthefen eine reintonige Gärung zu erreichen, da diese die natürlich vorkommenden Mikroorganismen verdrängen (INNERHOFER, 2005).

Rohstoffe

Die Auswahl der Rohstoffe ist maßgeblich für die Qualität des Endproduktes verantwortlich. Das Obst muss in erster Linie sauber und reif sein. Bei der Aufarbeitung des Obstes ist besonderes Augenmerk auf das Waschen (Schwemmkanal, Gebläsewäsche, Bürstenwäscher abhängig vom zu verarbeitenden Obst) und Entfernen von verfaulten und/oder verschimmelten Stücken zu legen. Unerwünschte Geschmacksstoffe gehen in die Maische und in weiterer Folge in das Destillat über (PIEPER et al., 1993).

Reinzuchthefen

Als klassische Reinzuchtheife dient *Saccharomyces cerevisiae*. Die gezüchteten Unterarten dieser Gattung unterscheiden sich hinsichtlich ihres Aussehens, ihrer Gärfähigkeit, ihrer Stoffwechselnebenprodukte und ihrer Alkoholtoleranz. Der Einsatz von Reinzuchthefen hat viele Vorteile, wie zum Beispiel ein rasches Angären, die Unterdrückung wilder Hefen und anderen Mikroorganismen, eine gute Alkohol- und Temperaturtoleranz, eine geringe Schaumbildung und weniger unerwünschte Stoffwechselprodukte (WÜRDIG und WOLLER, 1989).

Ansäuerung

Hefen der Gattung *Saccharomyces cerevisiae* sind bei pH-Werten unter 3 noch stoffwechselaktiv. Bakterien (Milchsäurebakterien, Buttersäurebakterien) haben bei pH-Werten um 3,5 einen reduzierten Stoffwechsel. Der Stoffwechsel von Buttersäurebakterien kommt bei pH-Werten unter 3,3 völlig zum Erliegen (WÜRDIG und WOLLER, 1989).

Um eine bakterielle Fehlgärung auszuschließen, ist es sinnvoll einen pH-Wert zu wählen, der den bakteriellen Stoffwechsel unterdrückt, den der Hefen jedoch nicht beeinflusst. Anzustreben sind demzufolge pH-Werte zwischen 2,8 und 3,2. Hierfür gibt es verschiedene Möglichkeiten (GÖLLES, 1998).

Die Schwefelsäure ist billig und stark pH-senkend. Die Zugabe von Schwefelsäure sollte sparsam erfolgen, weil ein zu hoher Zusatz zu neutralen und dünnen Bränden führt. Beim Umgang mit Schwefelsäure sind besondere Schutzmaßnahmen zu treffen, da es sich um eine äußerst aggressive Säure handelt.

Phosphorsäure ist eine dreibasige Säure. Die pH-Einstellung erfolgt schleppend. Zur Qualitätsoptimierung wird die Phosphorsäure meist in Kombination mit anderen Säuren (Genusssäuren) verwendet.

Genusmilchsäure wie Apfelsäure, Milchsäure, Oxalsäure haben gute pH-Absenkungseigenschaften und sind reintönig. Sie werden jedoch meist in Kombination mit Phosphorsäure angeboten.

Die Zitronensäure ist eine schwache und preiswerte Säure. Sie ist jedoch mikrobiell leicht angreifbar und findet in der Praxis kaum Verwendung.

Kombisäuren sind meist Kombinationen von Phosphorsäure und Genusssäuren. Sie haben ein breites Anwendungsspektrum und sind gut löslich.

Enzymatischer Pektinabbau

Pektin ist eine mit Menthol veresterte Polygalacturonsäure.

Je fester und fleischiger eine Frucht ist, desto höher ist der Pektingehalt. Dieser beeinflusst die Viskosität der Maische, sowie die Pumpfähigkeit, die Steinlösung (die Lösung der Kerne von der Maische) und die Gärzeit.

Pektinabbauende Enzyme (Polygalacturonasen, Methylesterasen, Hydrolasen und Lyasen...) kommen in jeder Frucht vor. So kann theoretisch bei einer mehrstündigen Standzeit der Maische auf den Zusatz von technologischen Enzymen verzichtet werden, vor allem wenn es sich um dünnflüssige Maischen, wie bei Kirsche, oder Marille handelt. In der Praxis werden dennoch auch dünnflüssige Maischen enzymiert, um ein optimales Milieu für eine zügige Gärung zu schaffen (GÖLLES, 1998).

Pektinmethylesterasen spalten die Methylgruppen des Pektins ab. Diese Reaktion dürfte für die Entstehung geringer Mengen Methanols in der Maische verantwortlich sein. Geringe Mengen Methanols gelten auch als Nachweiskriterium für die Echtheit von Obstbränden, da Getreidebrände methanolfrei sind (CODEX ALIMENTARIUS AUSTRIAKUS).

Um den Methanolgehalt dennoch zu minimieren, sind eine schnelle Vergärung, optimale pH-Einstellung, möglichst keine Enzymierung und eine kurze Lagerzeit der Maische notwendig.

Beim Destillieren muss man bedenken, dass sich Methanol trotz seines niedrigen Siedepunktes von 64,7 °C sowohl im Vorlauf als auch im Nachlauf anreichert (TOGGENBURG, 2005).

Gärtemperatur

Bei einer Gärtemperatur unter 15°C verläuft die Gärung sehr langsam und es besteht die Gefahr eines vorzeitigen Gärstopps. Die Kaltgärung wird jedoch (unter Zugabe kaltgärender Hefen) zur Erzeugung bestimmter Produkte, insbesondere bei der Weinerzeugung, angewandt. Durch die lange Gärzeit werden besonders viele aromatische Verbindungen erzeugt. Eine permanente Kontrolle des Gärverlaufes, der Hefegesundheit und der Gärtemperatur ist notwendig (WÜRDIG und WOLLER, 1989). Bei einer Gärtemperatur über 25°C vollzieht sich die Gärung zu rasch. Aromaverluste sind die Folge. NUSSER (2003) beschreibt auch einen Alkoholverlust bei hohen Gärtemperaturen.

Die optimale Gärtemperatur liegt zwischen 16-20°C. In diesem Temperaturbereich ist eine zügige Gärung gewährleistet (WÜRDIG und WOLLER, 1989).

Gute Brennereien verwenden Maischebehälter die gekühlt (Sommer) und beheizt (im Herbst geerntetes Obst ist oft kalt und würde Tage brauchen bis es zu einer Gärung kommen kann) werden können.

Die Beheizung der Tanks erfolgt über Rippen- und Bodenheizung, die Kühlung über Kühlrippen, Kühlplatten oder Berieselung.

Technologie des Maischens

Bei der Verarbeitung von Kernobst (Äpfel, Birnen, Quitten...) werden vor allem Rätzmühlen eingesetzt, um eine möglichst feinkörnige und breiige Maische zu erzeugen. Zu große Stücke führen zu Lufteinschlüssen und zu einer längeren Gärzeit.

Die Zerkleinerung von Beerenobst (Holunder, Weintrauben, Johannisbeeren...) erfolgt durch Quetschen oder mittels Rührwerken. Holunder-, Johannis-, Wein- und Vogelbeeren werden vor dem Einmaischen gerebelt (Abtrennung von Kernen, Rispen, Dolden).

Steinobst (Zwetschke, Marille, Kirsche, Pfirsich) sollte nur angequetscht (Quetschmühlen) werden, damit die Steine nicht zerstört werden. Durch das Aufbrechen der Steine tritt Amygdalin in die Maische über und durch eine sauerstoffinduzierte Enzymkaskade entsteht Blausäure und Benzaldehyd, welche sich im Destillat ansammeln (Grenzwert laut CODEX ALIMENTARIUS AUSTRIAKUS 10mg/100ml r.A.). Vorsicht ist geboten beim Pumpen steinhaltiger Maischen, denn die meisten Pumpen zerstören einen Teil der Steine.

Steine können nach der Gärung entfernt werden (Dekanter), sonst tritt ein Bittermandelaroma im Destillat auf, welches häufig fälschlich als positive Aromakomponente benannt wird. Im Zuge der Gärung setzen sich die Steine ab und können leicht von der Maische abgetrennt werden. Qualitätsbewusste Betriebe entsteinen bereits beim Maischen.

Maischebehälter

Während der Gärung wird Zucker zu Alkohol und Kohlendioxid umgewandelt. CO₂ verdrängt während der Gärung Sauerstoff und entzieht somit unerwünschten Mikroorganismen die Lebensgrundlage. Ein Gärbehälter muss also CO₂ entweichen, jedoch O₂ nicht in den Behälter eindringen lassen, um die „Schutzgasatmosphäre“ zu erhalten. Dazu ist ein Gärspund unerlässlich (WÜRDIG, WOLLER, 1989).

Aus hygienischen Gründen dürfen nur inerte, leicht zu reinigende Behälter verwendet werden.

In modernen Betrieben werden meist Gärbehälter aus Edelstahl verwendet. Edelstahltanks sind optimal, da diese leicht zu reinigen und gut kombinierbar mit Kühlanlagen, Rührwerken und dergleichen sind.

Glasfaserverstärkte Kunststoffbehälter und Polyäthylentanks sind ebenfalls gut zu reinigen, sind jedoch günstiger als Edelstahltanks. Vor allem wenn Beschädigungen auftreten ist die Inertheit nicht mehr gegeben und es können Aromakomponenten des Kunststoffes in das Produkt übergehen.

Das Holzfass ist der traditionelle Gärbehälter. Die Reinigung von Holzfässern ist arbeitsintensiv. Kombinationen mit Kühl/Heizkomponenten sind nicht möglich. Während des Gärprozesses und der Lagerung der Maische, oder des Endproduktes werden Holzbestandteile ausgelaugt und es kommt zu einem Stoffaustausch mit der Atmosphäre. Dies kann sich sowohl positiv als auch negativ auswirken (VOGT et al., 1984). Hier kommt es besonders auf das Geschick und die Erfahrung des Herstellers an.

Optimal sind Rührwerk tanks, also Edelstahltanks mit integriertem Rührwerk und Temperatureinstellung (Berieselungsanlage, Kühl/ Heizkomponenten), um das Gärgut zu homogenisieren und den Gärprozess mittels Temperatureinstellung zu kontrollieren.

Lagerung der Maische

Zartfruchtige Maischen sollten möglichst schnell verarbeitet werden. Da dies oft nicht möglich ist, ist es notwendig die vergorene Maische in inerten Behältern (Glasballons, Edelstahltanks) und bei kontrollierten Bedingungen zu lagern.

Unmittelbar nach der Gärung destillierte Brände sind primärfruchtig und weisen eine tendenziell geringere Lagerfähigkeit auf und bei zu lange gelagerten Maischen kann sich ein Maischeton entwickeln (GÖLLES, 1998). Intensivfruchtige Maischen können über einen längeren Zeitraum gelagert werden. Während der Lagerung kommt es, abhängig vom Rohprodukt, zu Veresterungsprozessen, die sich positiv auf das Destillat auswirken können (GÖLLES, 1998).

Auch bei der Lagerdauer kommt es auf die Erfahrung des Brenners an.

Bei der Lagerung ist besonders darauf zu achten, dass die Maische dunkel (Vermeidung einer Methylcarbamatenentwicklung), kühl und in inerten Behältnissen (Glas, Edelstahl) gelagert wird. Um mögliche bakterielle Infektionen der Maische zu verhindern, ist besonderes Augenmerk auf die Betriebshygiene zu legen.

2.3 Rohware

2.3.1 Äpfel der Sorte Golden Delicious

Äpfel (*Malus domestica*) bestehen durchschnittlich zu 85 % aus Wasser und zu 0,32 % aus Mineralstoffen. Die Sorte Golden Delicious weist einen hohen Fructosegehalt auf. Bei den organischen Säuren (mittlerer Säuregehalt 5,6 g/l) dominieren Apfelsäure, Chinasäure und Zitronensäure (HERRMANN, 2001).

2.3.1.1 Anbau und Verbreitung

Um 1890 wurde die Sorte Golden Delicious von Anderson H. Mullins in Clay Country (West Virginia, USA) als Zufallssämling entdeckt (SILBERREISEN et al., 1996). Die Sorte hat eine sehr große Anbaubreite in Europa. Vom Mittelmeer bis Südsandinavien und in Bergregionen bis 900m Seehöhe reicht das Anbaugebiet, da die Blüten relativ unempfindlich gegen Frost sind. SILBERREISEN et al. (1996) beschrieben weiter, dass Anfang der 1990 er in der EU 2-3 Millionen Tonnen (in Österreich 30 000 Tonnen) Golden Delicious geerntet wurden.

Die Reifezeit (Ende September – Mitte Oktober) und die Fruchtform (in Südeuropa kugelig, in Nordeuropa zum Kelch hin verjüngt) sind abhängig vom Standort. Vollreif sind die Äpfel gelb bis goldgelb, sonnenseitig mit einem rotem Hauch und auffallend vielen Lentizellen als dunkle Pünktchen.

2.3.1.2 Aroma und Inhaltsstoffe von Äpfeln und Apfeldestillaten der Sorte Golden Delicious

Als Aromastoffe in Äpfeln gibt HERRMANN (2001) über 300 flüchtige Stoffe an, jedoch nur wenige tragen zum apfeltypischen Aroma bei und diese unterscheiden sich von Sorte zu Sorte hinsichtlich ihrer Konzentration. Mengenmäßig überwiegen in reifen Äpfeln vor allem Ester der Ameisensäure, Essigsäure, Propansäure, Buttersäure, Hexansäure, Octansäure und Decansäure, sowie Ester aus ungesättigten Säuren und Alkoholen.

Als zweitwichtigste Gruppe der Aromastoffe beschreibt HERRMANN (2001) Alkohole, also alle n-Alkohole mit 1-12 C Atomen, sowie einige ungesättigte Alkohole. Ferner finden sich in reifen Äpfeln Aldehyde (Hexanal und (E)-2-Hexanal), Terpene (α -Farnesen), Catechine, Chlorogensäure und Flavonglykoside.

Auch in Destillaten sind die Essigsäure, Buttersäure, Capronsäure, Caprinsäure, Caprylsäure, Laurinsäure, Myristinsäure und die Palmitinsäure als Methylester nachgewiesen (WOIDICH et al., 1978). Diese Ergebnisse werden von KAIN und BANDION (1970) gestützt.

Maischen aus vollreifen Golden Delicious eignen sich besonders für Destillate mit eigenem Aroma (SILBERREISEN et al., 1996).

2.3.2. Marillen der Sorte Bergeron

Die Marille (*Prunus armeniaca* L.) zählt zu den ältesten Obstarten. Sie stammt ursprünglich aus Nordchina, gehört zur Familie der Rosaceae und ist eine einsamige Schließfrucht mit steinigem Endokarp und fleischigem Perikarp.

Die Sorte Bergeron wurde um 1920 von Gabriell Bergeron in St. Cray am Mont d'Or bei Lyon gezüchtet (FISCER, 2003).

WURM et al., 2002 beschreiben die Frucht der Sorte Bergeron als „rundliche, orangene Frucht mit verwaschener, teilweise auch gepunkteter rötlichen Deckfarbe“.

Sie ist gut transportfähig, hat ein gutes Marillenaroma, ist jedoch sehr anfällig für Sharka- und Moniliainfektionen.

2.3.2.1 Anbau und Verbreitung

Laut KEPPLER et al. (1991) beträgt die Marillenweltproduktion 1,3 Millionen Tonnen jährlich, wobei die Hälfte auf Europa entfällt. Österreich ist eine Grenzlage bezüglich des Marillenanbaus, da es auf Grund der frühen Blüte oftmals zu Frostschäden kommt. Verwendung findet die Marille vor allem beim Frischkonsum, sowie in der Erzeugung von Kompotten, Marmeladen und Konfitüren, Trockenobst, Nektare und im Bereich der Destillation.

WURM et al. (2002) geben eine Übersicht der Anbausituation der Marille in Österreich. Besonders hervorzuheben ist die Tatsache, der stetig wachsenden Anbauflächen in Niederösterreich. So sind 21 % der niederösterreichischen Obstanbauflächen 1997 mit Marillen bepflanzt. 1993 betrug die österreichische Marillenernte 7 522 Tonnen, 1999 betrug sie schon 22 634 Tonnen.

KEPPLER et al. (1991) weisen darauf hin, dass die mittelspäte Blüte und damit die spätere Ernte (August) für den Standort Österreich von Vorteil sind. Besonders hervorzuheben ist auch die Fruchtgröße der Bergeron. Sie hat ein Fruchtgewicht von 61g Im Vergleich haben Marillen der Sorte Ungarisch Beste durchschnittlich ein Fruchtgewicht von 48g.

2.3.2.2 Aroma und Inhaltsstoffe von Marillen der Sorte Bergeron und von Steinobstdestillaten

Bei den Fruchtsäuren dominieren Apfelsäure und Zitronensäure, ferner auch Chinasäure, Malonsäure und Bernsteinsäure. Als Aromagrundlage gelten γ - und δ -Lactone und Terpenalkohole (Linalool, α -Terpeneol, Nerol und Geraniol). Die Besonderheiten des Bergeronmarilllearomas sind Hexylacetat und Hexanal, sowie die höheren Konzentrationen an 2-Methylbuttersäure und die 2-Methylpropansäure (HERRMANN, 2001).

INNERHOFER (2005) weist auf den Steinaton bei Steinobstdestillaten hin. Dieser Geruch und Geschmack nach Bittermandeln, Marzipan oder Benzaldehyd entsteht durch das Zerschlagen der Kerne mit der Maische. Aus den zerschlagenen Steinen löst

sich Blausäure und Amygdalin, das wiederum zu Benzaldehyd reagiert. Es ist folglich besonders wichtig bei Steinobstmaischen steinschonend zu arbeiten, um dieses Fehl aroma zu vermeiden.

2.4 Grundlagen der Destillation

„Unter Destillation versteht man ganz allgemein das Entwickeln von Dämpfen aus einer Flüssigkeit und das anschließende Niederschlagen dieser Dämpfe“ (PIEPER et al., 1993). Das Destillieren ist folglich in erster Linie eine Trennung flüchtiger und nichtflüchtiger Substanzen.

Ist die zu verdampfende Flüssigkeit eine vergorene Obstmaische, kommt es in Folge der Destillation zu einer Anreicherung von Alkohol und Aromastoffen. Möglich ist auch die Abtrennung nicht erwünschter Aromen.

Ethanol ist die wertgebende Hauptkomponente der Destillation und liegt in Form eines Alkohol-Wassergemisches vor. Reines Wasser weist bei Normaldruck einen Siedepunkt von 100°C auf. Reiner Alkohol siedet bei 78,3°C. Wird ein Alkohol-Wassergemisch, oder eine andere Flüssigkeit erhitzt, kommt es so lange zum Anstieg des Dampfdruckes in der Flüssigkeit, bis dieser gleich dem Atmosphärendruck ist. Die Flüssigkeit siedet. Aus einem siedenden Alkohol-Wassergemisch dampft immer ein Alkohol-Wassergemisch ab. Jedes Mischverhältnis von Alkohol und Wasser hat einen bestimmten Siedepunkt. Je höher der Wassergehalt dieser Mischung ist, desto höher ist die Siedetemperatur. Dämpfe aus einem Alkohol-Wassergemisch weisen immer einen höheren Gehalt an der leichtersiedenden Komponente auf, als die Flüssigkeit aus der dieser entstand (PIEPER et al., 1993).

Vereinfacht ausgedrückt ist der Dampf alkoholreicher als die siedende Flüssigkeit. Folglich tritt eine Verstärkung auf. Der Grad der Verstärkung wird mit steigendem Alkoholgehalt im siedendem Alkohol-Wassergemisch immer kleiner, bis zu einem Punkt, an dem Dampf und Flüssigkeit dieselbe Alkoholkonzentration aufweisen. Ist dieser Punkt erreicht, spricht man von einer azeotropen Mischung. Diese liegt bei einer Alkoholkonzentration von 97,2 % vol (PIEPER et al., 1993). Bei diesem Punkt ist eine weitere Anreicherung nicht möglich.

Während einer Destillation nimmt der Alkohol im Dampf stetig ab, da der Ausgangsflüssigkeit dieser Alkohol entzogen wird. Parallel dazu steigt der Wassergehalt im Dampf. Das entstehende Destillat (Raubrand) ist demzufolge nicht

ausreichend konzentriert (an Alkohol und Aroma) und muss, um einen Obstbrand zu erhalten, ein weiteres Mal destilliert werden. Diese Methode des zweimaligen Brennens wird Gleichstromdestillation genannt, weil der Dampf von der siedenden Flüssigkeit aus durch die Destillationsanlage bis in die Vorlage eine einzige Richtung aufweist.

Alternativ kann die Maische in einem Brennvorgang mittels Verstärkereinrichtungen gebrannt werden. In diesem Fall spricht man von Gegenstromdestillation.

Rektifikation

Rektifikation ist eine Verstärkung durch Wärmezufuhr. Bei einer Gegenstromdestillation kondensiert der aufsteigende Dampf an den Verstärkereinrichtungen. Der nachfolgende Dampf reichert das an den Verstärkereinrichtungen gebildete Kondensat an. Dieser Dampfweg erfolgt also nicht nur in eine Richtung. Die Anreicherung mit Alkohol und Aroma ist abhängig von der Anzahl und Art der Verstärkereinrichtungen.

Verstärkerböden

Klassische Gegenstrombrenngeräte haben eine so genannte Verstärkerkolonne integriert. Meist kann diese je nach gewünschter Destillationsart zu (Gegenstrom), oder weg (Gleichstrom) geschaltet werden. Die Verstärkerkolonne besteht aus mehreren übereinander angeordneten Kammern, die durch so genannte Verstärkerböden getrennt sind. Auf den Böden bildet sich im Laufe einer Destillation ein Kondensationsfilm. Diesen Film muss der nachfolgende Dampf durchströmen (PIEPER et al., 1993).

Die Böden können unterschiedlich aufgebaut sein. Die klassische Form ist der so genannte Glockenboden. In modernen Anlagen werden häufig Siebböden eingesetzt, da diese leichter zu reinigen sind und einen hohen Wirkungsgrad aufweisen. Weiters fand NUSSER (2003) heraus, dass Siebböden (im Vergleich zu Glockenböden) zu einer leichten Reduktion von Methanol im Mittellauf führen.

Das Grundprinzip ist unabhängig von der Form des jeweiligen Bodens. Während der Destillation bildet sich ein Flüssigkeitsfilm auf den Böden. Überschreitet dieser eine bestimmte Schichthöhe, fließt die Flüssigkeit über eine Art Überlaufrohr ab, entweder auf den darunter liegenden Boden, oder in die Blase. So wird dem aufsteigenden immer ein abfallender Dampf entgegen geführt. Der zurücklaufende

Kondensationsstrom reichert höher siedende Anteile an. Der aufsteigende Dampf nimmt im Gegenzug leichter siedende Substanzen auf (PIEPER et al., 1993).

Dephlegmator

Dephlegmation ist eine weitere Möglichkeit der Verstärkung. Die Verstärkung erfolgt durch Wärmeentzug. Dabei kommt es zu einer Teilkondensation des aufsteigenden Dampfstromes. Der nicht kondensierte Teil des Dampfes ist mit leichter siedenden Komponenten angereichert. Im Kondensat finden sich die schwerer siedenden Anteile (PIEPER et al., 1993).

Prinzipiell ist der Helm eines Brenngerätes ein einfacher Dephlegmator, da dieser kühler ist als der aufsteigende Dampf.

Dephlegmatoren im eigentlichen Sinn sind eingebaute, mit Wasser befüllte Kästen, deren Kühlflächen so bemessen sind, dass es nicht zu einer Totalkondensation kommt. Bei den meisten Dephlegmatoren kann die Rückkühltemperatur über den Wasserzulauf geregelt werden, damit ein kontinuierlicher Wärmeentzug gewährleistet werden kann. Erlaubt in der Abfindungsbrennerei sind Anlagen mit maximal drei Verstärkerböden und einem Dephlegmator.

In modernen Brennereien findet man immer häufiger Gegenstromanlagen. Diese bedeuten eine deutliche Ersparnis an Zeit und Energie, da die Energie des aufsteigenden Dampfes zur Anreicherung des Kondensates genutzt wird. Weiters erfolgt mittels einer Destillation mit Verstärkung eine bessere Auftrennung von leicht- und schwerflüchtigen Inhaltsstoffen im Vergleich zu der herkömmlichen Methode des Brennens ohne Verstärkung. Dennoch ist es für viele Brenner eine fast schon philosophische Frage, welches Verfahren zur Destillation angewendet wird (GÖLLES, 1998).

2.5 Fraktionen eines Obstdestillates

Vorlauf

Der Vorlauf ist der erste Teil der Destillation, der auf Grund seiner sensorischen Eigenschaften üblicherweise verworfen wird. Der Geruch des Vorlaufes erinnert an Nagellackentferner, Lösungsmittel oder Klebstoff und der Geruch reizt die Nasenschleimhäute (GÖLLES, 1998).

Der Vorlauf enthält die am leichtesten flüchtigen Substanzen, unter anderem Acetaldehyd und Essigsäureethylester (INNERHOFER, 2005). Um ein qualitativ hochwertiges Produkt zu erzeugen, ist es unumgänglich die Vorlaufkomponente abzutrennen.

Vorlaufabtrennung

Wird die Maische während der Destillation zu stark und zu rasch erhitzt, ist eine genaue Vorlaufabtrennung nicht möglich, da auf einmal viele flüchtige Substanzen abdampfen und im Niederschlag sowohl Vorlaufkomponenten als auch Mittellaufsubstanzen ungetrennt auftreten.

Zumeist wird die Vorlaufabtrennung sensorisch vorgenommen. Dazu werden die ersten abdestillierten Fraktionen in kleinen Behältnissen getrennt aufgefangen. Nach der Destillation wird vom Brenner entschieden, welche Fraktion noch Vorlaufcharakter aufweist und somit verworfen werden muss und welche schon als Mittellauf gewertet werden kann (INNERHOFER, 2005).

Dem Brenner steht aber eine Vielzahl alternativer Methoden ebenfalls zur Verfügung. Je nach Maische müssen durchschnittlich 4-8% des Feinbrandes, beziehungsweise 0,5-3% der Maische als Vorlauf abgetrennt werden (GÖLLES, 1998).

Mittellauf

Der Mittellauf definiert sich als die Fraktion zwischen Vorlauf und Nachlauf. Der Mittellauf, auch genannt das Herzstück, ist das eigentliche, zum Genuss bestimmte Destillat. Es ist reich an Alkohol und den fruchtypischen und gewünschten Aromastoffen.

Nachlauf

In der Maische steigt mit dem Absinken des Alkoholgehaltes der Siedepunkt an. Mit Fortdauer der Destillation gehen daher auch immer mehr höhere Alkohole in die Dampfform über und kondensieren in der Vorlage. Zu einem bestimmten Zeitpunkt überwiegen die schwerer siedenden Komponenten und das Destillat beginnt dumpf und schal zu riechen (INNERHOFER, 2005). Zu diesem Zeitpunkt muss die Nachlaufabtrennung erfolgen, wenn man einen qualitativ hochwertigen Brand erzeugen will.

Der Nachlauf ist durch den sinkenden Ethanolgehalt und den unangenehmen, oft nach Stall erinnernden Geruch gekennzeichnet. Weiters finden sich im Nachlauf vermehrt organische Säuren und deren Ester, sowie ätherische Öle und Wachse.

Die Nachlaufabtrennung

Die gängigste Methode der Nachlaufabtrennung ist die Verkostung. Hier geht der Brenner genau so vor wie bei der Vorlaufabtrennung. Die geruchsspezifische Komponente ist jedoch bei der Nachlaufabtrennung ein dumpfer oder faulig-schaler Geruch. Eine Destillation ist ein dynamischer Vorgang und auch der nachlauftypische Geruch entwickelt sich während der Destillation fließend. Sensible und geübte Brenner erkennen die für den Nachlaufcharakter verantwortlichen Aromakomponenten früher. Die physische und psychische Verfassung des Verkosters können auf sein Kosturteil Einfluss nehmen.

Mögliche Alternativen sind die Nachlaufabtrennung bei einer bestimmten Geistrohrtemperatur, oder bei einem bestimmten Alkoholgehalt. Die Temperatur des Geistrohres, als auch der Alkoholgehalt variieren jedoch am Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf, abhängig vom jeweiligen Brenngerät, den Einstellungen der Verstärkereinrichtungen und den Alkoholgehalt der Maische (INNERHOFER, 2005).

Auch andere Abtrennparameter werden vereinzelt aufgegriffen. So wird zum Beispiel nach einer bestimmten Destillationsdauer, oder bei einem bestimmten Destillatvolumen die Nachlaufabtrennung vorgenommen. Diese willkürlichen Methoden stellen keine Alternative zur Verkostung dar.

Je nach Frucht und Destillationsbedingungen müssen 10-30% des Feinbrandes als Nachlauf verworfen werden (GÖLLERS, 1998).

2.6 Aroma und Inhaltsstoffe von Stein- und Kernobstdestillaten

Beim Verzehr oder Genuss eines Lebensmittels entsteht durch das Zusammenwirken von Geschmacks-, Geruchs- und Tastempfindungen ein Gesamteindruck „Geschmack“ oder „Flavour“. Die am Zustandekommen des Geschmackseindrucks beteiligten Verbindungen lassen sich in die Geschmacksstoffe und Geruchstoffe oder Aromastoffe einteilen.

Eine Sonderstellung unter den Aromastoffen nehmen die so genannten „character impact compounds“ oder „Schlüsselaromastoffe“ ein. Das sind jene Verbindungen, die das charakteristische Aroma eines Lebensmittels prägen. Zum Beispiel riecht Benzaldehyd unverkennbar nach Mandeln, und das Himbeeraroma ist geprägt von 1-(p-Hydroxyphenyl)-3-butanon, dem Himbeerketon. (BERLITZ und GROSCH, 2001)

Durch artfremde, in den betreffenden Lebensmitteln normalerweise nicht vorkommende Aromastoffe, durch den Verlust von Schlüsselaromastoffen, oder durch Veränderungen im Konzentrationsverhältnis einzelner Aromastoffe kann ein Aromafehler „off-flavour“ entstehen (BERLITZ und GROSCH, 2001).

Bei den flüchtigen Verbindungen in Obstbranntweinen überwiegen mengenmäßig (80-90 %) die Gruppe der flüchtigen Alkohole (POSTEL und ADAM, 1982).

Dies können Verbindungen, die aus der Frucht stammen und unverändert im Destillat vorliegen (Terpene), Verbindungen, die während der Gärung und Maischelagerung durch den Stoffwechsel der Mikroorganismen und anderen enzymatischen Prozessen gebildet werden (Acetaldehyd, Alkohole, Ester, Säuren...), oder Verbindungen, die während der Destillation und Destillatlagerung entstehen (Furfural, Ethylcarbamate, Acetale...) sein (ANDE, 2004).

In Obstbränden findet man durchschnittlich 2000 mg an flüchtigen Verbindungen pro 100 mL reinen Alkohol (POSTEL und ADAM, 1982).

Aber auch technologische Einflüsse können auf das Aroma des Endproduktes haben. So hat KARPFF (2005) festgestellt, dass langsam destillierte Cornus-mas-Brände deutlich besser beurteilt wurden, als jene, die mit hoher Geschwindigkeit destilliert wurden. Je niedriger die Destillationsgeschwindigkeit gewählt wird, desto mehr Nachlaufkomponenten werden zurückgehalten und erst im Nachlauf retentiert.

2.6.1 Ethanol

Ethanol mit der chemischen Formel $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$ ist einer der wertbestimmenden Inhaltsstoffe von Obstdestillaten, da auch die gesetzlichen Abgaben aufgrund des Alkoholgehaltes basieren. Weiters stellt er auch die größte Substanzfraktion dar.

Ethanol ist eine farblose Flüssigkeit mit charakteristisch, leicht stechendem Eigengeruch. Beim Destillieren geht Ethanol nie wasserfrei, sondern als konstant siedendes azeotropes Gemisch von 95,6% Ethanol und 4,4% Wasser über (WÜRDIG und WOLLER, 1989).

2.6.2 Methanol und höhere Alkohole

Methanol gilt als Nebenprodukt der Gärung und findet sich vor allem in pektinreichen Obst- und Tresterbranntweinen (BERLITZ und GROSCH, 2001). Methanol hat vor allem auf Grund seiner Toxizität traurige Berühmtheit erlangt. Die letale Dosis wird mit 340 mg/kg Körpergewicht angegeben (MACHOLZ und LEWERENZ, 1989).

Methanol findet sich im gesamten Destillationsverlauf wieder, jedoch hat TOGGENBURG (2005) in seiner Diplomarbeit erkannt, dass es zu einer Anreicherung von Methanol in der Mittellauffraktion kommt, wenn der Destillationsprozess stark verstärkt wird.

Die auch unter der Bezeichnung „Fuselöle“ bekannten höheren Alkohole kommen regelmäßig und in stark schwankenden Verhältnissen in allen Obstbränden vor. 1-Propanol, 1-Butanol, 2-Butanol, Isobutanol, 2-Methyl-1-Butanol und 3-Methyl-1-Butanol liegen in nennenswerten Mengen vor (POSTEL und ADAM, 1982).

In Steinobstdestillaten findet man einen charakteristischen Anteil an Benzylalkohol, der während der Gärung und Lagerung durch die Reduktion von Benzaldehyd entsteht. Typisch für Kernobstdestillate ist ein hoher Anteil an 1-Hexanol. 1-Hexanol gibt ein „grasig grünes Aroma“ (HERRMANN, 2001).

2.6.3 Organische Säuren

Vorherrschend ist die Essigsäure mit 40-90 % der Gesamtsäure (BERLITZ und GROSCH, 2001). Daneben finden sich sowohl in freier als auch veresterter Form alle aliphatischen Monocarbonsäuren mit 1-12C Atomen.

Ameisensäure

Ameisensäure H-COOH findet man im freien Zustand in Ameisen, Prozessionsspinnen und Brenneseln. Sie weist in der Reihe der Monocarbonsäuren die stärkste Acidität auf und kann nicht nur als Säure, sondern auch als Aldehyd reagieren (BEYER et al., 1984).

Ameisensäure ist eine bei Raumtemperatur farblose Flüssigkeit mit stechendem Geruch.

Essigsäure

Essigsäure, oder Ethansäure, mit der Formel $\text{H}_3\text{C-COOH}$ ist eine stark riechende Flüssigkeit mit einem Siedepunkt bei 118°C (BEYER et al., 1984). Diese Säure kann sowohl von Natur aus in Früchten vorkommen, als auch während der Gärung durch Essigsäurebakterien gebildet werden. Eine Infektion einer Maische mit Essigsäurebakterien kann zu essigstichigen Destillaten führen (GÖLLES, 1998).

Propansäure

Propansäure $\text{H}_3\text{C-H}_2\text{C-COOH}$ ist eine übel riechende Flüssigkeit mit einem Siedepunkt bei 141°C (BEYER et al., 1984). Aufgrund der drei enthaltenen Kohlenstoffatome wird die Propansäure auch als C3- Fettsäure bezeichnet.

Die 2-Hydroxypropansäure ist auch unter dem Trivialnamen Milchsäure bekannt und ist als solche eine farblose und geruchsneutrale Flüssigkeit (MAITLAND, 2000).

n-Buttersäure

n-Buttersäure (Butansäure) $\text{H}_3\text{C-CH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH}$ kommt als Glycerinester in der Butter vor und trägt daher ihren Trivialnamen. Sie ist eine ölig, ranzig riechende Flüssigkeit mit einem Siedepunkt bei 164°C . Die Isobuttersäure $(\text{H}_3\text{C})_2\text{CH-COOH}$ kommt frei in Johannisbrot und Kamillenöl vor. Sie siedet jedoch bei 154°C und ist auf Grund des tertiären C-Atomes leicht oxidierbar (BEYER et al., 1984).

Valeriansäure

Valeriansäure ist der Trivialname der Pentansäure (C5-Fettsäure). Ihre chemische Formel lautet: $\text{H}_3\text{C}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOH}$ (Siedepunkt: 187°C)

Der Trivialname leitet sich von der Baldrianwurzel (*Valeriana officinalis*) ab, wo Ester der Isovalerinsäure die aromagebenden Komponenten darstellen (BEYER et al., 1984).

Höhere Fettsäuren

Höhere Fettsäuren finden sich vor allem als Ester niedrigerer Alkohole und als Ester höherer einwertiger Alkohole in den Wachsen.

Die Trivialnamen Capronsäure, Caprylsäure und Caprinsäure leiten sich von „capra“ für Ziege ab und deuten auf das Vorhandensein dieser in der Ziegenmilch hin. Auch der Geruch der Einzelsubstanzen erinnert stark an den Geruch von Schafen und Ziegen.

Der Name Capronsäure, steht für die C6-Fettsäure n-Hexansäure. Caprylsäure ist die umgangssprachliche Bezeichnung der C8-Fettsäure und ihrer Isomere n-Octansäure. Die Caprinsäure beinhaltet zehn Kohlenstoffatome und trägt daher die Bezeichnung n-Decansäure.

Laurinsäure (n-Dodecansäure) befindet sich als Glycerinester im Lorbeeröl. Und besitzt als solcher ein lorbeertypisches Aroma.

Palmitinsäure (n-Hexadecansäure) $\text{C}_{15}\text{H}_{31}-\text{COOH}$ und Stearinsäure (n-Octadecansäure) $\text{C}_{17}\text{H}_{33}-\text{COOH}$ bilden zusammen mit der Ölsäure als Glycerinester den Hauptbestandteil tierischer und pflanzlicher Fette (BEYER et al., 1984).

Linolsäure trägt die systematische Bezeichnung all cis-9, 12-Octadecadiensäure, 18:2, n-6. Sie ist eine n-6-Fettsäure mit zwei Doppelbindungen in cis-Stellung.

Bei der Linolensäure sind zwei Isomere von besonderer Bedeutung 18:3, n-6 und 18:3, n-3. Beide tragen drei cis-konfigurierte Doppelbindungen, die jedoch im ersten Fall am 6ten, 9ten, und 12ten C-Atom, im zweiten Fall auf Position 9, 12 und 15. Die Linolensäure ist vor allem in Fetten pflanzlicher Herkunft zu finden. Die n-3-Fettsäuren sind wie die n-6-Fettsäuren ein essenzieller Bestandteil der menschlichen Ernährung (ELMADFA und LEITZMANN, 1998).

2.6.4 Ester

Ester weisen die allgemeine Strukturformel R_1COOR_2 auf. Carbonsäureester entstehen durch Reaktionen von Carbonsäuren (in diesem Fall R_1) mit Alkoholen (R_2) unter katalytischer Wirkung von Säuren. Auf Grund der Vielfalt an Carbonsäuren in Stein- und Kernobst, ist folglich auch die Zahl deren Ester mannigfach.

Ester beeinflussen als Duftstoffe stark das Aroma von Destillaten. Die Duftpalette reicht von fruchtig, blumig bis ölig, klebstoffartig (BERLITZ und GOSCH, 2001).

Ethylacetat

Ethylacetat ist eine typische Vorlaufkomponente mit klebstoffartigem Geruch (POSTEL und ADAM, 1982). Deutlich erhöhte Werte von Ethylacetat, oder Ethyllactat weisen auf eine mit Milch- oder Essigsäurebakterien infizierte Maische hin.

Fruchtypische Ester

Charakteristisch für Steinobst ist Benzylacetat und Ethylbenzoat (HERRMANN, 2001). Gaschromatographische Untersuchungen an Apfelbränden von WOIDICH et al., (1978) zeigten, dass in den Destillaten der Sorten Gravensteiner und Golden Delicious Ester ungesättigter Fettsäuren in unterschiedlichen Isomeren vorliegen.

2.6.5 Terpene

Terpene gehören der Stoffklasse der Lipide an. Sie können als Polymerisationsprodukt des C₅-Kohlenwasserstoffes Isopren aufgefasst werden. Die Biosynthese der Terpene geht von Acetyl-CoA-Einheiten aus und verläuft über die Mevalonsäure. Der Unterschied zur Fettsäurebiosynthese liegt in der Anknüpfung der dritten Acetateinheit (Aldolkondensation). An diesem Punkt wird die für Terpene typische Verzweigung eingeführt. Eingeteilt werden die Terpene nach der Anzahl der Terpeneinheiten (Doppelisopreneinheiten mit 10 C-Atomen).

Terpene sind jene Naturstoffe, die am meisten mit Sinnesempfindungen assoziiert werden. Unter den Terpenen gibt es eine Vielzahl von Duft- und Riechstoffen (Menthol, Carvon, Thymol, Piperiton...) und sie sind in vielen Essenzen und Gewürzen

(Pfefferminze, Dillkraut, Thymian, Eukalyptus...) enthalten. Sie umfassen auch die Farbstoffklasse der Carotinoide.

Terpene sind typische sekundäre Pflanzeninhaltsstoffe.

2.6.6 Ätherische Öle

Ätherische Öle sind aus Pflanzen oder Pflanzenteilen gewonnene lipophile Stoffgemische, die in der Regel wichtige Aromaträger darstellen. Sie sind flüchtig und weisen eine geringe Löslichkeit in Wasser auf. Bislang sind über 8000 Komponenten aus verschiedenen Stoffklassen bekannt (KOLB et al., 2002).

Etwa ein Drittel aller höher entwickelten Pflanzen reichern ätherische Öle an. Sie dienen den Pflanzen als Kohlenstoffquelle, als Schutz gegen Wasserverlust, Wuchshemmstoffe auf Nachbarpflanzen, als Hilfsmittel zur Bestäubung und schützen vor Tierfraß und Mikroorganismenbefall.

2.6.7 Wachse

Wachse sind langkettige Fettsäuren, die mit langkettigen primären Alkoholen verestert sind. Wachse sind bei Raumtemperatur knetbar fest bis brüchig hart, durchscheinend bis opak und schmelzen oberhalb von 40°C ohne Zerstörung und sind gut alkohollöslich. Wachse, die aus der Maische überdestilliert werden, fallen erst bei der Herabsetzung des Brandes auf Trinkstärke, oder intensiver Kühlung aus (BELITZ und GROSCH, 2001).

Natürliche Wachse schützen die Oberfläche von Blätter, Stielen und Samen vor Austrocknung und Befall durch Mikroorganismen.

2.6.8 Weitere Inhaltsstoffe

Ethylcarbamate findet sich vor allem in Steinobstbränden in Mengen von 0,3-3,2 µg/mL (BELITZ und GROSCH, 2001).

Carbonylverbindungen und Acetale: Für den Destillateur sind bei dieser Stoffklasse vor allem Acetaldehyd, Acrolein und Benzaldehyd von Bedeutung (BELITZ und GROSCH, 2001).

Essigsäureethylester erinnert im Geruch an Nagellack oder Nagellackentferner und ist eine typische Vorlaufkomponente.

Acrolein entsteht, wenn die Maische bakteriell infiziert war und verursacht scharfe, die Schleimhäute reizende und ungenießbare Destillate.

Benzaldehyd riecht nach Mandeln und Marzipan. Es entsteht wenn aus dem Steininneren Amygdalin im Beisein von Glucose und Blausäure enzymatisch hydrolysiert wird.

2.7 Physikalische Eigenschaften von Destillaten

2.7.1 Trübung

Eine Trübung wird durch feste, flüssige oder gasförmige Partikel verursacht, die bis zu einer Größe von 100 μm mit freiem Auge nicht sichtbar sind. Kolloiddisperse Stoffe mit einer Partikelgröße von 0,1 bis 0,001 μm bilden häufig Komplexe und sind dadurch für Nachtrübungen mitverantwortlich (KOLB et al., 2002).

Um den Grad der Trübung einer Probe zu bestimmen, wird diese mit einem Trübungsphotometer untersucht. Dabei wird die Probe in einen Lichtstrahl eingebracht. Ein Teil des Lichtes wird absorbiert, ein anderer seitlich gestreut. Die ermittelten Werte werden entweder in NTU (Nepheolometric Turbidity Unit) oder in TE/F (Trübungseinheit Formazin) angegeben. Auch andere Einheiten werden verwendet. Diese sind jedoch bei der Untersuchung von Flüssigkeiten weit weniger gebräuchlich. Wird die Probe in einem Winkel von 0° zur Lichtquelle gebracht, so entspricht ein TE/F einem NTU. Sauberes Trinkwasser hat eine Trübung von 0,05-0,5 NTU und erscheint klar. Formazin weist eine Trübung von 4000 NTU, Milch mit 1,5% Fett 50000 NTU auf. Trübungswerte unter 0,016 NTU sind mittels optischer Verfahren nicht bestimmbar (HÄNSEL und NEUMANN, 1993).

Das Auftreten einer Trübung in einem Destillat ist abhängig von der Art der Trübungsursache. Sind diese Partikel alkohollöslich, wie es zum Beispiel bei ätherischen Ölen, Wachsen oder höheren Alkoholen der Fall ist, so tritt die Trübung erst bei einer Erniedrigung des Alkoholgehaltes zum Beispiel beim Herabsetzen einer Spirituose auf Trinkstärke auf. Trübungen dieser Art lassen sich durch starkes Abkühlen (minus 7°C für mehrere Tage) und anschließende Filtration aus dem Brand

entfernen (KOLB et al., 2002). Mit der Abkühlung eines Destillates sinkt das Lösungsvermögen für bestimmte Stoffe.

2.7.2 Trübungsursachen

Ätherische Öle, Wachse und Terpene:

Sie sind alkohollöslich und fallen bei einer Verringerung der Alkoholkonzentration als Trübung aus. Ätherische Öle bilden leichte Trübungen oder Öltröpfchen auf der Sprituosenoberfläche aus. Terpene treten hingegen eher in Form einer bläulich-milchigen Opaleszenz auf. Vor allem Terpene fallen bei einer Abkühlung leicht aus, regenerieren sich jedoch bei Erwärmung des Destillates wieder sehr schnell (KOLB et al., 2002).

Höhere Alkohole und deren Ester

Durch sie verursachte Trübungen findet man vor allem bei einfach gebrannten Destillaten und beim Herabsetzen des Alkoholgehaltes auf Trinkstärke (KOLB et al., 2002). Höhere Alkohole und ihre Ethylester bilden Ölringe an der Oberfläche oder weißlich-milchige Opaleszenz. Manchmal kommt es auch zu Komplexbildungen mit anderen trübungsverursachenden Substanzen.

Calcium- und Magnesiumsalze

Nicht ausreichend enthärtetes oder demineralisiertes Wasser kann Calcium- und Magnesiumsalze enthalten, deren Löslichkeit in Alkohol deutlich reduziert wird. Oft kommt es erst nach mehreren Tagen zu Trübung oder Niederschlagsbildung.

Mikrobielle Kontamination

Mikrobielle Kontaminationen sind auf Grund des hohen Alkoholgehaltes äußerst selten, aber dennoch möglich (KOLB et al., 2002).

Schwermetalle

Schwermetalle wie Eisen und Kupfer verursachen Trübungen bei einer Schwermetallbelastung von mehr als 0,2 mg/L (KOLBE et al., 2002). Eine derartige Schwermetallkontamination kann von schadhaften metallischen Behältern, Rohrleitungen, oder von kontaminiertem Betriebswasser kommen.

Polyphenole

Polyphenole (Gerbstoffe) kommen in allen Destillaten vor. Zu Trübungen kommt es dennoch nur bei langer Lagerung in Holzfässern oder durch Komplexbildung mit Schwermetallen.

2.7.3 Leitfähigkeit

Als Leitfähigkeit bezeichnet man die Fähigkeit eines chemischen Stoffes oder Stoffgemisches, Energie, andere Stoffe, oder Teilchen im Raum zu transportieren. Unterschieden werden die elektrische Leitfähigkeit für elektrischen Strom, die Molare Leitfähigkeit, für elektrische Leitfähigkeiten in Elektrolyten, die Wärmeleitfähigkeit, die Kapillare Leitfähigkeit, sowie die akustische Leitfähigkeit.

Die Leitfähigkeit wird auch als Konduktivität bezeichnet.

Definitionsgemäß ist die Leitfähigkeit L der reziproke Wert des Widerstandes R , $L=1/R$. Gemessen wird die Leitfähigkeit von Flüssigkeiten mittels einer Leitfähigkeitselektrode, die die Ladungsbewegung zwischen zwei Elektroden bestimmt. Als physikalische Messeinheit dient die Einheit Siemens S . Die Angabe erfolgt bei Untersuchungen von Flüssigkeiten meist in $\mu S/cm$ (HÄNSEN und NEUMANN, 1993 und 1996).

Im Weiteren wird ausschließlich die Molare Leitfähigkeit als besondere physikalische Eigenschaft behandelt. Die Molare Leitfähigkeit beschreibt die elektrische Leitfähigkeit einer elektrolytischen Flüssigkeit in Abhängigkeit von der Konzentration der Ionen.

Reines, entionisiertes Wasser weist eine Leitfähigkeit von $0,05-0,1 \mu S/cm$ auf, Meerwasser hingegen weist eine Leitfähigkeit von $10 \mu S/cm$ und mehr auf (MAITLAND, 2000).

Leitfähigkeit in Destillaten

Reine alkoholische Lösungen weisen keine elektrische Leitfähigkeit auf. Da Destillate einen gewissen Anteil an Wasser beinhalten, ist die Fähigkeit der Konduktivität gegeben. Die in Ionen dissoziierten Inhaltsstoffe verleihen dem Wasser eine elektrische Leitfähigkeit. In organischen Molekülen sind delokalisierte Elektronen die Basis der Leitfähigkeit. In Metallen sind die locker gebundenen Elektronen für den Ladungstransport verantwortlich.

In Obstbränden finden sich eine Reihe von Substanzen die in ionischer Form vorhanden sein können, wie z.B. organische Säuren und aromatische Verbindungen (MAITLAND, 2000). Diese können zu einer spezifischen Leitfähigkeit eines Destillates führen.

Die Leitfähigkeit einer Lösung kann mittels eines Leitfähigkeitsdetektors ermittelt werden.

2.7.4 pH-Wert

Der pH-Wert ist ein Maß für die Protonendissoziation in wässrigen Medien. Per Definition können in alkoholischen Lösungen keine pH-Werte im eigentlichen Sinn ermittelt werden. Obstbrände sind jedoch keine reinen alkoholischen Lösungen, sondern beinhalten eine mehr oder weniger große wässrige Phase.

Die pH-Wertbestimmung in Destillaten dient in erster Linie zur Evaluierung einer Bezugsgröße und als Bestandteil der Ermittlung der titrierbaren Säuren.

Um pH-Werte in alkoholischen Medien bestimmen zu können, bedarf es alkoholbeständiger und wieder befüllbarer Elektroden (siehe Kapitel Material und Methoden).

2.8 Toxizität von Alkohol und Konsumdaten

Die letale Blutalkoholkonzentration liegt bei rund 4-5 g/L, wobei die meisten Erwachsenen bereits ab einer Blutalkoholkonzentration von 1,5 g/L betrunken sind. Die Gefährlichkeit des Alkoholkonsums liegt nicht zwingend in seiner letalen Dosis. Vielmehr ist auf die Langzeitschäden einer erhöhten Alkoholfuhr hinzuweisen.

Als Folge langjährigen Alkoholabusus sind vor allem Läsionen der Magenschleimhaut und Schäden an der Dünndarmmucosa zu beobachten. Diese führen zu einer verminderten Resorbierbarkeit von essenziellen Nahrungsbestandteilen. Es können Nervenfunktionsstörungen infolge eines Thiaminmangels, makrozytärer Anämie durch Folsäuremangel, sideroblastische Anämie durch Mangel an Pyridoxin, sowie perniziöse Anämie als Folge eines Cobalaminmangels auftreten (ELMADFA und LEITZMANN, 1998).

Eine alkoholinduzierte Fettleber, sowie Nieren-, Herz-, und Pankreasschäden können ebenfalls Folgen eines langjährigen erhöhten Alkoholkonsums sein.

Aus der Wiener Krankenhausstatistik (2001) geht hervor , dass in diesem Jahr 956 Patient/innen wegen alkoholinduzierten Lebererkrankungen in Wien in stationärer Behandlung waren, wobei Männer im Alter von 45-64 Jahren besonders stark betroffen waren. Im darauf folgenden Jahr starben allein in Wien 399 Patient/innen an chronischen Lebererkrankungen und Leberzirrhose. Etwa 90% der Leberzirrhoseerkrankungen können auf Alkoholmissbrauch zurückgeführt werden (2. WIENER ERNÄHRUNGSBERICHT, 2005).

In den DGE, ÖGE, SGE, SVE: Referenzwerte für die Nährstoffzufuhr (2000) werden für einen erwachsenen Mann 20 g Alkohol pro Tag und für eine erwachsene Frau 10 g Alkohol pro Tag als „gesundheitsverträglich“ angegeben. Ein definierter Schwellenwert, an dem ein täglicher Alkoholkonsum schädliche Auswirkungen erreicht, wird jedoch nicht angegeben.

Im Vergleich zum OESTERREICHISCHSCHEN ERNÄHRUNGSBERICHT (1998), ist vor allem der Alkoholkonsum bei Frauen stark angestiegen. Der Alkoholkonsum liegt, den Daten des ÖSTERREICHISCHEN ERNÄHRUNGSBERICHT (2003) zufolge,

bei Frauen bei 3% der Gesamtenergieaufnahme und bei Männern bei 5% der Gesamtenergieaufnahme.

In Tab. 1 ist die Entwicklung des Alkoholkonsums der Österreicher von 1955-2001 zu sehen.

Nach einem Anstieg des Alkoholkonsums in den letzten fünf Jahrzehnten, ist mit Beginn des Einundzwanzigsten Jahrhunderts erstmals ein kleiner Abwärtstrend zu erkennen.

Tab. 1: Alkoholkonsum in Österreich pro Kopf und Jahr

Quelle: UHL und SPRINGER; Handbuch Alkohol – Österreich: Zahlen, Daten, Fakten, Trends 2001, Bundesministerium für soziale Sicherheit und Generationen, Wien ,2001

	R. A. in l Spirituosen	R. A. in l Bier	R. A. in l Wein	Bier in l	Wein in l	R. A. in l Gesamt
1955	0,7	3,0	1,6	60	13,5	12,1
1975	1,6	5,2	4,0	103,4	34,9	24,8
1985	1,5	5,5	3,9	109,4	34,2	25,0
1995	1,7	5,7	3,7	114,3	31,9	25,3
2001	1,3	5,5	3,5	109,7	30,8	23,1

2.9 Bisherige Untersuchungen zur Nachlaufabtrennung bei Stein- und Kernobstdestillaten

Aromatische Alkohole in Obstdestillaten wurden von POSTEL et al. (1972) untersucht. Ergebnis dieser Untersuchung war, dass Obstbrände einen 2-Phenylethanolgehalt von 0,7-3,5 mg/100 mL r.A. aufweisen.

GUAN (1997) identifizierte 2-Phenylethanol als „wesentliche Nachlaufkomponente“. Wobei diese, als Reinsubstanz stark nach Rosen riechende Substanz (KAHN, 1972), nicht für das typische Nachlaufaroma verantwortlich sein kann. GUAN (1997) kommt weiters zu dem Schluss, dass 2-Phenylethanol als „guter Indikator zur Nachlaufabtrennung“ angesehen werden kann und gibt Möglichkeiten an, die 2-Phenylethanolkonzentration in Destillaten zu bestimmen.

Erste quantitative Analysen von Monocarbonsäuren und deren Ester in Obstdestillaten beschreiben KAIN und BANDION (1970). Sie identifizierten Fettsäuren mit einer Kettenlänge von 2 – 14 C-Atomen und längerkettige Ethylester von Fettsäuren als Inhaltsstoffe von Marillen-, Apfel-, Birnen- und Kirschenbränden.

WOIDICH et al. (1978) erkannten, dass es qualitative und quantitative Unterschiede in der Zusammensetzung von Apfelbränden unterschiedlicher Sorten gibt.

Weiters haben sich SPONHOLZ et al. (1989) mit der quantitativen Bestimmung von Fettsäuren in Obstbränden befasst. Sie kamen zu dem Schluss, dass diese aus dem Stoffwechsel der Hefen stammen. ADAM et al. (1995) untersuchten, unter anderem, die Konzentrationen mittelkettiger Ester (Ester von Hexansäure, Octansäure, Decansäure, Dodecansäure und Tetradecansäure) in Obstdestillaten. Sie gaben die mittlere Konzentration dieser Ester in Obstdestillaten mit 0,4 – 9,0 mg/100 mL r.A. an.

MEINL (1995) kam zu dem Ergebnis, dass Essigsäure, Isopentansäure, Decansäure, Ethyllactat und Diethylsuccinat hauptsächlich im Nachlauf von Obstdestillaten zu finden sind. Im Gegensatz dazu stellte er fest, dass Terpene vor allem im Vor- und Mittellauf auftreten.

GUAN (1997) kam zu dem Ergebnis, dass C6 – C12 Fettsäuren als „Schlüsselsubstanzen“ des typischen Nachlaufaromas von Stein- und Kernobstdestillaten, bezeichnet werden können. Mit der Herkunft der C6 - C12

Fettsäuren in Obstbränden befasste sich bereits SPONHOLZ (1981). Ergebnis dieser Untersuchung war, dass diese Fettsäuren Stoffwechselprodukte der Hefen sind.

Weiters beschrieb GUAN (1997), dass der Gesamtsäuregehalt im Mittellauf von Stein- und Kernobstdestillaten nicht über 50 mg/100mL r.A. liegen sollte, aber am Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf, sollte der Gesamtsäuregehalt etwa 120 mg/100 mL r.A. erreichen. Dadurch ergibt sich für GUAN (1997), neben der Identifikation von 2-Phenylethanol, eine weitere Möglichkeit der Nachlaufabtrennung am N-Punkt (Zeitpunkt der Nachlaufabtrennung) von Stein- und Kernobstdestillaten.

3 Aufgabenstellung

Ziel war es eine alternative Methode zur Nachlaufabtrennung bei Stein- und Kernobstdestillaten zu entwickeln (Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung der Trübung, des pH-Wertes, der titrierbarer Säure, der Leitfähigkeit, der Konzentration an 2-Phenylethanol, der Konzentration an Fettsäuren und Fettsäureethylester), sowie in der Literatur beschriebene alternative Wege zur Nachlaufabtrennung (Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung des pH-Wertes, der titrierbaren Säure, der Konzentration an 2-Phenylethanol, der Konzentration an Fettsäuren und der Konzentration an Fettsäureethylester) auf ihre Praxistauglichkeit zu prüfen.

Weiters sollte dabei sowohl die Gleichstromdestillation, als auch die Gegenstromdestillation, sowie unterschiedliche Destillationsgeschwindigkeiten verwendet werden. Ebenfalls sollte auf unterschiedliche Arten der Vergärung von Stein- und Kernobstmaischen Rücksicht (Gärung bei Raumtemperatur und gekühlte Gärung) genommen werden.

Analytisch standen chemische (Gaschromatographie und Bestimmung der titrierbaren Säure) und physikalische Analysemethoden (Bestimmung der Trübung und des pH-Wertes, sowie die Leitfähigkeitsmessung) im Vordergrund.

4 Material und Methoden

4.1 Rohware

Die Rohware wurde von der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau, Klosterneuburg zur Verfügung gestellt. Der Anbau der Rohware erfolgte in den anstaltseigenen Gärten „Haschhof“.

Ebenso wurden von der Bundesanstalt alle im Verlauf erwähnten Geräte und Materialien zur Verfügung gestellt.

Der praktische Teil dieser Diplomarbeit fand im Technikum der Abteilung für Obstverarbeitung der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau, Klosterneuburg statt.

4.1.1 Äpfel

Am Mittwoch den 12. Oktober 2006 wurden am Morgen 2500 kg Äpfel der Sorte Golden Delicious angeliefert (Abb. 2).

Die Äpfel hatten eine Temperatur von 5°C, da diese am Vortag gepflückt und bis zu ihrer Verarbeitung im Kühlhaus gelagert wurden.

Die Früchte waren nur mäßig reif und wiesen eine hellgrüne bis hellgelbe Färbung auf. Das sortentypische Aroma war ausgeprägt.

Die Früchte zeigten keine fauligen oder verschimmelten Stellen auf. Vereinzelt waren Druckstellen aufgrund der Lagerung und des Transportes zu sehen.

Die Äpfel wiesen einen pH-Wert von 3,64 und 63°Oe auf.



Abb.2: Verwendete Äpfel

4.1.2 Marillen

Am 04. August 2006 erfolgte die Anlieferung von 1170 kg Marillen der Sorte Bergeron aus dem Kühllager der anstaltseigenen Obstgärten.

Die optische Prüfung ergab, dass sich die Früchte in einem unversehrten Zustand befanden. Das Obst war vollreif, nur vereinzelt wurden weniger reife Früchte entdeckt. Einige Früchte wiesen vereinzelt bräunliche Stellen auf (Abb. 3)

Die Temperatur der Früchte betrug 4 bis 8°C, da sie am Vortag geerntet wurden und über Nacht im Kühlhaus aufbewahrt wurden. Die Raumtemperatur betrug zu diesem Zeitpunkt 20°C. Die Marillen hatten ein stark ausgeprägtes Marillenaroma.



Abb. 3: Verwendete Marillen

Die am Mittwoch den 09. August, angelieferten Marillen der Sorte Bergeron (720 kg) wiesen eine deutlich schlechtere Qualität auf, als die der Vorwoche. Sie waren reif, hatten viele bräunliche Flecken und hatten vereinzelt deutlich faulige Stellen. Die Temperatur der Früchte betrug 14°C, da sie am Tag der Anlieferung geerntet wurden. Aufgrund der extrem starken Regenfälle der Vortage waren auch die Marillen dieser Ernte noch teilweise nass. Manche Früchte hatten Risse aufgrund der vielen Niederschläge. Aromatik und Geschmack waren jedoch einwandfrei.

4.2 Einmaischen:

Das Einmaischen der Rohware erfolgte laut Angaben des Kapitels 5. Das angewandte Verfahren zur Einmischung der Marillen ist in Kapitel 5.2.1, das der Äpfel in Kapitel 5.2.2 beschrieben.

4.2.1 Verwendete Enzyme, Hefen und Reagentien:

- 84% ortho-Phosphorsäure, MERK, Darmstadt, Deutschland
- Distizym FM der Firma ERBSLÖH, Velbert, Deutschland
- Reinzuchthefer Oenoferm Freddo (*Saccharomyces cerevisiae* var. *bayanus*), ERBSLÖH, Velbert, Deutschland

4.2.2 Verwendete Geräte:

- Voran Rätzmühle von Josef Kranzl, Wels
- Monopumpe mit Schneckengetriebe von Stöber Regelbetriebe, Pforzheim, Deutschland
- Monopumpe der Firma Stöber Regelbetriebe, Pforzheim, Deutschland
- Edelstahltank „Immervolltank“ mit 2200 L Fassungsvermögen der Firma Böck, Burgschleinitz (Abb. 4)
- Rührwertank der Firma Balik Anlagentechnik GmbH, Wien (Abb. 5)
- Krücke („Krickerl“) zur Durchmischung der Maische



Abb. 4: Edelstahltank



Abb. 5: Rührwerk tank

4.3 Destillationsanlagen

Die Destillate wurden mit zwei verschiedenen Brennanlagen der Firma C. Carl, Göppingen, Deutschland erzeugt. Die „große“ Anlage, oder auch 150 L-Anlage genannt, besitzt ein Füllvolumen von 150 L Maische, die „kleine“ Anlage, auch als 50 L-Anlage bezeichnet, hat ein Fassungsvermögen von 47 L Maische.

Beide Anlagen verfügen über eine Computersteuerung des Herstellers. Die Steuerung erfolgt über die Regulierung der Dampfzufuhr. Dafür notwendige Sensoren befinden sich in der Blase, dem Helm, am dritten Boden, im Dephlegmator und im Geistrohr um die Temperatur der Maische, bzw. des Dampfes auf dem gewünschten Niveau zu halten. Weiters befindet sich in der Vorlage ein Durchflussmesser, der die Fließmenge und Geschwindigkeit des Destillates erfasst, sowie ein Biegeschwinger, der anhand der Dichte, die Alkoholkonzentration des Destillates ermittelt.

Beide Anlagen werden mit Dampf (Erzeugung des Dampfes erfolgt zentral, hausintern) beheizt. Der maximale Dampfdruck beträgt 1 bar (1 bar = 0,1MPa). Die Regelung der Dampfzufuhr kann computergesteuert erfolgen, indem ein durch Druckluft gesteuertes Ventil automatisch geöffnet, oder geschlossen wird.

Beide Anlagen verfügen über einen doppelwandigen Kessel mit Helm und einer Verstärkerkolonne mit drei Siebböden, die einzeln geschlossen, oder geöffnet werden können. Bei der kleinen Anlage ist die Verstärkereinrichtung direkt über dem Kessel montiert (Abb. 6). Bei der großen Anlage, ist die Verstärkerkolonne aus Platzgründen seitlich angebracht (Abb. 7)



Abb. 6: Kleine Brennanlage



Abb. 7: Große Brennanlage

Weiters wird bei beiden Anlagen ein Röhrenkühler verwendet.

Beide Brennereien verfügen über einen wassergekühlten Dephlegmator. Dessen Temperatur wird ebenfalls über das Steuerungsprogramm gesteuert. Ein druckluftgesteuertes Ventil reguliert die Wasserzufuhr zum Dephlegmator.

Die Brennereisteuerung lässt sich via Touch Screen Monitor bedienen. So können verschiedene Parameter des Destillationsvorganges variiert werden. Bei den Destillationen dieser Diplomarbeit wurden die in Tab. 2 - 8 angeführten Einstellungen verwendet.

Jeder Destillationsverlauf der beiden verwendeten Anlagen wurde in Form einer so genannten „CC-Kurve“ aufgezeichnet. CC-Kurven werden die Aufzeichnungen der Computersteuerung der beiden Destillationsanlagen genannt. Sie zeichnen den zeitlichen Verlauf der Destillation anhand folgender Parameter auf:

- Temperatur Maische
- Temperatur Helm
- Temperatur dritter Boden
- Temperatur Geistrohr
- Temperatur Vorlage
- Alkoholgehalt
- Fließgeschwindigkeit
- Liter absolut

Tab. 2: Standardeinstellung der Destillationsparameter der kleinen Anlage, bei langsamer Destillation

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	85% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 85°C	
Aufheizphase 2	31% Dampfzufuhr	Dritter Boden 73°C	
Aufheizphase 3	31% Dampfzufuhr	Erhöht Dampf auf 35%	
Brennphase 1	3lt/h	0,5lt absolut	64°C
Brennphase 2	4lt/h	80% vol	66°C
Brennphase 3	4lt/h	70% vol	66°C
Brennphase 4	6lt/h	50% vol	70°C
Brennphase 5	6lt/h	40% vol	70°C

Tab. 3: Standardeinstellung der Destillationsparameter der kleinen Anlage, bei schneller Destillation

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	85% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 85°C	
Aufheizphase 2	31% Dampfzufuhr	Dritter Boden 73°C	
Aufheizphase 3	31% Dampfzufuhr	Erhöht Dampf auf 35%	
Brennphase 1	3lt/h	0,5lt absolut	64°C
Brennphase 2	7lt/h	80% vol	66°C
Brennphase 3	7lt/h	70% vol	66°C
Brennphase 4	9lt/h	50% vol	70°C
Brennphase 5	9lt/h	40% vol	70°C

Tab .4: Standardeinstellung der Destillationsparameter der großen Anlage, bei langsamer

Destillation

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	100% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 85°C	
Aufheizphase 2	38% Dampfzufuhr	Dritter Boden 73°C	
Aufheizphase 3	37% Dampfzufuhr	Fließgeschwindigkeit	
Brennphase 1	4lt/h	1lt absolut	65°C
Brennphase 2	7lt/h	80% vol	65°C
Brennphase 3	7lt/h	70% vol	65°C
Brennphase 4	7lt/h	50% vol	65°C
Brennphase 5	15lt/h	40% vol	65°C

Tab. 5: Standardeinstellung der Destillationsparameter der großen Anlage, bei schneller

Destillation

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	100% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 85°C	
Aufheizphase 2	38% Dampfzufuhr	Dritter Boden 73°C	
Aufheizphase 3	37% Dampfzufuhr	Fließgeschwindigkeit	
Brennphase 1	4lt/h	1lt absolut	65°C
Brennphase 2	13lt/h	80% vol	65°C
Brennphase 3	13lt/h	70% vol	65°C
Brennphase 4	13lt/h	50% vol	65°C
Brennphase 5	15lt/h	40% vol	65°C

Tab. 6: Standardeinstellung bei Raubranddestillation mit beiden Anlagen

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	100% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 80°C	
Aufheizphase 2	80% Dampfzufuhr	Geistrohrtemperatur 77°C	
Aufheizphase 3	45% Dampfzufuhr	Erhöht Dampf auf 60%	
Brennphase 1	16lt/h	0,1lt absolut	80°C
Brennphase 2	16lt/h	40% vol	80°C
Brennphase 3	16lt/h	30% vol	80°C
Brennphase 4	16lt/h	20% vol	80°C
Brennphase 5	16lt/h	5% vol	80°C

Tab. 7: Standardeinstellung der Destillationsanlage bei Gleichstromdestillation mit der großen Anlage

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	70% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 50°C	
Aufheizphase 2	25% Dampfzufuhr	Geistrohrtemperatur 65°C	
Aufheizphase 3	25% Dampfzufuhr	Erniedrigt Dampf auf 18%	
Brennphase 1	4lt/h	1lt absolut	80°C
Brennphase 2	6lt/h	80% vol	80°C
Brennphase 3	6lt/h	55% vol	80°C
Brennphase 4	8lt/h	50% vol	80°C
Brennphase 5	15lt/h	40% vol	80°C

Tab. 8: Standardeinstellung der Destillationsanlage bei Gleichstromdestillation mit der kleinen Anlage

Phase	Fixe Parameter	Übergangsbedingung	Dephlegmator-temperatur
Aufheizphase 1	50% Dampfzufuhr	Maischetemperatur 50°C	
Aufheizphase 2	10% Dampfzufuhr	Geistrohrtemperatur 65°C	
Aufheizphase 3	20% Dampfzufuhr	Erhöht Dampf um 5%	
Brennphase 1	4lt/h	0,5lt absolut	80°C
Brennphase 2	8lt/h	80% vol	80°C
Brennphase 3	8lt/h	55% vol	80°C
Brennphase 4	8lt/h	50% vol	80°C
Brennphase 5	8lt/h	40% vol	80°C

4.4 Analytische Methoden

Alle Laborversuche fanden in den Räumen der Abteilung für Obstverarbeitung statt, mit Ausnahme der gaschromatographischen Analysen, die in der Abteilung für Chemie der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau, Klosterneuburg durchgeführt wurden.

4.4.1 Leitfähigkeitsbestimmung

Die Bestimmung der Leitfähigkeit erfolgte mittels der Leitfähigkeitselektrode TetraCon 325 der Firma WTW Wissenschaftlich-Technische Werkstätten GmbH, Weilheim, Deutschland und dem WTW Kontrollstandard (nach DIN 38404/ISO 7888), Handbuch TetraCon 325, WTW, Weilheim, Deutschland.

4.4.2 pH-Wertmessung

Die durchgeführten pH-Wert Bestimmungen erfolgten mit dem Taschenmessinstrument MultiLine P4 der Firma WTW und der Präzisions-pH-Einstabmesskette SenTix H/HW, mit pH-Glasmembran, Schliffdiaphragma und 3 mol/l KCl als erneuerbaren Elektrolyt. Die Kalibrierung erfolgte standardisiert laut Herstellerangaben nach DIN 19266, Handbuch SenTix H/HW, WTW, Weilheim, Deutschland.

4.4.3 Bestimmung des Alkoholgehaltes

Zur Ermittlung des Alkoholgehaltes der Destillatproben wurde ein Biegeschwinger DMA46 von Anton PAAR KG, Graz verwendet.

4.4.4 Bestimmung der Trübung

Zur Bestimmung der Trübung einer Probe kam der Trübungsphotometer LTP5 „Compact Laboratory turbidity Photometer“, HACH-LANGE GmbH, Düsseldorf, Deutschland mit 1 cm Photometerküvetten nach DIN 38404 C 2 zum Einsatz.

Bestimmung der Trübung bei 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol:

Um die Trübung einer Probe bei 30 %vol zu bestimmen, musste die Probe auf diesen Alkoholgehalt eingestellt werden.

Von der Probe wurde zuerst der Alkoholgehalt (Kapitel 4.4.3) bestimmt und in % mas mit Hilfe der amtlichen Alkoholtafeln (Tafel 4) dargestellt. Ebenso wurde der gewünschte Alkoholgehalt (30 %vol, 35 %vol und 40 %vol) in %mas ausgedrückt.

Im nächsten Schritt wurde die Probe in ein Becherglas eingewogen (geeichte Laborwaage). Als ideale Einwaage hat sich 3 g Probe erwiesen. Mit dieser Einwaage ergibt sich ausreichend Probematerial zur Untersuchung.

Weiters ermittelt man mit nachfolgender Formel, die Menge an enthärtetem Wasser, das zur Probe zugegeben werden muss, um diese auf den gewünschten Alkoholgehalt zu verdünnen.

$$A\%_{\text{mas}} \times \text{kgA} = B\%_{\text{mas}} \times \text{kgB}$$

$$A\%_{\text{mas}} \times \text{kgA}$$

$$\text{kgB} = \frac{\text{kgA}}{B\%_{\text{mas}}} - \text{kgA}$$

A%mas.....Masseprozent des Ausgangsdestillates (Probe)

B%mas.....Masseprozent des gewünschten Destillates

kgA.....Gewicht der Probe (Einwaage)

kgB.....Gewicht an enthärteten Wasser (Zugabe an enthärteten Wasser)

Nach der Zugabe der berechneten Menge an enthärteten Wasser wurde die Probe durchmischt (geschwenkt). Anschließend wurde ein Teil der Probe in eine saubere Küvette überführt und die Trübung (Kapitel 4.4.4) bestimmt.

Messung der Trübung der verdünnten Proben nach Kühlung:

Um die Intensität der Trübung zu verstärken wurden die in Kapitel 4.4.4.1 hergestellten Proben gekühlt. Dafür wurden die hergestellten Verdünnungen im Becherglas bei 4°C für 20 Minuten im Kühlschrank (handelsübliches Haushaltskühlgerät) gelagert. Nach dieser Zeit wurden die Proben in eine saubere Küvette überführt und der Grad der Trübung (Kapitel 4.4.4) ermittelt. Vorversuche ergaben, dass eine längere Kühldauer (1 h, 6 h, 12 h und 24 h) keinen Einfluss auf die Ergebnisse bei dieser Versuchsdurchführung hatten.

4.4.5 Bestimmung der Gesamtsäure

Die Bestimmung der Gesamtsäure einer Probe berechnet als Essigsäure erfolgte nach ADAM et al. (1995). Folgende Geräte wurden verwendet:

- pH-Messgerät mit pH-Messelektrode: MultiLine P4 der Firma WTW und der Präzisions-pH-Einstabmesskette SenTix H/HW
- Magnetrührer Mono der Firma Variomag, mit Rührstäbchen
- Titrationsbürette DOSIMAT 665, Metrohm Swiss
- 50 ml Bechergläser

Reagenzien:

- 0,005 N NaOH: 20fache Verdünnung mit destilliertem Wasser von Titrisol (c NaOH = 0,1 mol/l) der Firma MERK KG, Darmstadt, Deutschland

Zur Bestimmung der Gesamtsäure wurden 30 ml Destillat gegen 0,005 N NaOH bis zu einem pH-Wert von 8,1 titriert. Aus dem Verbrauch an Natronlauge kann der Gesamtsäuregehalt der Probe berechnet werden:

$$\text{Gesamtsäure in mg/l} = \frac{\text{Verbrauch an NaOH in ml} \times \text{Faktor Essigsäure } 0,6}{\text{Probenmengenfaktor } 3 \times \text{Verdünnungsfaktor } 20}$$

4.4.6 Bestimmung der Oechslezahl

Diese Bestimmung der Oechslezahl erfolgte mittels eines amtlich geeichten Hand-Zuckerrefraktometers der Firma ZEISS, Carl-Zeiss-Jena GmbH, Jena, Deutschland. Die Angaben erfolgten in °Oe.

4.4.7 Bestimmung des Grades des Restzuckergehaltes der Maischen

Das Ende der Gärung der Maischen wurde über den Restzuckergehalt in der Maische bestimmt. Sobald der Zuckergehalt der Maische unter 5 g/L Maische lag, galt diese als vollständig vergoren. Diese Bestimmung wurde mittels Clinitest der Firma BAYER AG, Leverkusen, Deutschland durchgeführt. Je Versuch wurden 1mL Probe mit je einer Tablette Clinitest in einer Eprovette vereint. Der entstandene Farbumschlag wurde anschließend mit der Farbreaktionstabelle (Abb. 8) verglichen.

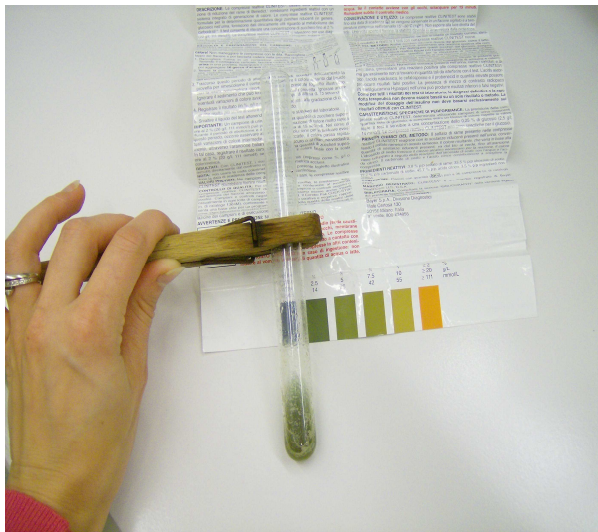


Abb. 8: Auswertung des Clinitestes

4.4.8 Gaschromatographische Analyse

Um Referenzwerte zu erhalten, wurden jene Fettsäuren und deren Ethylester untersucht, die unter anderem von GUAN (1997) und WOIDICH (1978) analysiert wurden.

Gerät: 5890 Serie II mit Probengeber 6890 und FID (Alles Fa. Hewlett Packard)

Säule: DB-FFAP, Länge 30 m, ID 0,32 mm, Filmdicke 0,5 μm (Fa. Agilent)

Trärgas: Helium 5.6, Kopfdruck 12 psi (=82,74 kPa), constant flow

Injektionsvolumen: 1 μL ,

Splitverhältnis: ca.1:10

Injektortemperatur: 260 °C

Detektortemperatur: 300 °C

Temperaturprogramm:

1. Injektionstemperatur: 60 °C , Haltezeit: 2,5 min
2. Aufheizen auf 100 °C mit 3 °/min, Haltezeit 0 min
3. Aufheizen auf 250 °C mit 12°/min, Haltezeit 5 min

Gesamtlaufzeit: 33,33 min

Die Bestimmungsgrenze für die einzelnen Substanzen lag bei ca. 0,3 mg/L.

Folgende Reagenzien wurden verwendet:

Ethanol p.A. (Merck Nr. 1.00983.2511)

Ameisensäure p.A. (Fluka Nr. 33015)

2-Ethylbuttersäure purum (Fluka Nr. 03190)
Essigsäure p.A. (Merck Nr.100063)
Propionsäure p.S. (Merck Nr. 800605)
Isobuttersäure p.S. (Merck Nr. 800472)
Buttersäure p.S. (Merck Nr. 800457)
Isovaleriansäure p.S. (Merck Nr. 800820)
Valeriansäure p.S. (Merck Nr. 800821)
Octansäure p.S. (Merck Nr. 800192)
Hexansäure p.S. (Merck Nr. 800198)
Decansäure p.S. (Merck Nr. 802169)
Laurinsäure p.S. (Merck Nr. 805333)
2-Phenylethanol p.S. (Merck Nr. 807006)
Capronsäureethylester purum (Fluka Nr. 21550)
Caprylsäureethylester purum (Fluka Nr. 21670)
Caprinsäureethylester purum (Fluka Nr. 21430)
Myristinsäureethylester puriss (Fluka Nr. 70090)
Palmitinsäureethylester purum (Fluka Nr. 76132)
Linolsäureethylester puriss (Fluka Nr. 62250)
Linolensäureethylester purum (Fluka Nr. 62180)
Milchsäureethylester p.A. (Fluka Nr. 73364)

4.5 Sensorische Beurteilung

Die während der Destillation aufgefangenen Fraktionen wurden in einen neutralen und gut gelüfteten Raum transferiert und der Reihe nach, links beginnend mit der ersten Fraktion und rechts endend mit der letzten Fraktion aufgestellt. Anschließend betraten die Verkoster einzeln nacheinander den Raum, um ihre Beurteilung ohne Beeinflussung abzugeben. Die Beurteilung der sensorischen Qualität erfolgte ausschließlich durch Riechen.

Die Koster begannen in der Mitte des Destillats und rochen von jeder Probe Richtung Nachlauf (nach rechts) bis sie den nachlauftypischen Geruch wahrnahmen und notierten diese Probennummer. Analog erfolgte die Beurteilung von der Mitte aus Richtung Vorlauf (nach links), wo sie die Probennummer mit dem ersten typischen Vorlaufaroma erkannten.

Weiters waren sie angehalten, auffällige Aromakomponenten zu notieren. Jedes Destillat wurde von mindestens fünf Verkostern beurteilt, wobei vier Koster alle Destillate verkosteten. Das Kosturteil erfolgte innerhalb von 48 h.

Da sich üblicherweise die Verkoster bei ihren Beurteilungen nicht einig waren, wurden jene Fraktionen als N-Punkt (erste Nachlaufraktion) bezeichnet, bei der mindestens drei Verkoster ein einheitliches Urteil abgaben. War das bei einem Destillat nicht der Fall, wurde der Mittelwert des Urteils aller Koster herangezogen.

Die Ergebnisse der sensorischen Auswertung sind in Kapitel 6.2 angeführt.

4.6 Methoden zur statistischen Auswertung:

Die Ermittlung des Bestimmtheitsmaßes erfolgte mittels WINDOWS XP PROFESSIONAL EXCEL, der Firma MICRO SOFT, Redmond, Washington über die Erstellung einer Ausgleichsgeraden und Ermittlung der Gleichung zur Bestimmung des Bestimmtheitsmaßes.

Die Berechnung der Effekte erfolgte nach KLEPPMANN (2003).

Weitere statistische Untersuchungen erfolgten mittels SPSS-Programm für Windows, SPSS GmbH software, Chicago, Illinois.

4.7 Auflistung der Brände und Codierung:

Die Codierung der Destillate beinhaltet die Obstart, wobei A die Bezeichnung für Apfeldestillate und M die für Marillendestillate war. Die darauf folgende Zahl bezieht sich auf den Zeitpunkt der Destillation. Wobei mit steigender Zahl, ein späterer Destillationszeitpunkt gemeint ist.

Die Codierung der Destillate beinhaltet weiters vier Ziffern. Die erste Ziffer zeigt bei den Apfeldestillaten die Art der Gärung an, wobei 1 für die gekühlte Gärung und 2 für die Gärung bei Raumtemperatur steht. Im Fall der Marillendestillate beschreibt die erste Ziffer die verwendete Anlage. 1 bedeutet es wurde mit der großen Anlage, 2 mit der kleinen Anlage destilliert. Raubrände tragen die Nummerierung 0.

Die zweite Ziffer bezieht sich bei beiden Obstarten auf die Art der Destillation. 1 bedeutet es handelt sich bei den Apfelbränden um eine Gleichstromdestillation und bei den Marillenbränden um eine Gegenstromdestillation. 2 steht bei den Äpfeln für Gegenstromdestillation und bei den Marillen für eine Gleichstromdestillation.

Die dritte Ziffer beschreibt für beide Obstarten die Geschwindigkeit der Destillation. 1 bedeutet der Brand wurde langsam und 2 er wurde schnell destilliert. 3 ist die Bezeichnung der Standardgeschwindigkeit, die bei den Gleichstromdestillationen verwendet wurde.

Die vierte Ziffer bezieht sich auf die Wiederholung eines Versuches. 1 ist der erste Versuch und 2 die Wiederholung.

Der Nummerncode kann durch die Verwendung von Abkürzungen weiter ergänzt werden.

In Tab. 9 und 10 werden folgende Abkürzungen verwendet:

g.....große Anlage

k.....kleine Anlage

l.....langsame Destillation

s.....schnelle Destillation

gg....Gegenstromdestillation

RB...Raubrand

FB...Feinbrand

BT.....Maische bei Raumtemperatur vergoren

RT.....Maische in Rührwerk tank vergoren

4.7.1 Codierung der Marillendestillate:

Tab. 9: Codierung der Marillendestillate

Benennung	Nummer	Ergänzung	Datum
M1	1111	g gg l	28.08.2006
M2	1121	g gg s	29.08.2006
M3	0	RB k	29.08.2006
M4	0	RB g	29.08.2006
M5	0	RB g	30.08.2006
M6	2111	k gg l	30.08.2006
M7	0	RB k	30.08.2006
M8	1112	g gg l	04.09.2006
M9	0	RB k	05.09.2006
M10	2121	k gg s	05.09.2006
M11	2112	k gg l	05.09.2006
M12*	2122	k gg s	06.09.2006
M13	0	RB g	06.09.2006
M14	2123	k gg s	11.09.2006
M15	0	RB g	11.09.2006
M16	0	RB g	12.09.2006
M17	1122	g gg s	13.09.2006
M18	0	RB k	13.09.2006
M19*	2231	FB g (M4+M5)	14.09.2006
M20	0	RB g	14.09.2006
M21	1232	FB g (M16+M20)	19.09.2006
M22	1233	FB g (M13+M15)	02.10.2006
M23	2231	FB k M (M3+M18)	04.10.2006
M24	2232	FB k (M9+M7)	10.10.2006

*) M12 und M19 wurden auf Grund von technischen Problemen während der Destillation im Weiteren nicht behandelt. Um den Versuchsplan beizubehalten, wurden von beiden Bränden Wiederholungen (M14 und M22) gemacht

4.7.2 Codierung der Apfeldestillate

Erklärungen und Abkürzungen sind unter 4.7 angegeben.

Tab. 10: Codierung der Apfeldestillate

Benennung	Nummerierung	Ergänzung	Datum
A2	2221	BT gg s	09.11.2006
A3	2211	RT gg l	09.11.2006
A4	2212	BT gg l	20.11.2006
A5	2222	BT gg s	23.11.2006
A6	0	RT RB	29.11.2006
A7	0	BT RB	29.11.2006
A8	1221	RT gg s	30.11.2006
A9	0	BT RB	30.11.2006
A10	0	BT RB	30.11.2006
A11	0	BT RB	04.12.2006
A12	0	RT RB	04.12.2006
A13	1211	RT gg l	05.12.2006
A14	1212	RT gg l	05.12.2006
A15	0	RT RB	12.12.2006
A16	0	RT RB	12.12.2006
A17	1222	RT gg s	18.12.2006
A18	2131	FB BT (A10+A11)	09.01.2007
A19	1131	FB RT (A15+A16)	16.01.2007
A20	1132	FB RT (A6+A12)	17.01.2007
A21	2132	FB BT (A7+A9)	30.01.2007

Allgemein können einzelne Proben mit „a, aa, b, bb, c“, oder „cc“ versehen sein. Probenbezeichnungen mit einem „a“, sind Verdünnungen auf 30 %vol, mit „b“ auf 35 %vol und mit „c“ auf 40 %vol. Wurden die jeweiligen Verdünnungsstufen auf 4°C gekühlt, so tragen die Proben die Bezeichnungen „aa“ (30 %vol und 4°C), „bb“ (35 %vol, 4°C), sowie „cc“ (40 %vol, 4°C)

5 Versuchsdurchführung

5.1.1 Versuchsdurchführung Marille allgemein

Die Marillenmaische (Kapitel 5.2) wurde nach der vollständigen Gärung auf unterschiedliche Weise destilliert. Insgesamt entstanden so sechs unterschiedliche Destillate. Jeder Destillationsprozess wurde wiederholt, somit ergaben sich zwölf Brände.

Destilliert wurden je zwei Gleichstromdestillationen mit der kleinen (50 L-Anlage) und der großen Destillationsanlage (150 L-Anlage), sowie mit beiden Anlagen zwei schnelle und zwei langsame Gegenstromdestillationen (Kapitel 4.3).

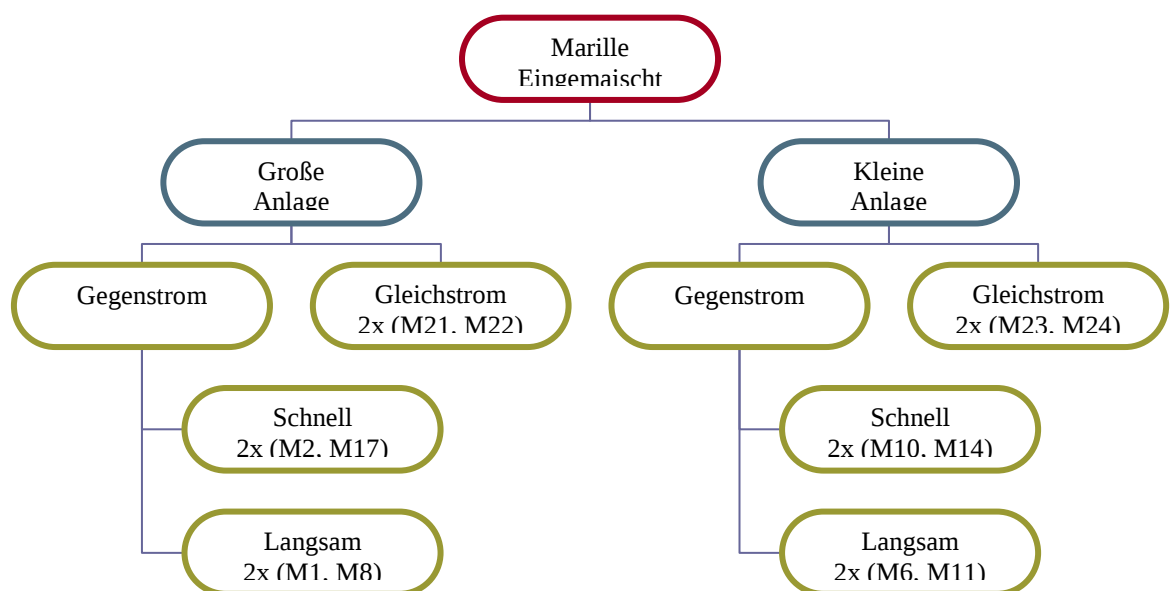


Abb. 8: Fließschema der Marillendestillatherstellung

Alle zwölf Brände wurden zu je 150 ml fraktioniert in Glasflaschen mit Schraubverschluss aufgefangen.

Jede Fraktion wurde:

- Sensorisch beurteilt (Kapitel 4.5)
- Trübung gemessen (Kapitel 4.4.4)
- Alkoholgehalt bestimmt (Kapitel 4.4.3)
- Leitfähigkeit (Kapitel 4.4.1) nach 1 h, nach 24 h und nach 48 h bestimmt.

Nachdem der N-Punkt (erste Nachlauffraktion) sensorisch ermittelt wurde (Kapitel 4.5), wurden bei 10 Fraktionen rund um den Umschlagpunkt folgende Parameter analysiert:

- Trübung bei 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol (Kapitel 4.5)
- pH-Wert (Kapitel 4.4.2)
- Titrierbare Säure (Kapitel 4.4.5)

Wobei Fraktion 6 den N-Punkt darstellt. Fraktion 1-5 sind die Proben von Mittellauf bis N-Punkt. Die Fraktionen 6-10 sind Nachlauffraktionen, wobei Fraktion 6 (=N-Punkt) die erste Nachlauffraktion darstellt.

Fünf Fraktionen rund um den N-Punkt wurden gaschromatographisch erfasst (Kapitel 4.4.7)

5.1.2 Versuchsdurchführung Apfel allgemein:

Zu Beginn des Versuches wurde die angelieferte Rohware in zwei gleich große Chargen geteilt. Eine Hälfte wurde bei Raumtemperatur, die andere Hälfte bei 16°C vergoren (Kapitel 5.2). Mit beiden Maischen wurden je zwei (Wiederholung) Gleichstrombrände, zwei schnelle und zwei langsame Gegenstromdestillate erzeugt (Kapitel 4.3). Alle Destillate wurden mit der großen Anlage gebrannt. Insgesamt entstanden so zwölf Destillate, wobei sechs davon Wiederholungen entsprechen.

Alle zwölf Brände wurden zu je 150 ml fraktioniert in Glasflaschen mit Schraubverschluss aufgefangen.

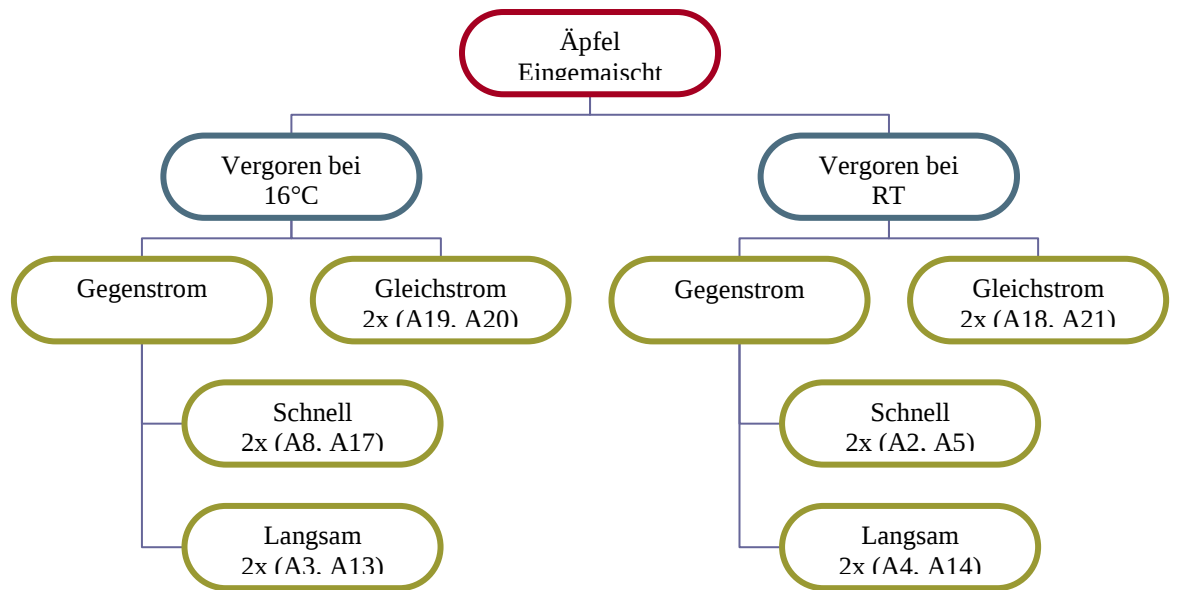


Abb. 10: Fließschema der Apfelfeststoffherstellung

Jede Fraktion wurde:

- Sensorisch beurteilt (Kapitel 4.5)
- Trübung gemessen (Kapitel 4.4.4)
- Alkoholgehalt bestimmt (Kapitel 4.4.3)
- Leitfähigkeit (Kapitel 4.4.1) nach 1 h, nach 24 h und nach 48 h bestimmt.

Nachdem der N-Punkt sensorisch ermittelt wurde (Kapitel 4.5) wurden bei 10 Fraktionen rund um den Umschlagpunkt folgende Parameter analysiert:

- Trübung bei 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol (Kapitel 4.4.4)
- pH-Wert (Kapitel 4.4.2)
- Titrierbare Säure (Kapitel 4.4.5)

Wobei Fraktion 6 den N-Punkt, also die erste Nachlaufraction, darstellt. Die Fraktionen 1-5 sind die Proben von Mittellauf bis N-Punkt und die Fraktionen 6-10 sind Nachlaufractionen, inklusive N-Punkt.

Fünf Fraktionen rund um den N-Punkt wurden gaschromatographisch erfasst (Kapitel 4.4.7).

5.2 Einmaischen

5.2.1 Einmaischen der Marillen:

Die Verarbeitung der Marillen begann am 04. August 2006 um 08:00 mit der Anlieferung von 1170 kg Marillen, in den Räumen des Technikums der Höheren Bundeslehranstalt und Bundesamt für Obst- und Weinbau in Klosterneuburg.

Zu Beginn wurden die Kisten, in denen die Marillen angeliefert wurden, in zwei gleich hohe Stapel aufgeteilt, wobei auf eine Durchmischung der Kisten Rücksicht genommen wurde.

Die Kisten des ersten Stapels wurde in den Einfülltrichter der Walzenmühle gekippt, die Früchte darin zerquetscht und über eine Monopumpe wurde das Mark in einen zuvor nach den betriebsinternen Standards gereinigten Edelstahltank gepumpt. Die Marillen des zweiten Kistenstapels wurden ebenfalls gewalzt, anschließend aber über die Monopumpe in einen nach den betriebsinternen Standards zuvor gereinigten Rührwerkstand gefüllt.



Abb. 10: Einmaischen der Marillen



Abb. 11: Walzenmühle von oben, während der Verarbeitung (Ansicht von oben)

Anschließend erfolgte eine gute Durchmischung der beiden Maischen und eine Probenentnahme.

Beide Proben wiesen einen pH-Wert von 3,64 sowie eine Temperatur von 15,6 °C auf. Die Bestimmung der Öchslezahl mittels eines zuvor überprüften Refraktometers ergab

für die Maische des Edelstahltanks 57 °Oe und für die Maische des Rührwerk tanks 58 °Oe.

Aufgrund des pH-Wertes von 3,64 wurde im nächsten Schritt eine Ansäuerung der Maische mit 84 % ortho-Phosphorsäure durchgeführt. Hierfür wurden 160 mL Säure je hL Maische, also 800 mL Säure je Tank unter ständigem Rühren zugesetzt.

Anschließend erfolgte die Zugabe von Distizym FM der Firma ERBSLÖH, einem pektolytischem Enzym. Der Hersteller empfiehlt eine Zugabe von 10-25 mL Enzym pro 100 kg Maische. Zugegeben und gut eingemengt wurden 120 mL Distizym in jeden Tank.

Um eine optimale Gärung zu gewährleisten, wurden danach je 120 g Reinzuchthefen mit der Bezeichnung Oenoferm Freddo (*Saccaromyces cerevisiae* var. *bayanus*) der Firma ERBSLÖH in warmen Wasser für 20 min aufgequellt und in weiterer Folge den Maischen zugegeben. Das entsprach der vom Hersteller für Steinobstmaischen empfohlenen 20 g pro 100 L Maische.

Eine anschließende Probenahme ergab eine pH-Wertsenkung auf 3,08 im Edelstahltank und 3,09 im Rührwerk tank.

Der Rührwerk tank wurde anschließend an das Kaltwasser angeschlossen und programmiert. Die gewünschte Gärtemperatur betrug 15 °C. Das Drehintervall war auf 30 s rühren und 2 min Pause eingestellt.

Da das kalte Leitungswasser im Gebäude zwischen 20 °C und 21 °C schwankte war es nicht zur Kühlung des Rührwerk tanks geeignet. Die Kühlwasserbereitstellung erfolgte somit über einen Edelstahltank, der mit gekühltem Wasser (Tauchkühler) befüllt wurde (Abb. 13).



Abb. 13: Kühlung des Rührwerk tanks

Am Mittwoch den 09. August 2006 wurden weitere 720 kg Marillen der Sorte Bergeron geliefert. Proben dieser Marillen zeigten einen pH-Wert von 3,68 und 55 °Oe.

Das Einmaischen erfolgte gleich wie das Einmaischen der Früchte am 07. August 2006. Das Marillenmark wurde zu gleichen Teilen zu den zwei bereits gärenden Maischen gegeben. Ebenso erfolgten die Maischebehandlungen analog zu den bereits gärenden Maischen (160 mL ortho-Phosphorsäure pro hL Maische, 20 mL Distizym FM je 100 kg Maische und 20 g Oenoferm Freddo pro hL Maische).

Das Ende der Gärung wurde mittels Clinitest überprüft (Kapitel 4.4.7).

Am Ende der Gärung wurden beide Maischen vereint und gut durchmischt.

5.2.2 Einmaischen der Äpfel

Am Mittwoch den 12. Oktober 2006 wurden 2500 kg Äpfel der Sorte Golden Delicious angeliefert. Anschließend wurde mit deren Verarbeitung begonnen.

Zu Beginn wurden die Äpfel in zwei gleich große Chargen zu je 1250 kg geteilt. Ein Teil wurde für die Vergärung im Edelstahltank, der andere für die Vergärung im Rührwerk tank vorbereitet. Jede Charge wurde gleich verarbeitet.

Die Äpfel wurden im ersten Arbeitsschritt gewaschen (Abb. 14) und anschließend mittels Walzenmühle zerkleinert (Abb. 15 und 16). Das daraus entstandene Mark wurde in den jeweiligen, den internen Standards entsprechend gereinigten Tank gepumpt. Während des Pumpvorgangs erfolgte die Zugabe von 1920 mL ortho-Phosphorsäure je Tank. Dies entsprach einer Zugabe von 160 mL Säure pro 100 L Maische. Um eine optimale Durchmischung zu erreichen, wurde die Säure kontinuierlich in kleinen Dosen im gesamten Pumpverlauf zugegeben.



Abb. 14: Waschen der Äpfel
Seitenansicht



Abb. 15: Walzenmühle



Abb. 16: Walzenmühle Vorderansicht und Befüllung der Pumpe

Anschließend wurden je Tank 187,5ml Distizym der Firma ERBSLÖH, als pektolytisches Enzym zugegeben. Dies entspricht den Herstellerempfehlungen von 15ml Enzym je 100kg Kernobstmaische. Nach einer guten Durchmischung erfolgte die Zugabe von der zuvor 20 Minuten in lauwarmen Wasser vorgequollenen Hefe. Als Hefe diente Oenoferm Freddo (*saccharomyces cerevisiae* var. *bayanus*) der Firma ERBSLÖH. Zugegeben wurden je Tank 240g Hefe, was den Herstellerempfehlungen von 20g Hefe pro 100lt Kernobstmaische entspricht. Es erfolgte nochmals eine gute Durchmischung der Maischen und eine Kontrolle des pH-Wertes. Beide Tanks wiesen einen pH-Wert von 3,05 auf.

Die Einstellungen des Rührwerk tanks erfolgten analog zu dem Versuch mit den Marillen. Nach Ende der Gärung wurden jedoch beide Maischen separat behandelt.

5.3 Gärung

Während der Gärung, wurden täglich die Temperatur der Maische, sowie der Gehalt an Zucker (mittels Refraktometrie Kapitel 4.4.6) bestimmt. Weiters wurden alle Maischen täglich mit einem „Krickel“ kräftig durchstoßen, um eine gleichmäßige Durchmischung zu gewährleisten.

Wenn kein Temperaturanstieg der Maische und kein Sinken der Öchslezahl festzustellen war, wurde der Grad der Endvergärung mittels Clinitest (Kapitel 4.4.7) bestimmt.

Der Gärverlauf der erzeugten Maischen ist in Tab. 11 und 12 dargestellt.

Tab. 11: Gärverlauf der Marillenmaischen in E Edelstahltank und R Rührwerk tank. pH E bzw. R gibt den jeweiligen pH-Wert der Maische an. °C E bzw. R gibt die jeweilige Temperatur der Maische in °C an und °Oe E bzw. R gibt die jeweilige Öchslezahl in °Oe an.

Gärverlauf Marille	pH E	pH R	°C E	°C R	°Oe E	°Oe R
Gärtag 1	3,14	3,1	21,6	16	45	48
Gärtag 2	3,13	3,11	23,5	15,1	38	38
Gärtag 3	3,14	3,11	19,4	13,1	35	35
Gärtag 4	3,14	3,11	28,3	22,7	22	25
Gärtag 5	3,16	3,1	23,7	15,3	20	22
Gärtag 8	3,17	3,16	20,2	15	15	18

Tab. 12: Gärverlauf der Apfelmaischen in E Edelstahltank und R Rührwerk tank. pH E bzw. R gibt den jeweiligen pH-Wert der Maische an. °C E bzw. R gibt die jeweilige Temperatur der Maische in °C an und °Oe E bzw. R gibt die jeweilige Öchslezahl in °Oe an.

Gärverlauf Apfel	pH R	pH E	°C R	°C E	°Oe R	°Oe E
1	3	3,01	17,2	17,3	65	64
2	2,98	3,01	20,7	21,2	58	59
3	2,98	3,02	17,2	21,3	54	54
6	2,99	3,02	16,1	22,3	42	40
7	2,96	2,98	15,8	23	38	34
8	3	3,01	18,5	22,1	33	28
9	3	3,02	17,5	21,7	28	20
10	2,99	3,02	16,1	20,8	22	16
13	2,98	3,03	15,5	18,5	17	16
14	2,99	3,03	15	18,4	17	16

5.4 Lagerung der Maische

Die Lagerung der Maische erfolgte in den Gärbehältnissen bei unveränderten externen Bedingungen, bis zum Tag der jeweiligen Maischeentnahme für Destillationszwecke.

5.5 Destillation

Vor jeder Destillation erfolgte die Umrüstung, Reinigung und Dämpfung der jeweils verwendeten Anlage in Abhängigkeit der gewählten Destillationsart. Danach folgte die Befüllung der Blase mit der jeweiligen Maische oder den zu destillierenden Raubränden.

Anschließend erfolgte die Programmwahl und die Programmierung der Destillationsgeschwindigkeit über den Touch Screen Monitor.

Dann wurde der Startbefehl gegeben und die Dampfzufuhr geöffnet, sowie der Zeitpunkt des Starts notiert.

Während der Destillation wurde das Destillat zu 150 mL Fraktionen in beschriftete Glasflaschen aufgefangen und anschließend mit einem Schraubverschluss verschlossen. Bei jeder Flasche wurde die Zeit der Befüllung, der angegebene Alkoholgehalt, die Durchflussgeschwindigkeit, die Maischetemperatur, die Temperatur des Dephlegmators, des Geistrohres und bei Gegenstromdestillationen die Temperatur des dritten Bodens notiert.

Nach Beendigung des Brennens wurde die Dampfzufuhr abgeschaltet, der Brennrückstand entfernt und die Anlage mit Wasser gespült.

Anschließend wurden die Probefläschchen in einen gut gelüfteten Raum zur Verkostung transferiert.

5.6 Physikalische und chemische Untersuchungen der Destillatproben

Unmittelbar nach der Destillation erfolgte die Bestimmung der Leitfähigkeit (Kapitel 4.4.1) aller Proben und die sensorische Beurteilung (Kapitel 4.5).

Bei den Marillendestillaten wurde die Leitfähigkeit auch nach 24 und 48 h bestimmt.

Nachdem der N-Punkt (Umschlagpunkt von Mittellauf zu Nachlauf) eines Destillates bestimmt wurde, wurde das Destillat in den Laborräumen nach folgenden Kriterien untersucht:

- pH-Wertbestimmung (Kapitel 4.4.2) aller Fraktionen bei den Marillendestillaten und der zehn Fraktionen rund um den N-Punkt der Apfeldestillate
- Bestimmung der Titrierbare Säure (Kapitel 4.4.5) von zehn Fraktionen rund um den N-Punkt
- Bestimmung der Trübung aller Fraktionen (Kapitel 4.4.4)
- Bestimmung des Alkoholgehaltes aller Fraktionen mittels Biegeschwinger (Kapitel 4.4.3)
- Bestimmung der Trübung bei 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol bei zehn Fraktionen rund um den N-Punkt (Kapitel 4.4.4.1)
- Bestimmung der Trübung bei 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol nach 20minütiger Kühlung bei zehn Fraktionen rund um den N-Punkt (Kapitel 4.4.4.2)
- Gaschromatographische Analyse (Kapitel 4.4.8) von fünf Fraktionen rund um den N-Punkt. Hierfür wurden Proben der Fraktionen 4,5,6,7 und 8 (Fraktion 6 stellt den N-Punkt dar) genommen.

6 Versuchsergebnisse und Diskussion

6.1 Destillationsprotokolle und sensorische Nachlaufabtrennung

Zu Beginn der Destillationen traten in den graphischen Darstellungen der CC-Kurven (Kapitel 4.3) häufig hohe Fließgeschwindigkeiten auf, obwohl der Destillatfluss noch nicht begonnen hatte. Zurückzuführen war dieses Phänomen auf den mehr oder minder starken Luftströmungen innerhalb der Anlage.

Weiters war zu berücksichtigen, dass der zu Beginn des Brennens angegebene Alkohol nicht von dem zu brennenden Destillat, sondern von Rückständen einer vorangegangenen Destillation stammte.

Häufig kam es während des Brennvorganges zu Schwankungen der Fließgeschwindigkeit. Der Grund dieser Schwankungen lag in der Programmsteuerung. War der Durchfluss durch die Vorlage geringer als das eingestellte Programm vorsah, wurde die Dampfzufuhr automatisch erhöht. Als Folge erwärmte sich die Maische stärker und es kam zu einem erhöhten Destillatabfluss. Überstieg dieser einen kritischen Wert, steuerte das Programm gegen und drosselte die Dampfzufuhr. Wurde die Dampfzufuhr zu stark reduziert, sank die Durchflussgeschwindigkeit erneut unter den Sollwert und das Programm steuerte erneut gegen.

In den Abb. 17-42 wurde der Beginn der Destillation mit einer roten Linie markiert. Der Zeitpunkt der Nachlaufabrennung wurde durch eine gelbe Linie gekennzeichnet.

Da Durchflussgeschwindigkeiten unter 3 L/h von den Sensoren nicht erfasst wurden, wurde bei einigen Destillationen der Beginn des Destillatsflusses von der Programmsteuerung nicht registriert. War dies bei einem Destillat der Fall, so wurden die in den Probeflächen aufgefangenen Tropfen des beginnenden Vorlaufes erneut in die Vorlage überführt. Die Sensoren registrierten dann eine hohe Durchflussmenge und die Brenneisteuerung leitete die Brennphasen ein. Dies wurde in Form eines großen Peaks zu Beginn des Vorlaufes grafisch in den CC-Kurven dargestellt.

Die Werte der Diagramme Abb. 17-42 wurden gegen die Messpunkte aufgetragen. Die Messungen und Aufzeichnung (der Werte: Temperatur Maische, Temperatur Helm, Temperatur 3. Boden, Temperatur Geistrohr, Temperatur Vorlage, Temperatur Dephlegmator, Alkoholgehalt und Fließgeschwindigkeit) während der Destillation erfolgten alle 30 s. Ein Messpunkt stellte dadurch die Zeitspanne von 30 s dar.

Die in 6.1.1 verwendeten Codierungen der Brände, sind in Kapitel 4.7 aufgelistet.

6.1.1 Destillationsprotokolle

Destillationsprotokoll des Brandes A2 (2221)

Destillation am 09.11.2006

Beginn: 09:25

Ende: 12:04

Apfel, Gegenstromdestillation schnell

Maische bei Raumtemperatur vergoren

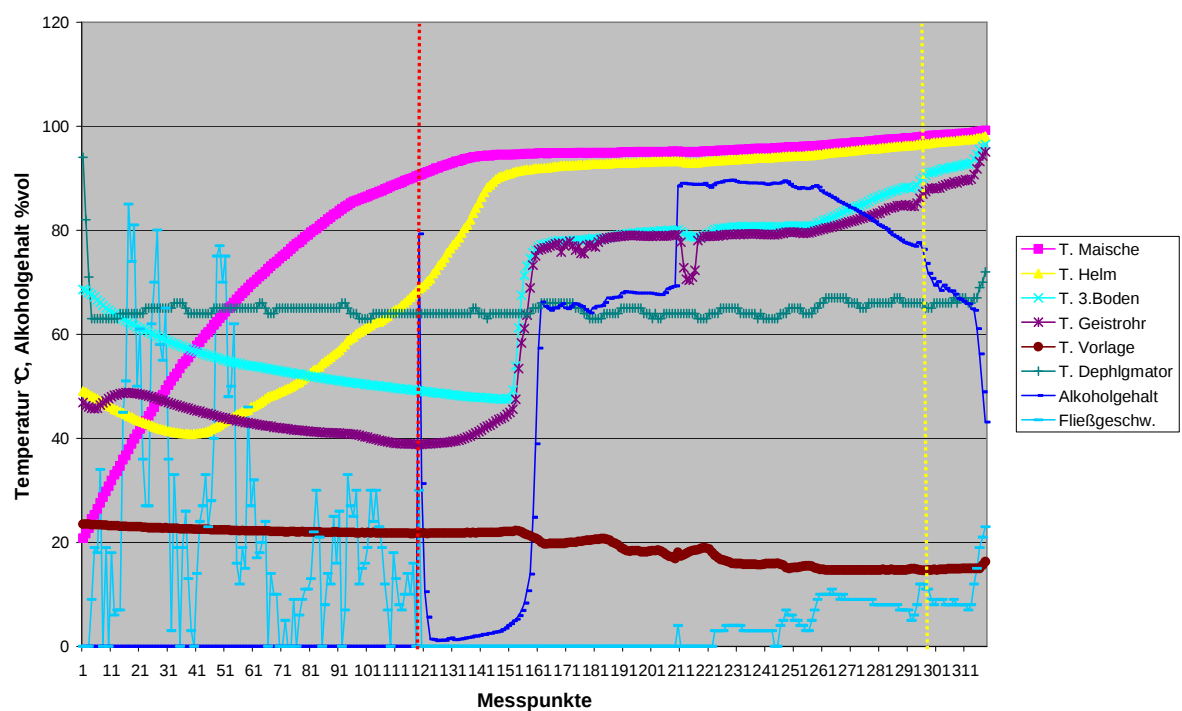


Abb. 17: Verlauf der Destillation des Brandes A2 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 60minütiger Aufheizphase begann das Destillat zu fließen (rote Linie). Nach 149 min Destillation war der Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf erreicht. Bei diesem Zeitpunkt betrug die Geistrohrtemperatur 90,3 °C und der Alkoholgehalt 75,04 %vol.

Destillationsprotokoll des Brandes A3 (2211)

Destillation am 09.11.2006

Beginn: 13:11

Ende:15:02

Apfel, Gegenstromdestillation langsam

Maische bei Raumtemperatur vergoren

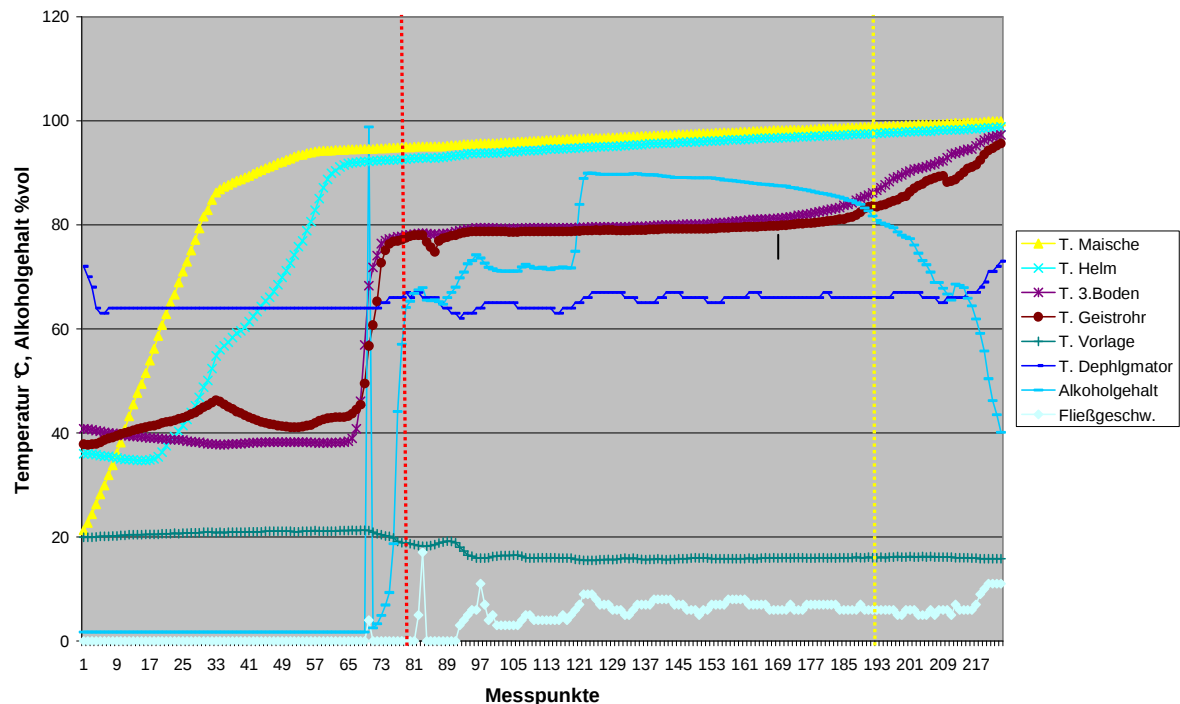


Abb. 18: Verlauf der Destillation des Brandes A3 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Die rote Linie markiert den Beginn des Destillatflusses nach 50minütiger Aufheizphase. Die gelbe Linie markiert den Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf.

Der N-Punkt war nach 95 min erreicht. Die Geistrohrtemperatur betrug 85,4 °C, der Alkoholgehalt 84,24 %vol.

Nach einer Gesamtzeit von 110 min war die Destillation zu Ende.

Destillationsprotokoll des Brandes A4 (2212)

Destillation am 20.11.2006

Beginn: 09:56

Ende: 11:53

Apfel, Gegenstromdestillation langsam

Maische bei Raumtemperatur vergoren

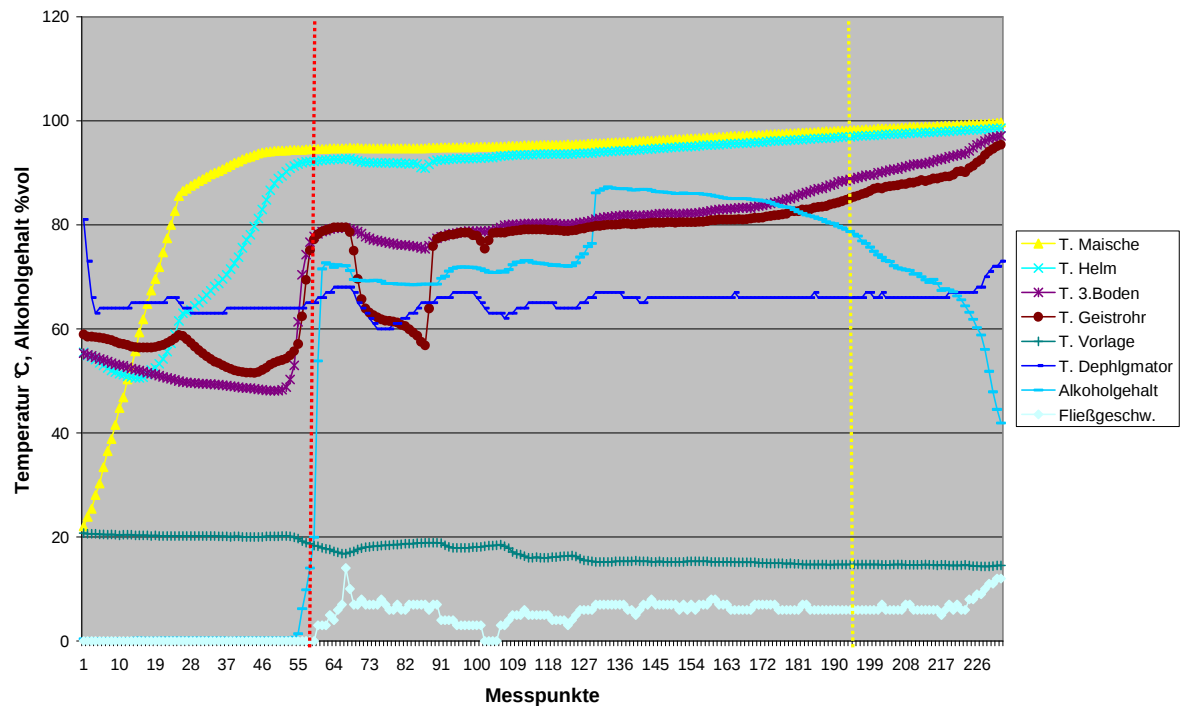


Abb. 19: Verlauf der Destillation des Brandes A4 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 30minütiger Aufheizphase begann der Vorlauf zu tropfen (rote Linie). Der N-Punkt war nach 98 min Gesamtdestillationszeit erreicht. Zu diesem Zeitpunkt betrug die Geistrohrtemperatur 98 °C und der Alkoholgehalt lag bei 76,43%vol. Die gesamte Destillationszeit betrug 117 min.

Destillationsprotokoll des Brandes A5 (2222)

Destillation am 23.11.2006

Beginn: 11:20

Ende: 12:38

Apfel, Gegenstromdestillation schnell

Maische bei Raumtemperatur vergoren

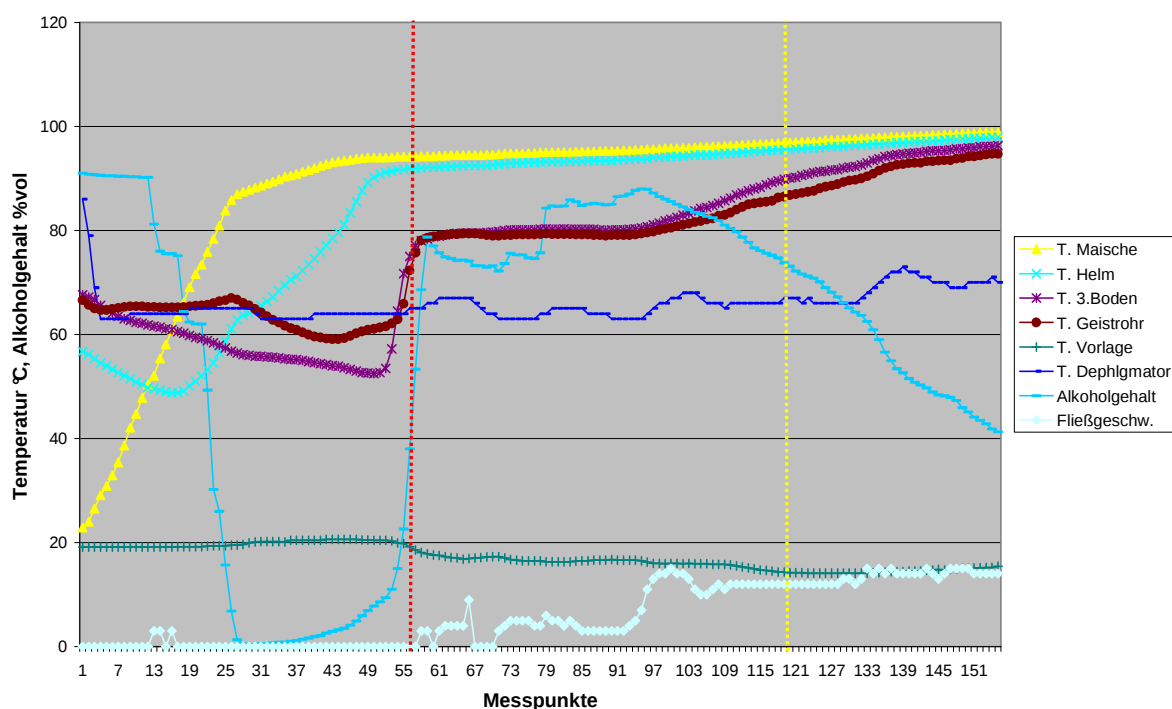


Abb. 20: Verlauf der Destillation des Brandes A5 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 28minütigen Aufheizen begann das Destillat zu tropfen (rote Linie). In den ersten 20 min schwankte die Fließgeschwindigkeit, bis das computergesteuerte Programm die ideale Dampfzufuhr in Bezug auf das gewählte Programm definiert hatte.

Nach 59 min Gesamtdestillation war der N-Punkt erreicht. Die Geistrohrtemperatur betrug zu diesem Zeitpunkt 89,3 °C, und der Alkoholgehalt betrug 74,50 % vol.

Nach einer Gesamtdauer von 78 min war die Destillation zu Ende.

Destillationsprotokoll des Brandes A8 (1221)

Destillation am 30.11.2006

Start: 09:51

Ende: 11:18

Apfel, Gegenstromdestillation schnell

Maische bei 16°C vergoren

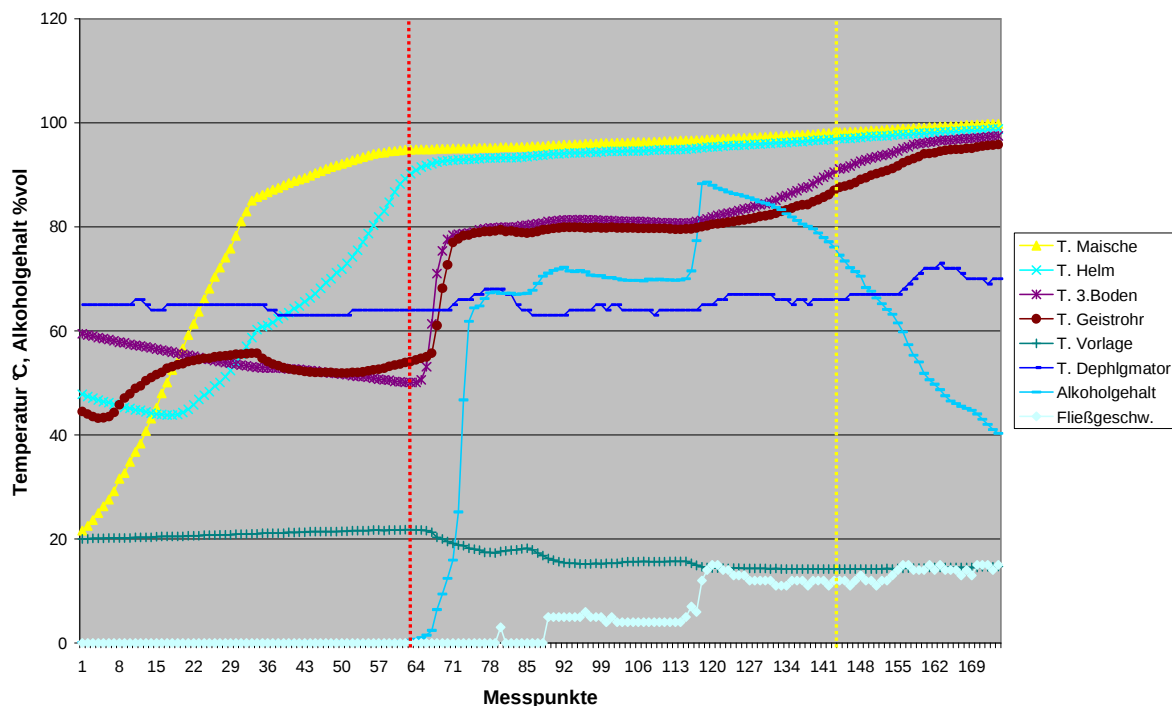


Abb. 21: Verlauf der Destillation des Brandes A8 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 31 min Aufwärmphase begann das Destillat zu tropfen (rote Linie). Während der ersten zehn min schwankte die Fließgeschwindigkeit zwischen langsamen Tropfen und 4 L/h. Im weiteren Verlauf der Destillation stieg die Destillation gemäß dem gewählten Programm.

Nach 71 min Destillation erreichte der Brand in der Fraktion 32 den N-Punkt (gelbe Linie). Das Geistrohr erreichte zu diesem Zeitpunkt 87,6 °C. Der Alkoholgehalt am N-Punkt wurde mit 74,96 %vol bestimmt.

Nach weiteren 16 min Destillation war der Brand abdestilliert.

Destillationsprotokoll des Brandes A 13 (1211)

Destillation am 05.12.2006

Start: 10:21

Ende: 12:07

Apfel, Gegenstromdestillation langsam

Maische bei 16°C vergoren

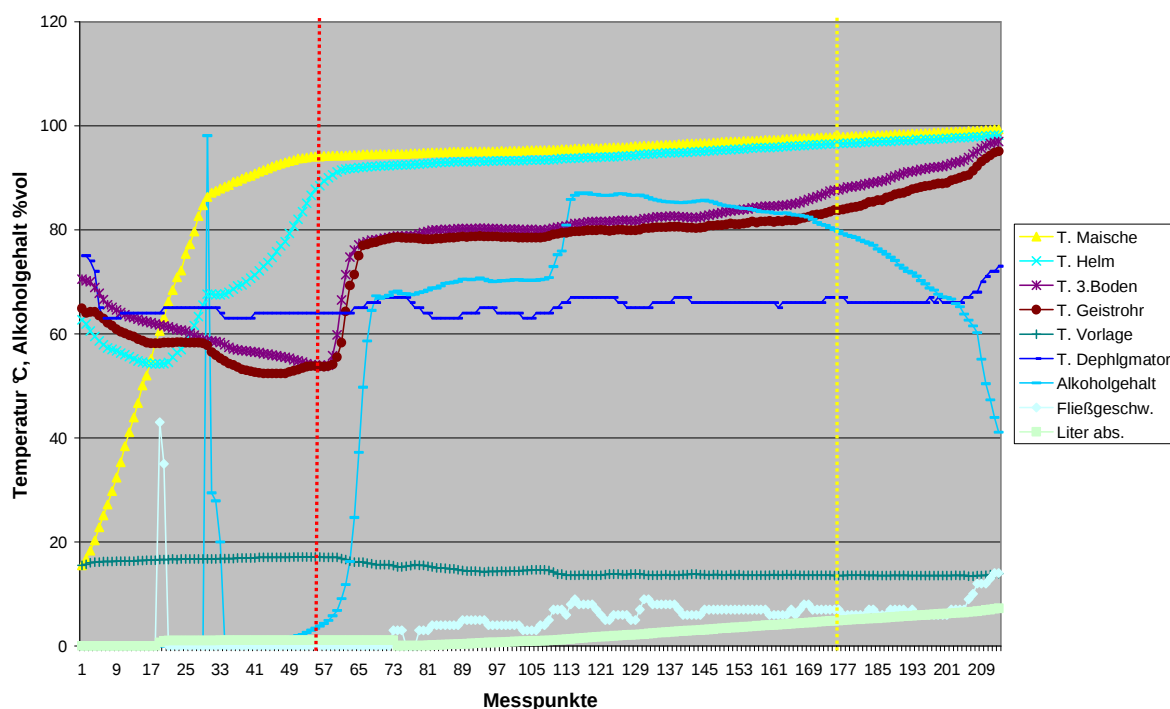


Abb. 22: Verlauf der Destillation des Brandes A13 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Das Destillat begann nach 28 min Aufheizphase zu tropfen (rote Linie). Im weiteren Verlauf der Destillation kam es zu einigen Schwankungen der Fließgeschwindigkeit (zwischen 5 und 8 L/h).

Die Schwankungen hatten keinen Einfluss auf die sensorische Beschaffenheit des Destillates.

Nach 87 min Gesamtdestillation wurde der N-Punkt bei der Fraktion 33 erreicht. Zu diesem Zeitpunkt erreichte das Geistrohr eine Temperatur von 83,5 °C. Diese Fraktion wies einen Alkoholgehalt von 80,06 %vol auf.

Destillationsprotokoll des Brandes A 14 (1212)

Destillation am 05.12.2006

Start: 13:20

Ende: 15:07

Apfel, Gegenstromdestillation langsam

Maische bei 16°C vergoren

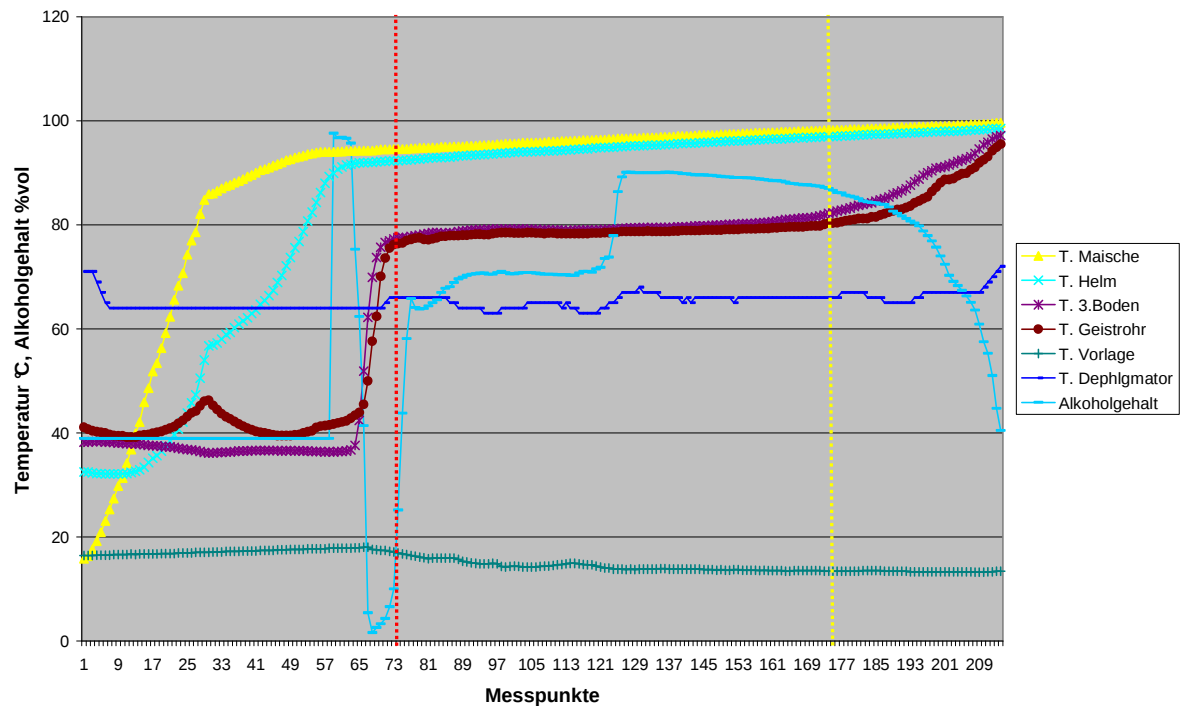


Abb. 23: Verlauf der Destillation des Brandes A14 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer Aufheizphase von 38 min begann der Brand mit einer Fließgeschwindigkeit von 4 L/h zu laufen. Nach weiteren 48 Min der Destillation (gesamt 88 min Destillation) war in der Fraktion 34 der N-Punkt erreicht.

Die Geistrohrtemperatur am N-Punkt betrug 80,6 °C. Der Alkoholgehalt in der Fraktion 34 betrug 85,22 %vol.

Destillationsprotokoll des Brandes A18 (2131)

Destillation am 09.01.2007

Start: 10:22

Ende: 14:16

Apfel, Gleichstromdestillation

Feinbrand

Maische bei Raumtemperatur vergoren

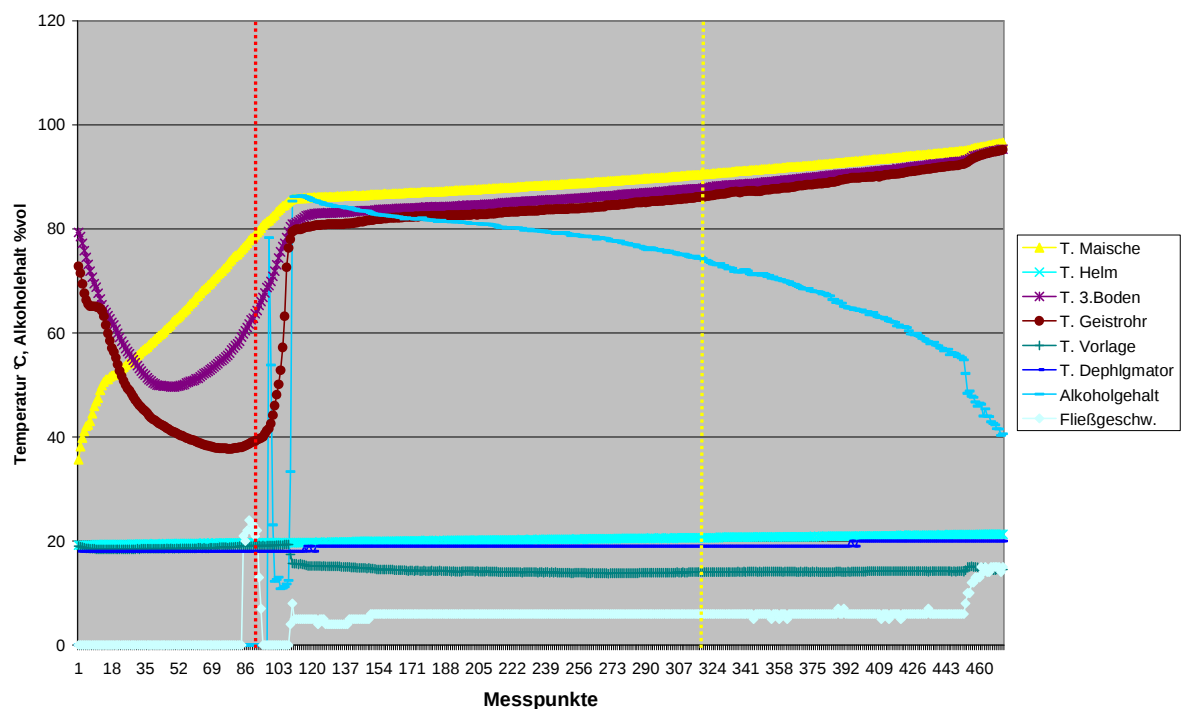


Abb. 24: Verlauf der Destillation des Brandes A18 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Die rote Linie trennt Aufheizphase und Brennphase nach 44 min der Destillation. Der Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf ist durch die gelbe Linie gekennzeichnet. Der N-Punkt war nach 158 min Gesamtdestillation erreicht. Die Temperatur des Geistrohres betrug am N-Punkt 87,7 °C. Der Alkoholgehalt am N-Punkt (Fraktion 85) wurde mit 69,5 %vol bestimmt.

Destillationsprotokoll des Brandes A19 (1131)

Destillation am 16.01.2007

Start: 10:30

Ende: 15:05

Apfel, Gleichstromdestillation

Feinbrand

Maische bei 16°C vergoren

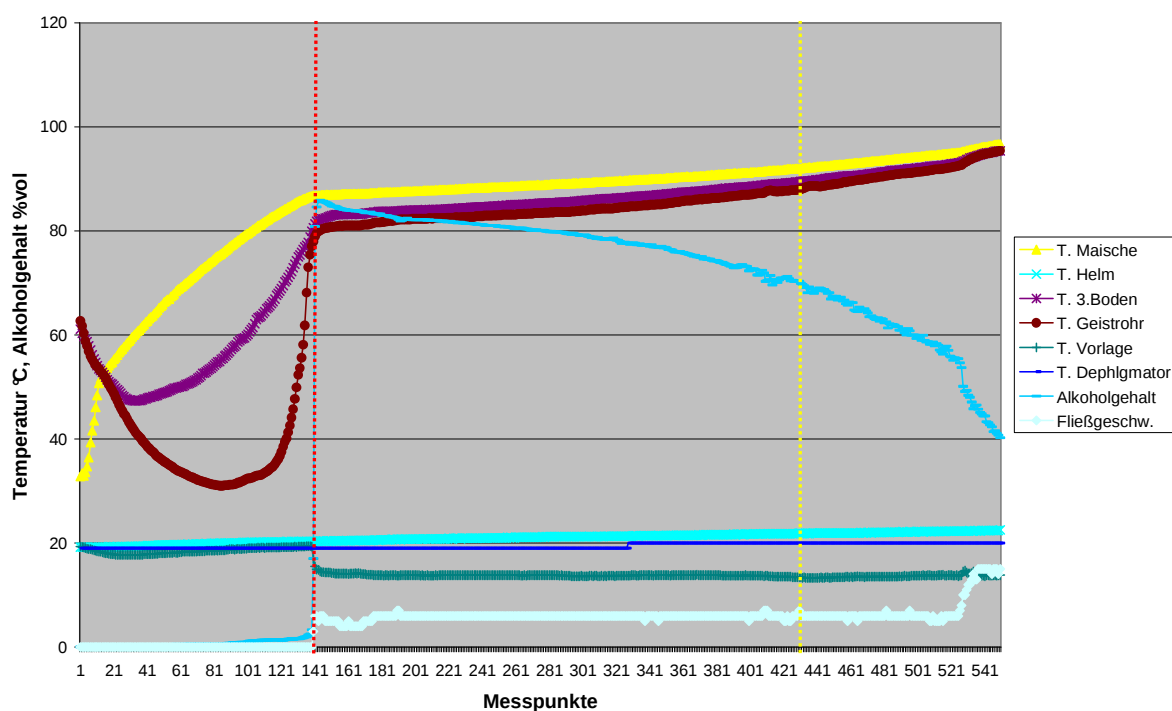


Abb. 25: Verlauf der Destillation des Brandes A19 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 70minütiger Destillation begann der Vorlauf in die Vorlage überzutreten (rote Linie). Nach weiteren 71 min (gesamt 141 min) war bei Fraktion 85 der Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf erreicht. Zu diesem Zeitpunkt erreichte das Geistrohr eine Temperatur von 87 °C. In dieser Fraktion am N-Punkt betrug der Alkoholgehalt 71,42 %vol.

Die gesamte Destillationsdauer betrug 215 Minuten.

Destillationsprotokoll des Brandes A20 (1132)

Destillation am 17.01.2007

Start: 09:55

Ende: 13:28

Apfel, Gleichstromdestillation

Feinbrand

Maische bei 16°C vergoren

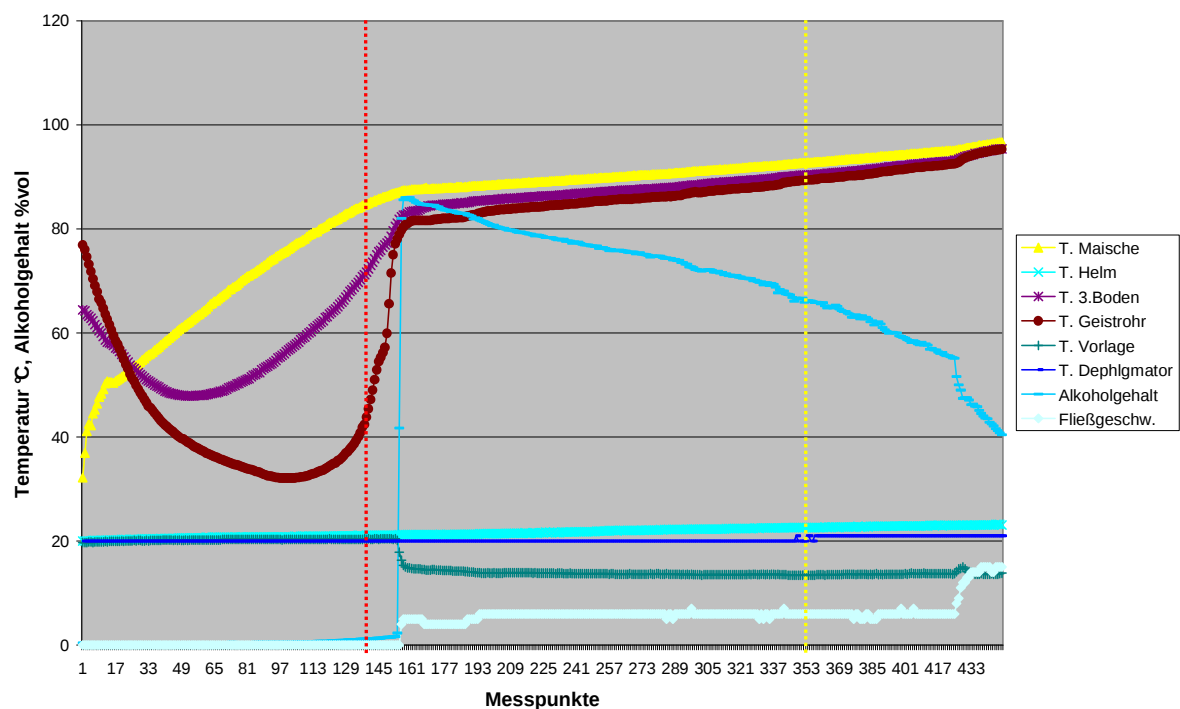


Abb. 26: Verlauf der Destillation des Brandes A20 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer Aufheizphase von 70 min begann das Destillat zu fließen (rote Linie). Nach einer Gesamtbrenndauer von 176 min wurde mit der Fraktion 67 der N-Punkt bestimmt. Hier wurde eine Geistrohrtemperatur von 90,1 °C gemessen. Der Alkoholgehalt am N-Punkt wurde mit 62,44 %vol bestimmt. Die Gesamtdauer der Destillation betrug 213 min.

Destillationsprotokoll des Brandes A21 (2132)

Destillation am 30.01.2006

Start: 11:58

Ende: 17:14

Apfel, Gleichstromdestillation

Feinbrand

Maische bei Raumtemperatur vergoren

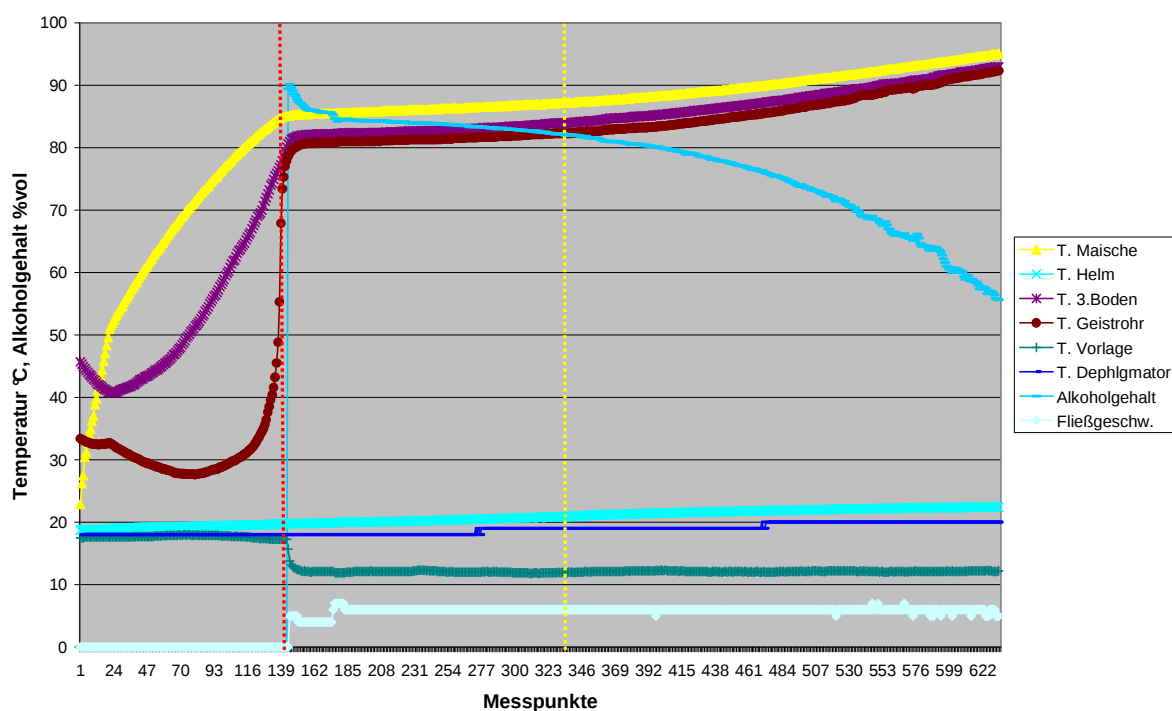


Abb. 27: Verlauf der Destillation des Brandes A21 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

72 min nach Beginn der Destillation begann der Brand zu fließen und die Brennphase 1 wurde eingeleitet (rote Linie). Nach 162 min der Destillation wurde der N-Punkt bei der Fraktion 93 (gelbe Linie) bestimmt, da ab hier ein apfelfremder und mehliges Geruch im weiteren Verlauf auftrat. Nach weiteren 94 min wurde der Brennvorgang durch einen Stromausfall beendet. Die dadurch verloren gegangenen Fraktionen wären für dieses Projekt ohnedies ohne jegliche Bedeutung, da es sich nicht um Fraktionen rund um den N-Punkt handelte.

Am N-Punkt betrug die Geistrohrtemperatur 84,7 °C, der Alkoholgehalt 77,07 %vol.

Destillationsprotokoll des Brandes M 1 (1111)

Destillation am 28.08.2006

Beginn: 13:50

Ende: 15:34

Marille, Gegenstromdestillation langsam

Große Anlage

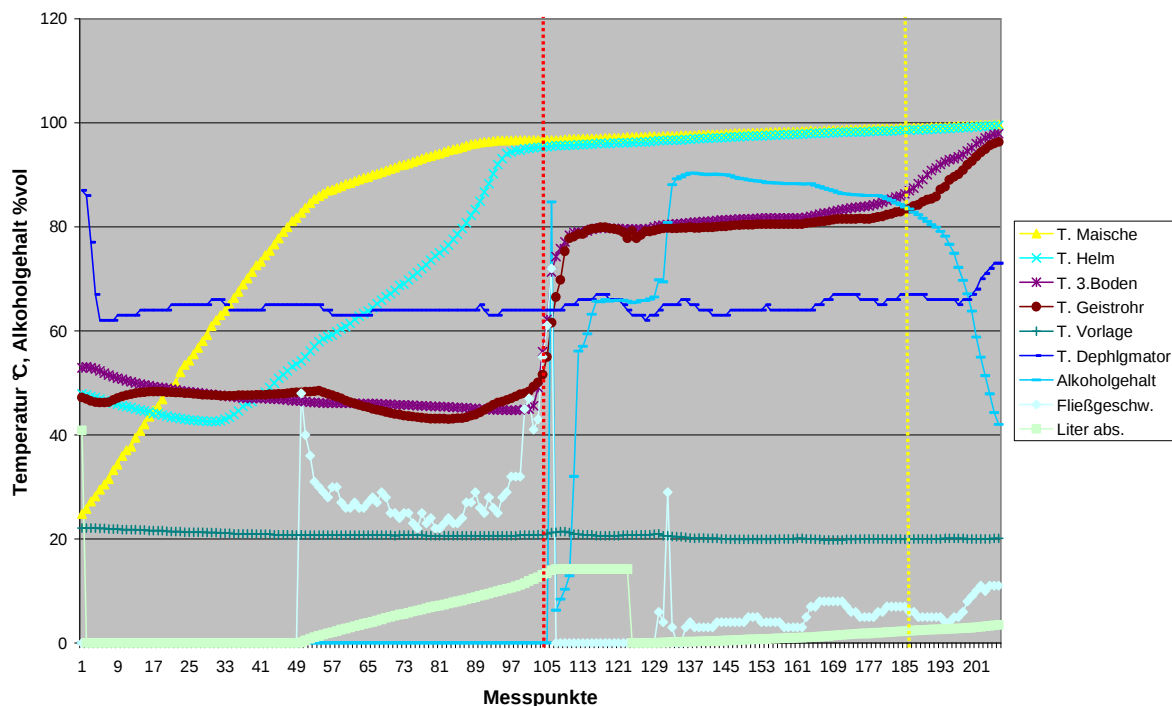


Abb. 28: Verlauf der Destillation des Brandes M1 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer Aufheizphase von 51 min begann das Destillat zu fließen (rote Linie). Nach weiteren 41 min (Messpunkt 186) der Destillation erreichte das Destillat in Fraktion 18 den Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf. Zu diesem Zeitpunkt hatte das Geistrohr eine Temperatur von 88,9 °C erreicht. Der Alkoholgehalt am N-Punkt betrug 78,06 %vol.

Die Gesamtdauer der Destillation betrug 104 min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 2 (1121)

Destillation am 29.08.2006

Beginn: 08:51

Ende: 10:26

Marille, Gegenstromdestillation schnell

Große Anlage

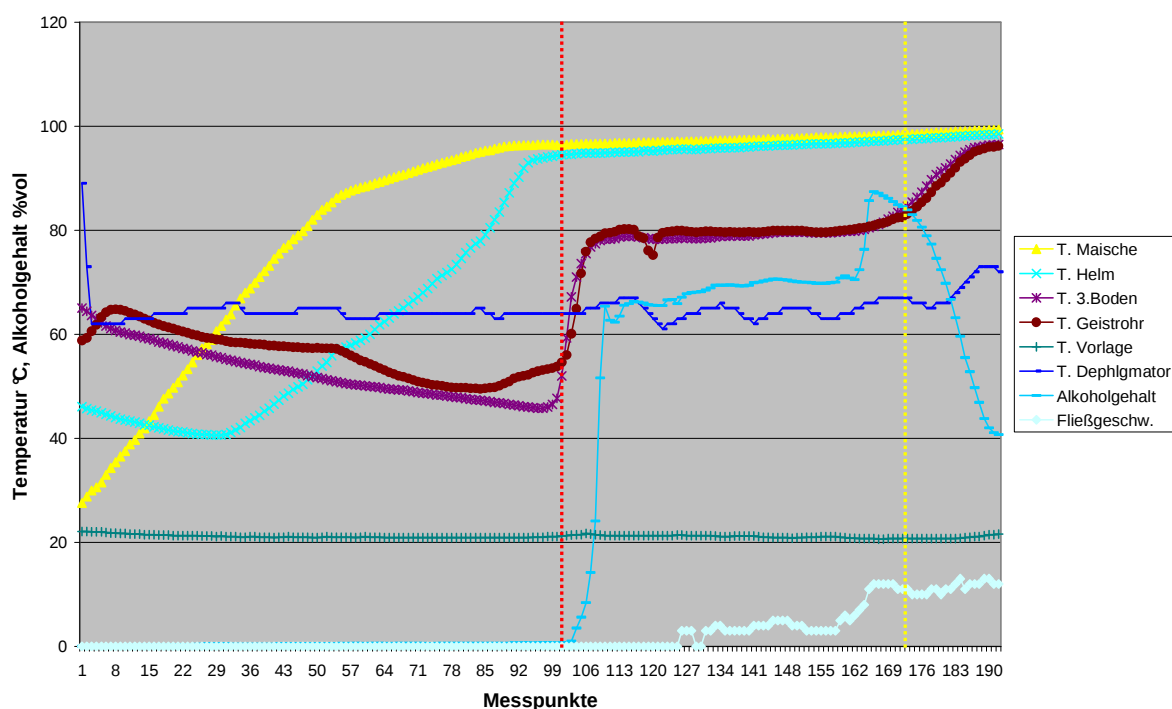


Abb. 29: Verlauf der Destillation des Brandes M2 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer 40minütigen Aufheizphase begann der Vorlauf zu tropfen und erreichte 10 min später (rote Linie) die durch das gewählte Programm erwartete Fließgeschwindigkeit von 7 L/h. Nach einer Gesamtdestillationszeit von 86 min war der N-Punkt (gelbe Linie) erreicht. Die Geistrohrtemperatur betrug zu diesem Zeitpunkt 84,4 °C, der Alkoholgehalt dieser Fraktion war 81,45 %vol. Die Gesamtdestillationszeit betrug 95 min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 6 (2111)

Destillation am 30.08.2006

Beginn: 11:46

Ende: 13:08

Marille, Gegenstromdestillation langsam

Kleine Anlage

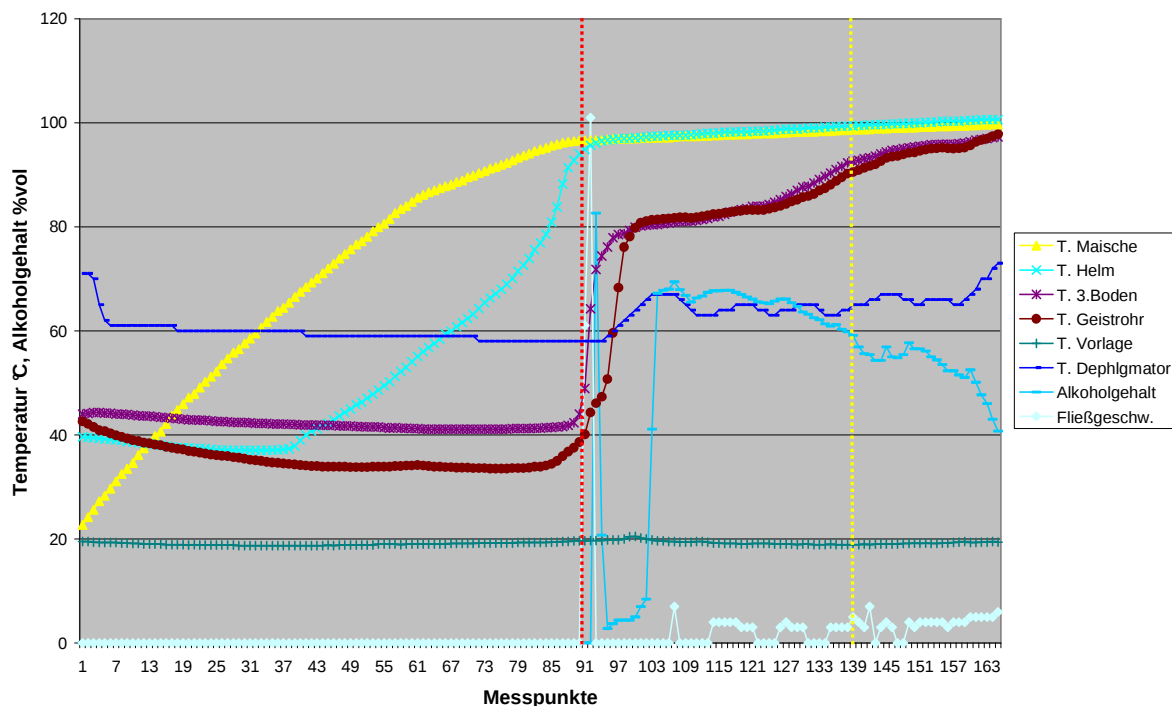


Abb. 30: Verlauf der Destillation des Brandes M6 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 45minütiger Aufheizphase begann mit der Brennphase 1 die eigentliche Destillation (rote Linie).

Nach einer Gesamtdestillationszeit von 69 min wurde mit der Fraktion 11 der N-Punkt erreicht (gelbe Linie). Die Geistrohrtemperatur wurde mit 93 °C, der Alkoholgehalt mit 64,13 %vol ermittelt.

Die gesamte Dauer der Destillation betrug 82 min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 8 (1112)

Destillation am 04.09.2006

Beginn: 10:37

Ende: 12:24

Marille, Gegenstromdestillation langsam

Große Anlage

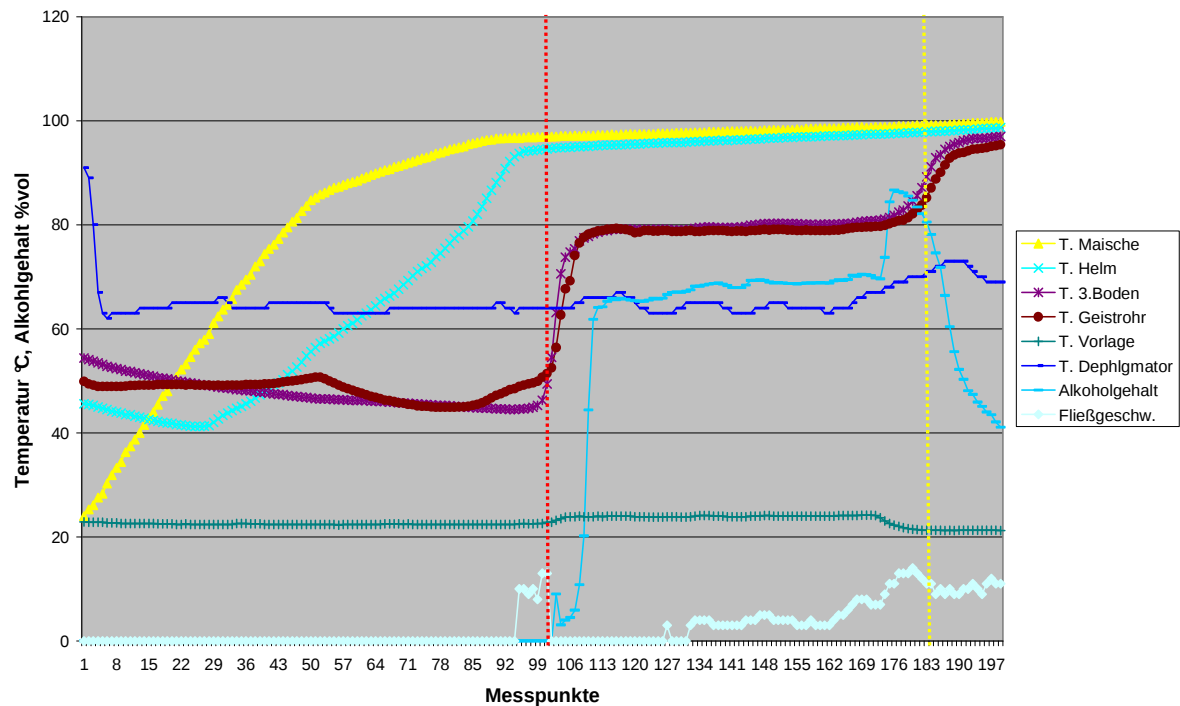


Abb. 31: Verlauf der Destillation des Brandes M8 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 50 min Aufheizphase begann der Vorlauf zu fließen (rote Linie).

Den N-Punkt (gelbe Linie) erreichte das Destillat nach 92minütiger Gesamtdestillationszeit. Zu diesem Zeitpunkt war der Alkoholgehalt 64,94 %vol. Die Geistrohrtemperatur betrug 91,3 °C.

Insgesamt dauerte der Brennvorgang 107 min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 10 (2121)

Destillation am 05.09.2006

Beginn: 11:10

Ende: 12:28

Marille, Gegenstromdestillation, schnell

Kleine Anlage

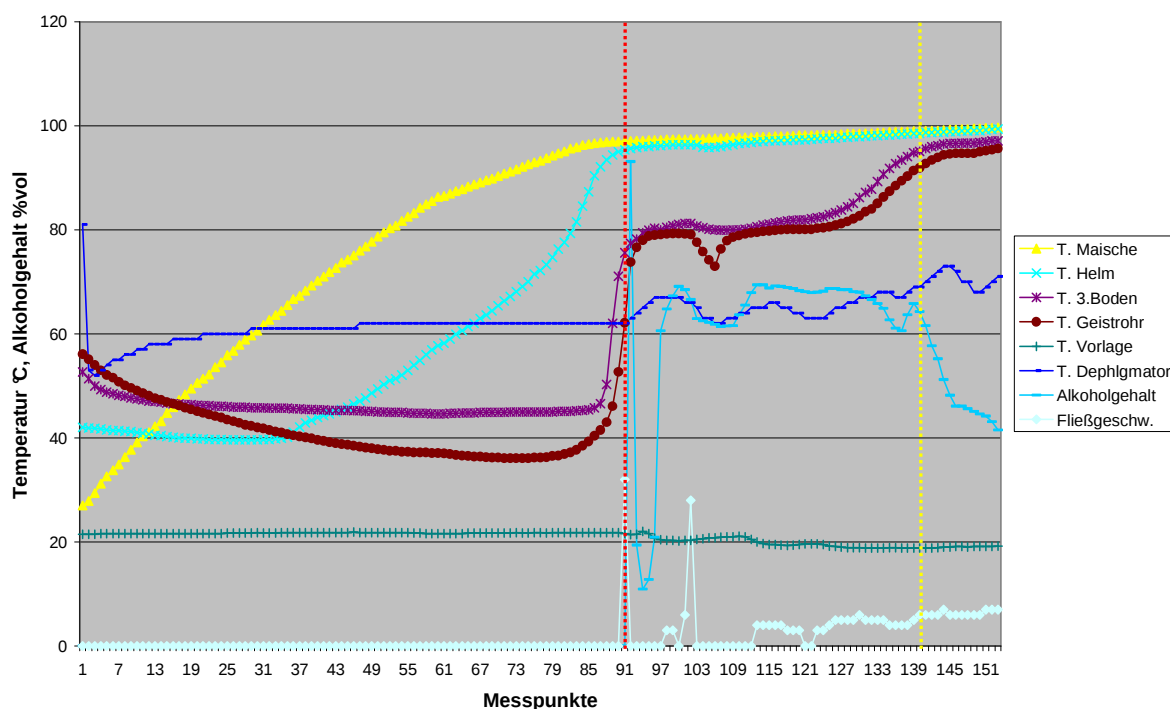


Abb. 32: Verlauf der Destillation des Brandes M10 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 45minütiger Aufheizphase begann der Vorlauf zu fließen (rote Linie). Das Kondensat floss mit einer deutlich höheren Fließgeschwindigkeit als zu erwarten war. Daraufhin reagierte das Programm mit einer Reduktion der Dampfzufuhr, wodurch der Destillationsfluss fast zum Erliegen kam. Durch erneute Erhöhung der Energiezufuhr stieg der Destillationsfluss wieder an. Ab 12:08 verlief der Brand laut Vorgabe. Den N-Punkt (gelbe Linie) erreichte der Brand nach 69minütiger Destillation. Die Geistrohrtemperatur wurde mit 90,1 °C, der Alkoholgehalt mit 65,70 %vol ermittelt. Die Gesamtbrenndauer betrug 78 min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 11 (2112)

Destillation am 06.09.2006

Beginn: 08:42

Ende: 10:18

Marille, Gegenstromdestillation, langsam

Kleine Anlage

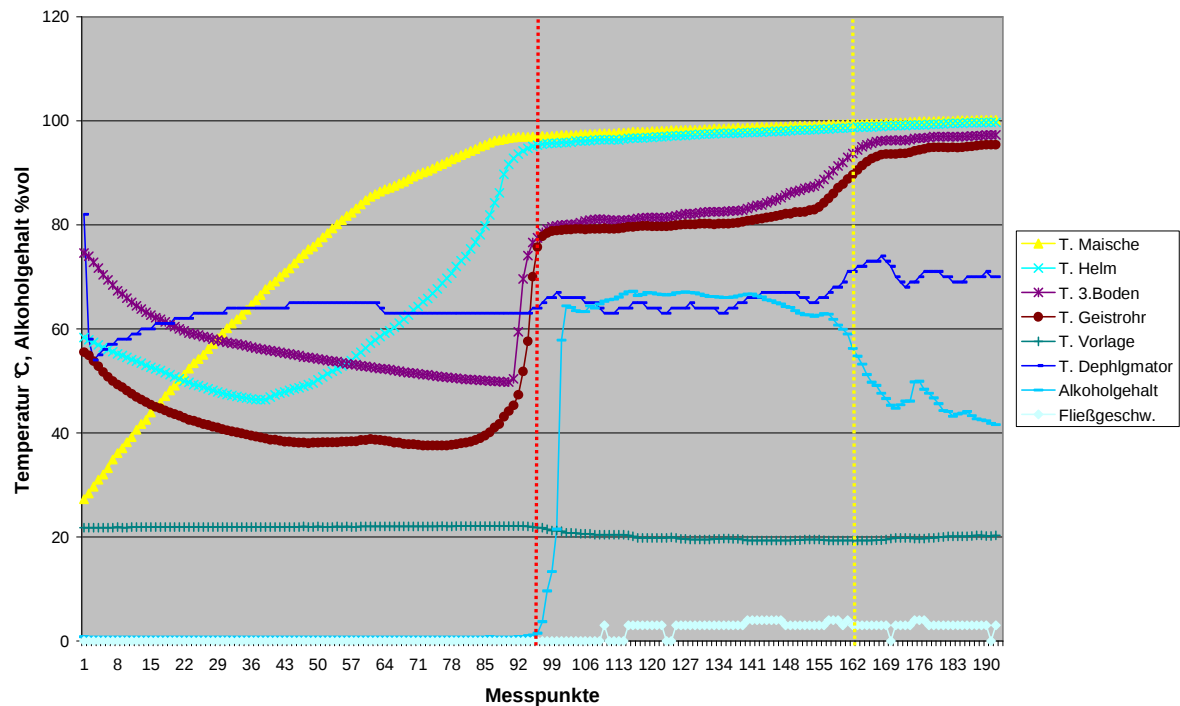


Abb. 33: Verlauf der Destillation des Brandes M11 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Der Vorlauf begann nach 48minütiger Destillation zu fließen (rote Linie). Den N-Punkt erreicht der Brand nach 81min. Zu diesem Zeitpunkt war die Geistrohrtemperatur 90 °C und der Alkoholgehalt lag bei 66,33 %vol (gelbe Linie). Zu Ende war die Destillation nach gesamt 96min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 12 (2122)

Destillation am 06.09.2006

Beginn: 10:31

Ende: 12:35

Marille, Gegenstromdestillation, schnell

Kleine Anlage

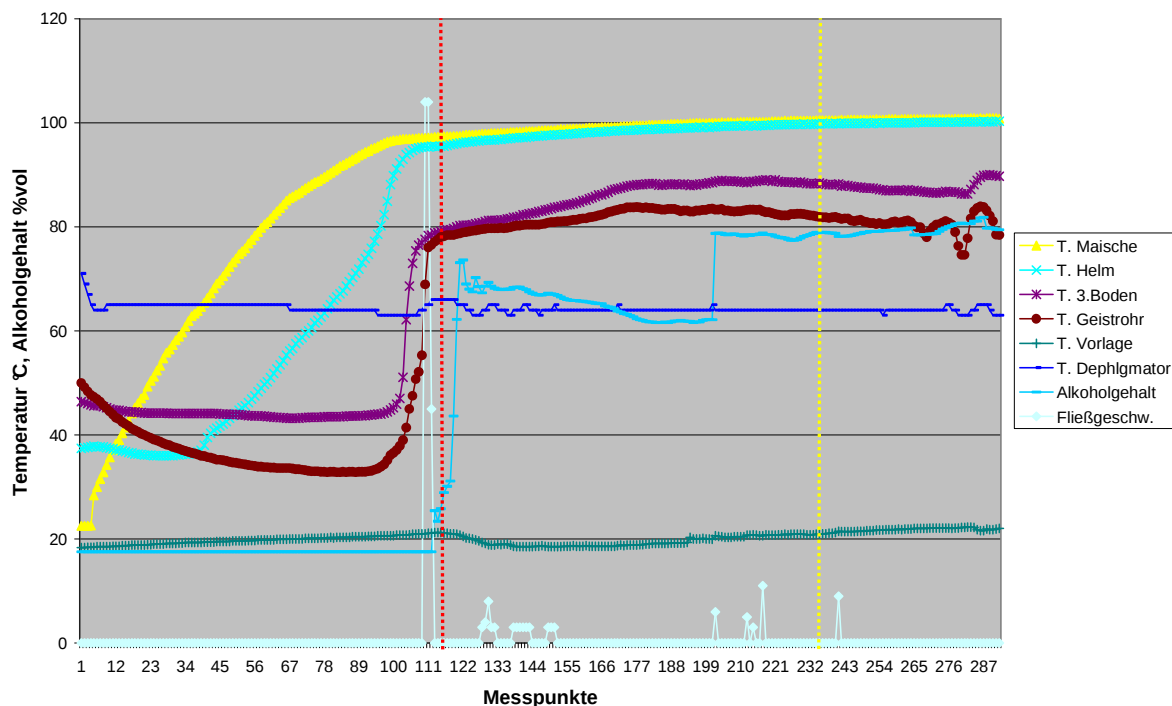


Abb. 34: Verlauf der Destillation des Brandes M12 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer 56minütigen Aufheizphase begann der Vorlauf (rote Linie) zu fließen.

Der N-Punkt war nach 112 min Destillation erreicht (gelbe Linie). Das Geistrohr erreichte eine Temperatur von 83 °C. Der Alkoholgehalt der Fraktion 12 wurde mit 76,77 %vol ermittelt.

Die gesamte Destillationsdauer betrug 124 min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 14 (2123)

Destillation am 11.09.2006

Beginn: 11:32

Ende: 12:51

Marille, Gegenstromdestillation, schnell

Kleine Anlage

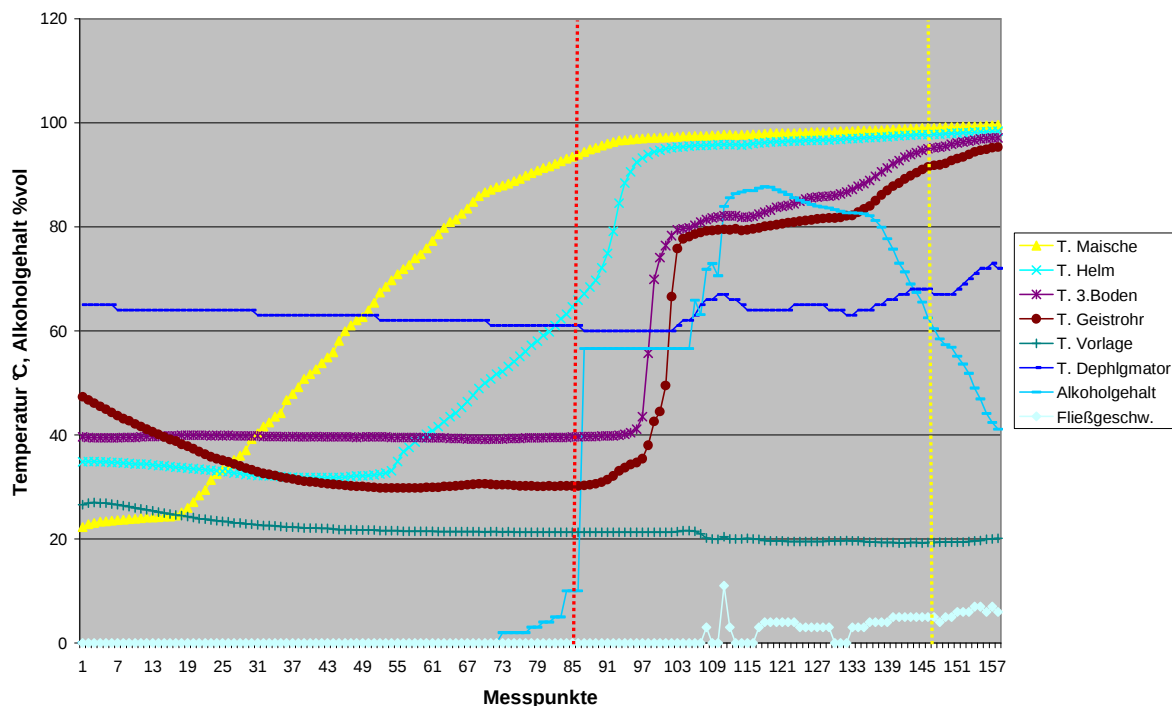


Abb. 35: Verlauf der Destillation des Brandes M14 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Der Start dieses Destillationsprogrammes war um 11:32, die Dampfuhr erfolgte jedoch erst acht Minuten später. Somit ist 11:40 als eigentlicher Destillationsbeginn anzusehen.

Nach einer Destillationszeit von 43 min begann der Vorlauf zu fließen. Der N-Punkt war nach einer Gesamtdestillationsdauer von 64 min (Messpunkt 144) erreicht. Hier betrug die Geistrohrtemperatur 90,6 °C. Der Alkoholgehalt lag bei 62,87 %vol.

Die eigentliche Brenndauer betrug 71 (gesamt 79) min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 17 (1122)

Destillation am 13.09.2006

Beginn: 10:22

Ende: 13:15

Marille, Gegenstromdestillation, schnell

Große Anlage

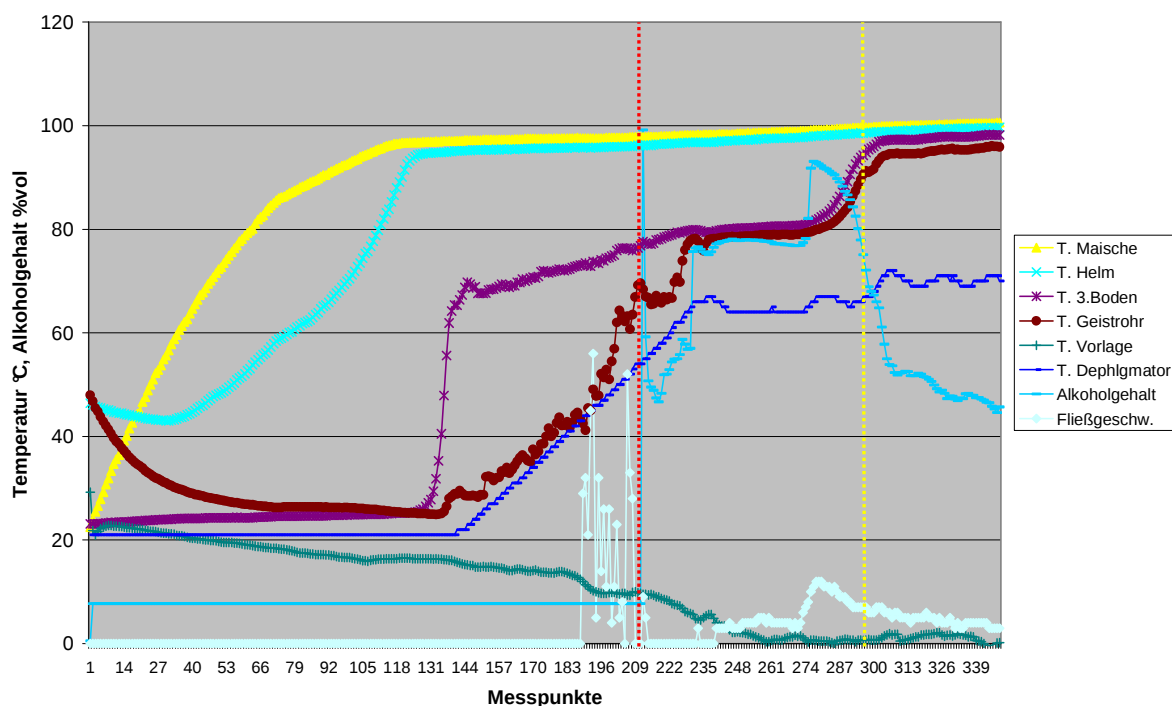


Abb. 36: Verlauf der Destillation des Brandes M17 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Aufgrund von technischen Problemen zu Beginn der Destillation verzögerte sich die Dampfzufuhr und damit auch die Aufheizphase auf 104 min. Wobei die eigentliche Aufheizphase 50 min betrug.

Den N-Punkt erreichte dieser Brand nach einer gesamten Destillationszeit von 146 min (92 min der eigentlichen Destillation). Zu diesem Zeitpunkt (gelbe Linie) erreichte das Geistrohr eine Temperatur von 87,7 °C. Der Alkoholgehalt am N-Punkt wurde mit 78,47 %vol ermittelt.

Die gesamte Destillation wies eine Dauer von 173 min auf.

Destillationsprotokoll des Brandes M 19 (2231)

Destillation am 14.09.2006

Beginn: 11:35

Ende: 14:56

Marille, Gleichstromdestillation

Große Anlage

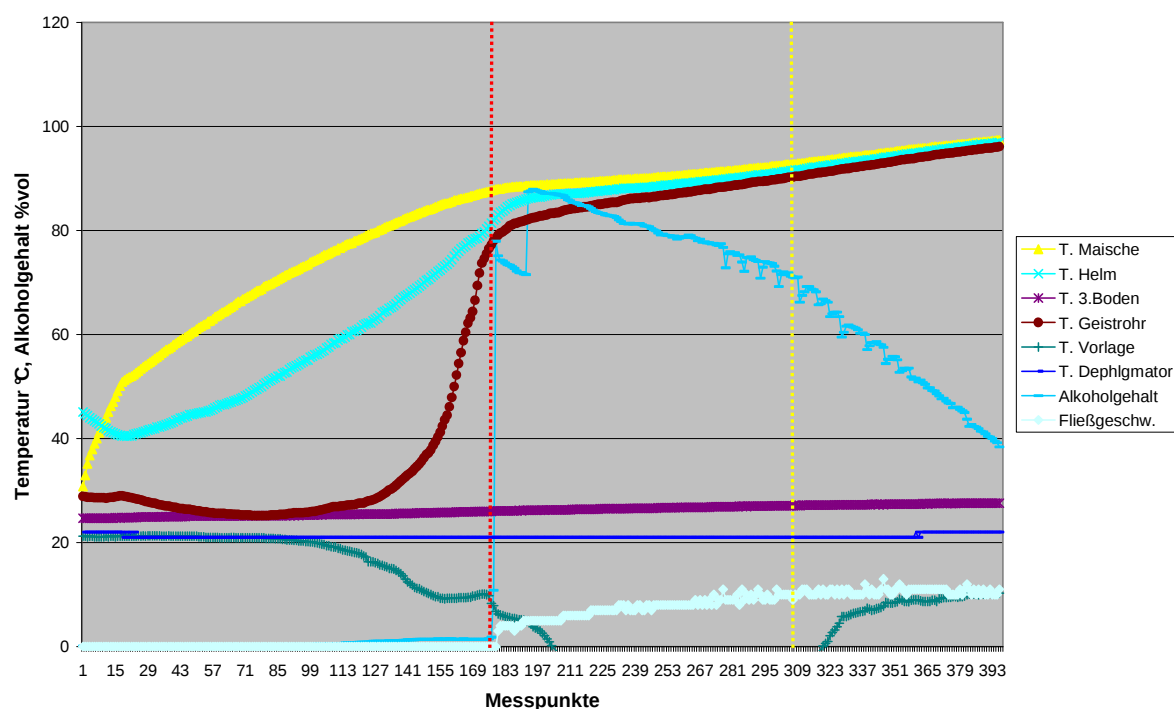


Abb. 37: Verlauf der Destillation des Brandes M19 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Das Destillat begann nach 91minütiger Aufheizphase mit einer Geschwindigkeit von 5 L/h zu fließen (rote Linie). Im Verlauf der Destillation stieg die Fließgeschwindigkeit stetig bis auf 9 L/h an.

Den N-Punkt erreichte das Destillat in Fraktion 21 (gelbe Linie) nach 148minütiger Destillation. Zu diesem Zeitpunkt wurde eine Geistrohrtemperatur von 89,3 °C ermittelt. Der Alkoholgehalt am Umschaltunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf betrug 66,54 % vol.

Nach einer Gesamtbrenndauer von 197 min wurde der Brand bei 38,4 %vol beendet.

Destillationsprotokoll des Brandes M 21 (1232)

Destillation am 19.09.2006

Beginn: 09:08

Ende: 12:03

Marille, Gleichstromdestillation

Große Anlage

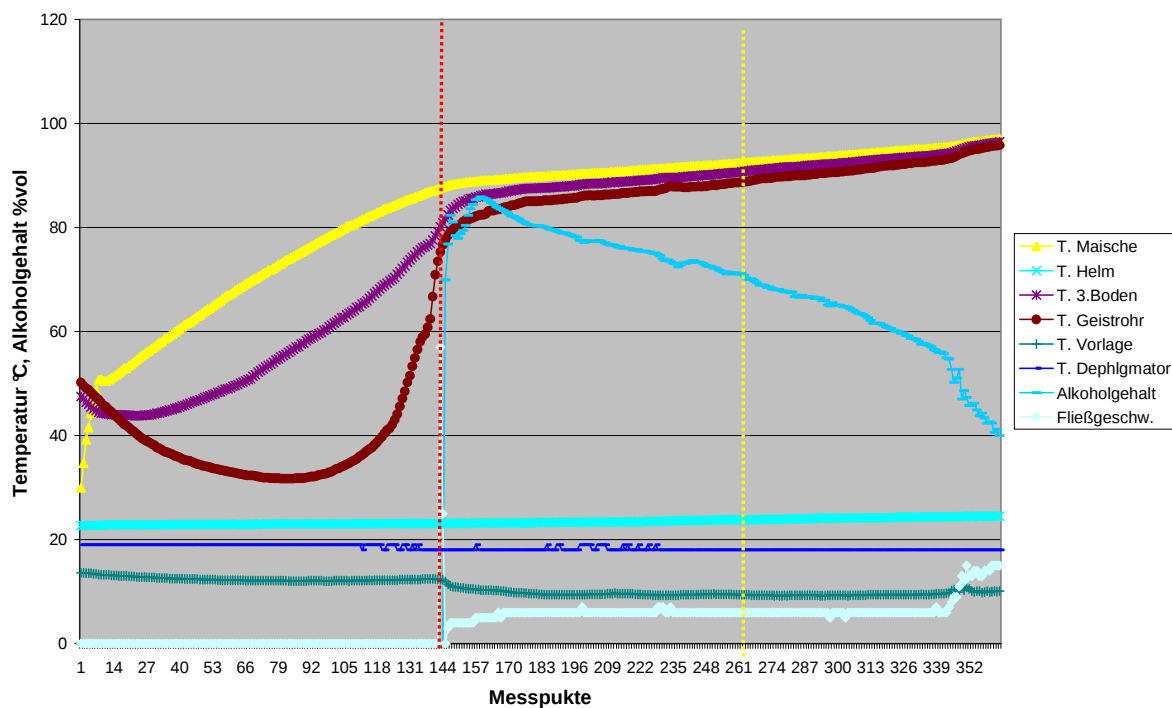


Abb. 38: Verlauf der Destillation des Brandes M21 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach 72minütiger Aufheizphase startete die Brennphase 1(rote Linie). Im weiteren Verlauf der Destillation stieg die Fließgeschwindigkeit langsam von 3 auf 5 L/h an.

Nach 130 min erreichte das Destillat in Fraktion 24 den N-Punkt (gelbe Linie). Die ermittelte Geistrohrtemperatur betrug 87,7 °C, der Alkoholgehalt betrug 69,46 %vol.

Nach einer Destillationslänge von 171 min war der Brand zu Ende.

Destillationsprotokoll des Brandes M 22 (1233)

Destillation am 02.10.2006

Beginn: 12:08

Ende: 15:33

Marille, Gleichstromdestillation

Große Anlage

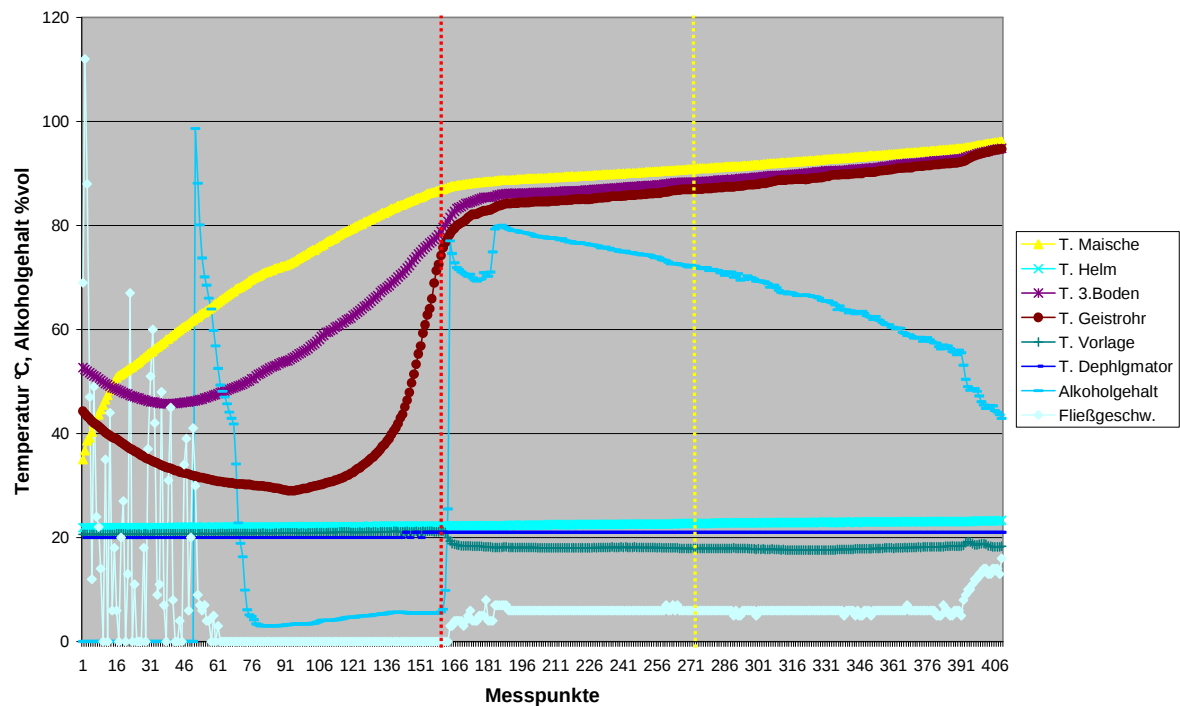


Abb. 39: Verlauf der Destillation des Brandes M22 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer 82minütigen Aufheizphase begann das Destillat zu fließen (rote Linie). Den N-Punkt erreichte das Destillat in Fraktion 33 nach einer Destillationsdauer von 135 min (gelbe Linie). Zu diesem Zeitpunkt war die Geistrohrtemperatur auf 86,3 °C gestiegen. Der Alkoholgehalt der Fraktion 33 wurde mit 72,84 %vol ermittelt. Nach einer Gesamtbrenndauer von 205 min war das Destillat fertig.

Destillationsprotokoll des Brandes M 23 (2231)

Destillation am 04.10.2006

Beginn: 13:19

Ende: 15:20

Marille, Gleichstromdestillation

Kleine Anlage

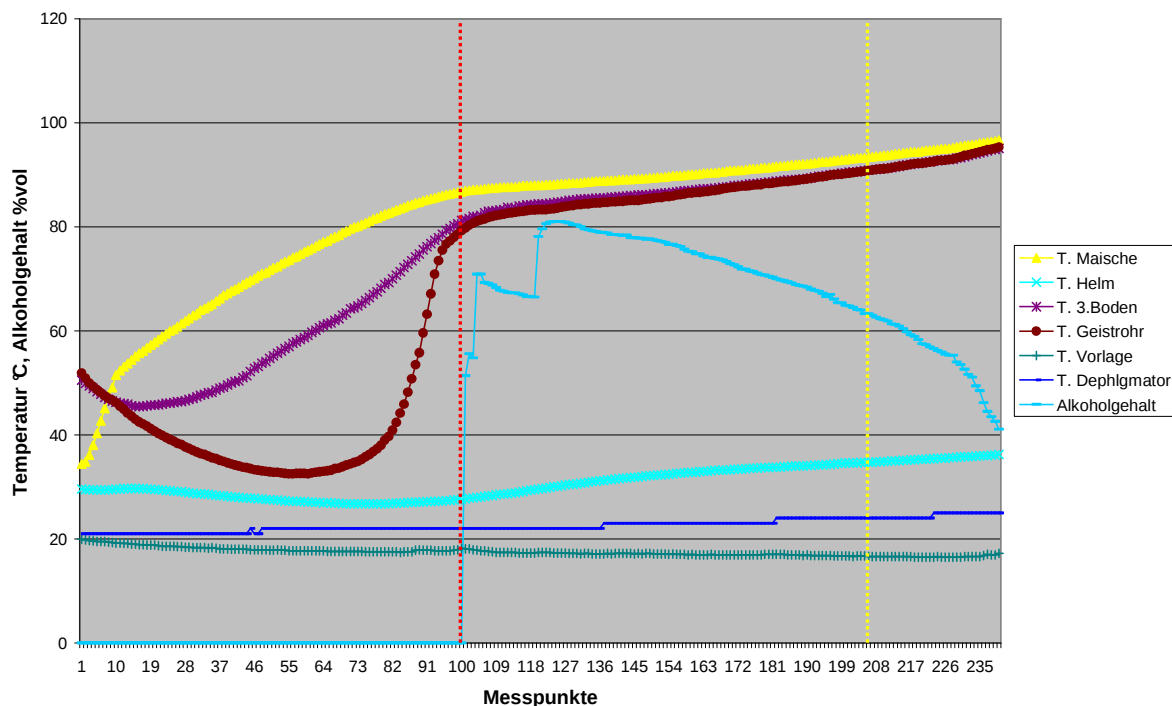


Abb. 40: Verlauf der Destillation des Brandes M23 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer Aufheizphase von 50 min begann der Brand zu tropfen und die Brennphase 1 wurde eingeleitet (rote Linie).

Nach einer Gesamtdestillationsdauer von 100 min erreichte der Brand in Fraktion 26 den N-Punkt (gelbe Linie). Zu diesem Zeitpunkt betrug die Geistrohrtemperatur 91,6 °C. Der Alkoholgehalt der N-Punktfraktion wurde mit 59,38 %vol ermittelt.

Die gesamte Destillation dauerte 119min.

Destillationsprotokoll des Brandes M 24 (2232)

Destillation am 10.10.2006

Beginn: 10:25

Ende: 12:26

Marille, Gleichstromdestillation

Kleine Anlage

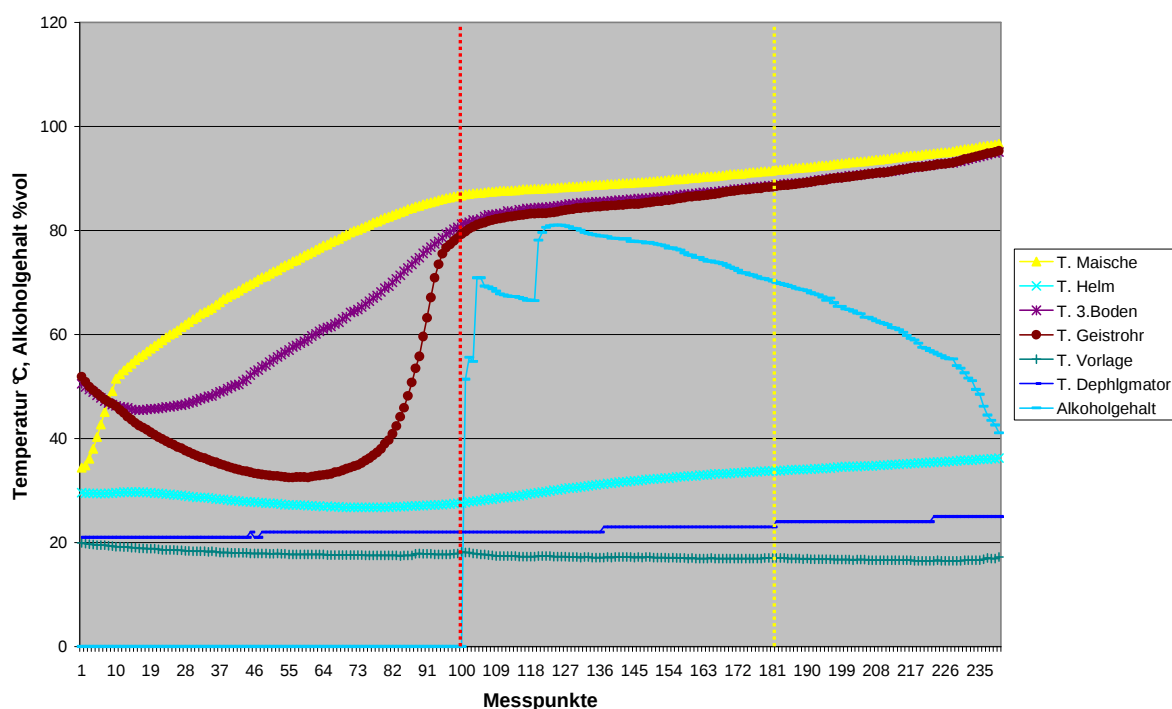


Abb. 41: Verlauf der Destillation des Brandes M24 (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

Nach einer 52minütigen Aufheizphase begann das Destillat zu tropfen. Um die Brennphase 1 einzuleiten wurde das aufgefangene Destillat erneut durch den Durchflussmesser geleitet um eine Fließgeschwindigkeit größer als 3 L/h zu erreichen (rote Linie).

Nach gesamt 92 min (gelbe Linie) der Destillation war mit Fraktion 17 der N-Punkt erreicht. Am N-Punkt betrug die Geistrohrtemperatur 88,5 °C und der Alkoholgehalt 69,74 %vol.

Die gesamte Destillation dauerte insgesamt 121 min.

Destillationsprotokoll eines Raubrandes

Destillation am 10.10.2006

Beginn: 14:04

Ende: 14:52

Marille, Raubrand

Kleine Anlage

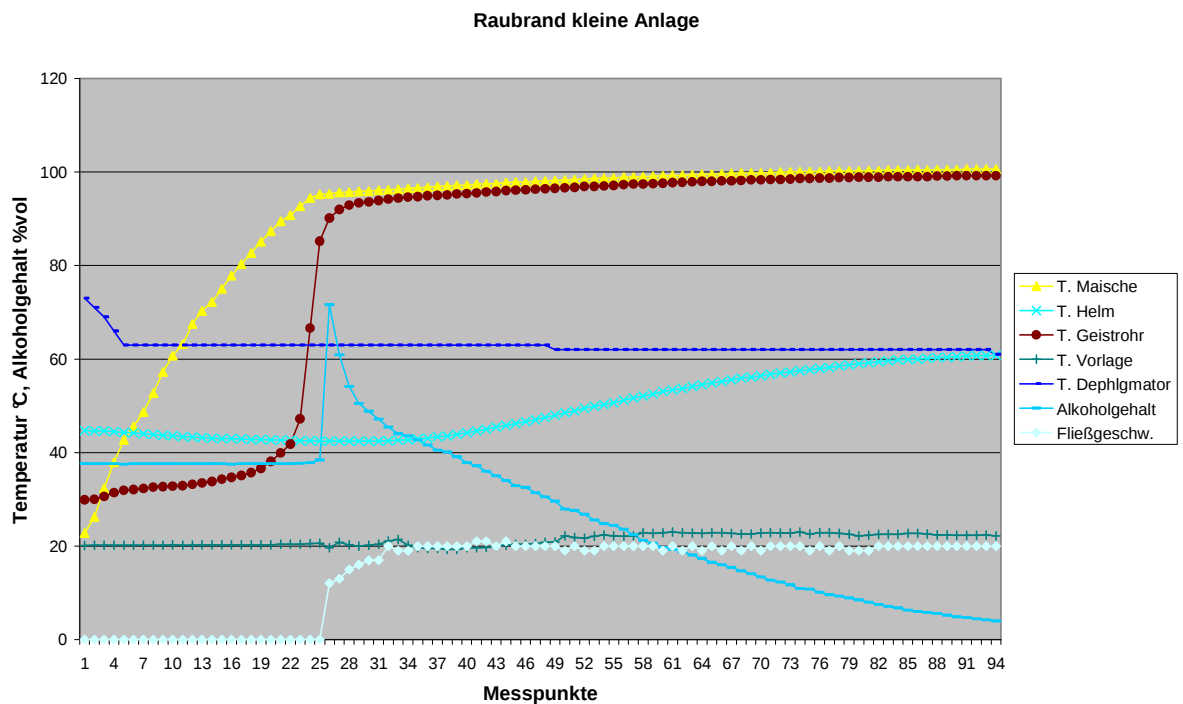


Abb. 42: Verlauf der Destillation eines Raubrandes (Temperaturverläufe, Alkoholgehalte und Fließgeschwindigkeiten)

In Abb. 42 ist der Destillationsverlauf eines Raubrandes abgebildet. Die maximale Alkoholkonzentration war nach 50 min Destillation mit 70,90 %vol erreicht. Im weiteren Verlauf nahm die Alkoholkonzentration im Destillat stetig ab und erreichte 4,00 %vol (Ende der Destillation) nach einer Gesamtdestillationsdauer von 192 min.

6.1.2 Ergebnisse der sensorischen Nachlaufabtrennung

Den Tab. 13 und 14 kann entnommen werden, bei welchen Probefläschchen jeder einzelne Koster den N-Punkt definierte. In der Spalte „N-Punkt“ wird der durch diese Urteile festgelegte N-Punkt präsentiert. Erörterungen zur Bestimmung des N-Punktes sind in Kapitel 4.5. zu finden. Eine Auflistung aller Koster ist im Anhang zu finden.

Zu Bränden, die in Tab. 13 und 14 mit * markiert sind, wurden separat von den Kostern Anmerkungen gemacht. Diese sind in Kapitel 6.1.3 angeführt.

Tab. 13: Ergebnisse der sensorischen Nachlaufabtrennung bei Marillendestillaten

Destillat	Manfred	Franz	Monika	Christiane	Gottfried	Adrienne	Markus	Martin1	N-Punkt
M1	18	17	17	18	19				18
M2	16	14	19	16	16				16
M6	13	11	10	11	11				11
M8	22	19	20	20	20			20	20
M10	9	10	8	9	9				9
M11	11	10	10	11	13			11	11
M12	12	11	13	12	12				12
M14*	10	9	9	8	9				9
M17*	21	20	20	20	19				20
M19	20	21	22	21	18	21	22	20	21
M21*	27	24	24	23	23	24	24		24
M22	29	33	33	32		33			33
M23*	22	23	20	26	26	30	30		26
M24	18	15	17	17		19	17		17

Tab. 14: Ergebnisse der sensorischen Nachlaufabtrennung bei Apfeldestillaten

Destillat	Manfred	Franz	Monika	Christiane	Adrienne	Markus	Martin1	Martin2	N-Punkt
A2*	33	28	34	34	33	34			33
A3*	39	34	39	39	42				39
A4*	36	37	35	35	35	34			35
A5*	31	25	28	28	29	28			28
A8	32	32	31	31	33	33			32
A13	31	33	34	33	33	34			33
A14	35	34	33	33	35	34			34
A18	85	86	84	85		85		85	85
A19	82	85	88	85		86		84	85
A20	62	67	70	66		68		67	67
A21*	85	97	91	95		94		94	93

6.1.3. Kommentare der Koster zu einzelnen Proben

Die Koster stellten bei dem Brand M14 einen auffallenden Geruch nach Dörrpflaumen fest.

Bei den Bränden M17 und M21 stellten die Koster einen mehligem Geruch im Mittellauf fest, der sich zum Nachlauf hin weiter ausprägte, im späteren Nachlauf sich jedoch verflüchtigte. Diesen mehligem Geruch nahmen die Verkoster auch bei den Bränden A19 und A21 wahr. Hier trat jedoch der Geruch erst im beginnenden Nachlauf auf.

Ein medizinischer Geruch (Geruch nach Desinfektionsmittel) wurde bei Brand M21 in Fraktion 16 und 17, sowie bei A4 in Fraktion 19, 24 und 25 wahrgenommen.

Bei Brand A5 wurde die Fraktion 12 als absolut aromafrei beschrieben.

Bei dem Destillat trat ab Fraktion 21 ein leichter Fehlgeruch auf, der von den Verkostern als „leicht faulig“ beschrieben wurde. Erst ab Fraktion 33 wurde dieser Geruch als Nachlaufaroma identifizierbar. Weiters wurden die Fraktionen 21 bis 32 als besonders reich an Apfelaroma beschrieben.

6.2 Ergebnisse der chemischen und physikalischen Analysen

Nachfolgend werden die Ergebnisse der physikalischen und chemischen Untersuchungen der Marillen- und Apfeldestillate dargestellt und diskutiert.

6.2.1 Ergebnisse der Analyse der titrierbaren Säure

Im Durchschnitt enthielt eine N-Punktprobe (Probe aus der Fraktion 6) 81,1 mg/L r.A. (sd = 66,1) an titrierbarer Säure berechnet als Essigsäure, wenn es sich um ein Marillendestillat handelt, und 26,1 mg/L r.A. (sd = 12,0), wenn man einen Apfelbrand analysierte.

Wie zu erwarten, nahm der Gehalt an titrierbare Säuren im Verlauf der Destillation kontinuierlich zu (GUAN, 1997). Die Zunahmerate war jedoch sehr unterschiedlich. Im Destillat mit der Bezeichnung M8 nahm der Gehalt an titrierbaren Säuren von 14,2 in Fraktion 1 auf 204,5 mg/L r.A. in Fraktion 10 zu. Das bedeutet eine Steigerung um 190 mg/L r.A. Der Brand M22 zeigte nur eine Zunahme von 2,7 mg/L r.A. innerhalb der zehn analysierten Fraktionen entlang der Nachlaufabtrennung (Abb. 44). Bei diesem Destillat, sowie bei den Destillaten M21, M23 und M24 handelte es sich um Gleichstromdestillate. Dadurch war das Gesamtvolumen an Destillat höher als bei den Gegenstromdestillaten und in weiterer Folge war der Anstieg an titrierbarer Säure auf mehrere 150 mL Fraktionen aufgeteilt.

Die Apfelbrände wiesen generell niedrigere Werte an titrierbaren Säuren auf (Abb. 43). Der gemessene Höchstwert fand sich in A 8 mit einer Zunahme von 23,7 mg/L r.A. in Fraktion 1 auf 86,2 mg/L r.A. in Fraktion 10. Die größte Steigerungsrate wies A 3 auf, denn hier verzehnfacht sich der Gehalt an titrierbaren Säuren (von 3,8 auf 38,5 mg/L r.A.). Die geringste Zunahme wurde im Destillat A 21, einem Gleichstromdestillat, gefunden.

Vergleicht man die Destillationsart, so wird deutlich, dass die Gleichstromdestillate geringere Konzentrationen an titrierbarer Säure am N-Punkt aufwiesen, als Brände, die mit Verstärkung destilliert wurden (Abb. 43 und 44). Marillendestillate, die ohne Verstärkung gebrannt wurden wiesen am N-Punkt durchschnittlich 31,7 mg/L r.A. (sd = 26,7) auf (Apfeldestillate 18,5 mg/L r.A., sd = 11,9).

Gegenstromdestillate der Marillen (Abb. 44) hatten am N-Punkt hingegen durchschnittlich 105 mg/L r.A. (sd = 66,9) und Apfeldestillate (Abb. 43) 28,9 mg/L r.A. (sd = 11,5). Hier war der technologische Einfluss, den die Destillationsart ausübte, besonders deutlich zu erkennen (Abb. 44). Bei dem Vergleich konnte man davon ausgehen, dass die Summe an titrierbarer Säure in den Marillen-, bzw. Apfeldestillaten unabhängig von der Destillationsart war. Wann jedoch diese in das Destillat übergangen, war abhängig von der Art der Destillation (PIEPER, 1993). Bei der Destillation mit Verstärkung wurden die titrierbaren Säuren länger zurückgehalten und traten erst im Nachlauf auf, während diese Säuren bei der Destillation ohne Verstärkung im gesamten Verlauf der Destillation auftraten.

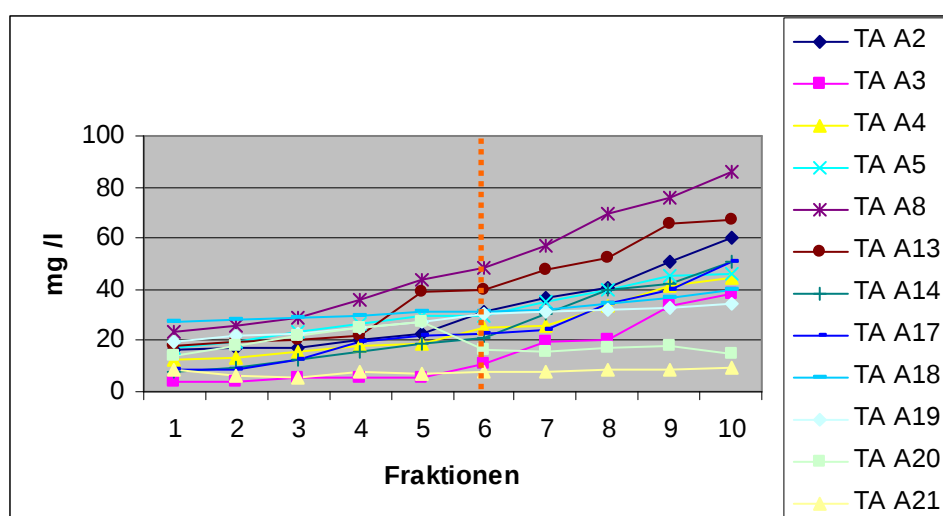


Abb. 43: Verlauf der titrierbaren Säure (TA) der Apfeldestillate rund um den N-Punkt.

Die rote Markierung (Fraktion 6) zeigt den N-Punkt (NP) an.

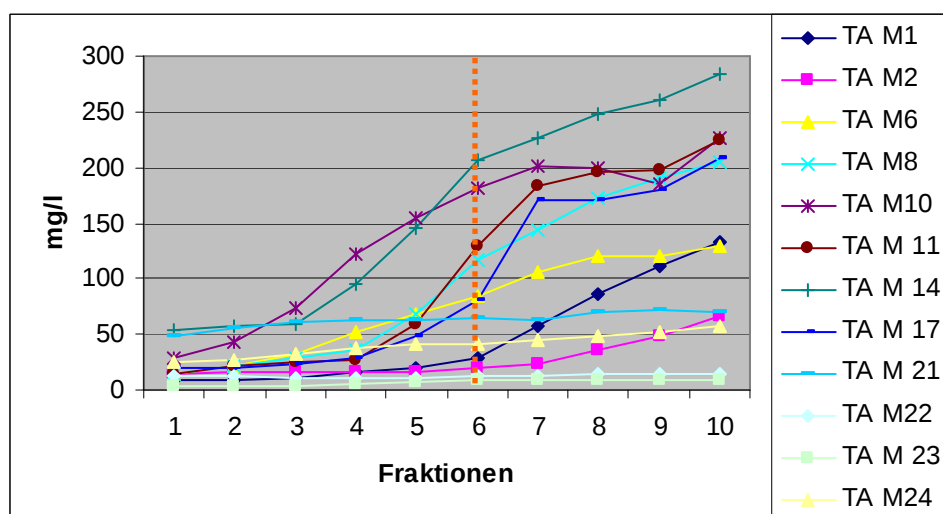


Abb. 43: Verlauf der titrierbaren Säure (TA) der Marillendestillate rund um den N-Punkt (NP). Die rote Markierung (Fraktion 6) zeigt den N-Punkt an.

Bei Marillendestillaten war der Anstieg der titrierbaren Säure entlang des Umschlagpunktes bei der Destillation mit der großen Anlage nicht so stark, wie bei der Destillation der Marillenbrände mit der kleinen Anlage (Abb. 45). Zu berücksichtigen war jedoch, dass auf Grund der kleineren Dimensionierung bei der kleinen Anlage die Brennphase kürzer war. Dem zufolge waren bei den Gegenstromdestillaten die Probennummern 10 das Ende der Destillation (40 %vol), und nicht wie bei Destillaten der 150 L-Anlage mittlere Nachlaufproben. Zu erkennen war dennoch, die Verschiebung der titrierbaren Säuren in den Nachlaufbereich bei Destillaten, die mit der großen Anlage gebrannt wurden.

Weiters verfügte die große Anlage über mehr freie Reaktionsfläche, als die kleine Anlage. Die Blase der großen Anlage wurde mit 100 L Maische befüllt. Maximal befüllt wäre die große Anlage mit 150 L Maische gewesen. Die kleine Anlage wurde aber mit 47 L Maische maximal befüllt. Dadurch entstanden in der Blase der großen Anlage mehr freie Flächen. An diesen konnten Kondensationsreaktionen stattfinden, was verstärkend wirkte.

Bei der Destillation ohne Verstärkung wurden die Blasen beider Anlagen maximal befüllt. Bei der Gleichstromvariante der großen Anlage wurden am N-Punkt durchschnittlich 38,8 mg/L r.A. (sd = 26,5) gemessen, bei der kleinen Anlage 24,7 mg/L r.A. (sd = 23,3). Dies bedeutete, dass generell Marillendestillate, die mit der großen Anlage gebrannt wurden, am N-Punkt einen höheren Gehalt an titrierbarer Säure aufwiesen.

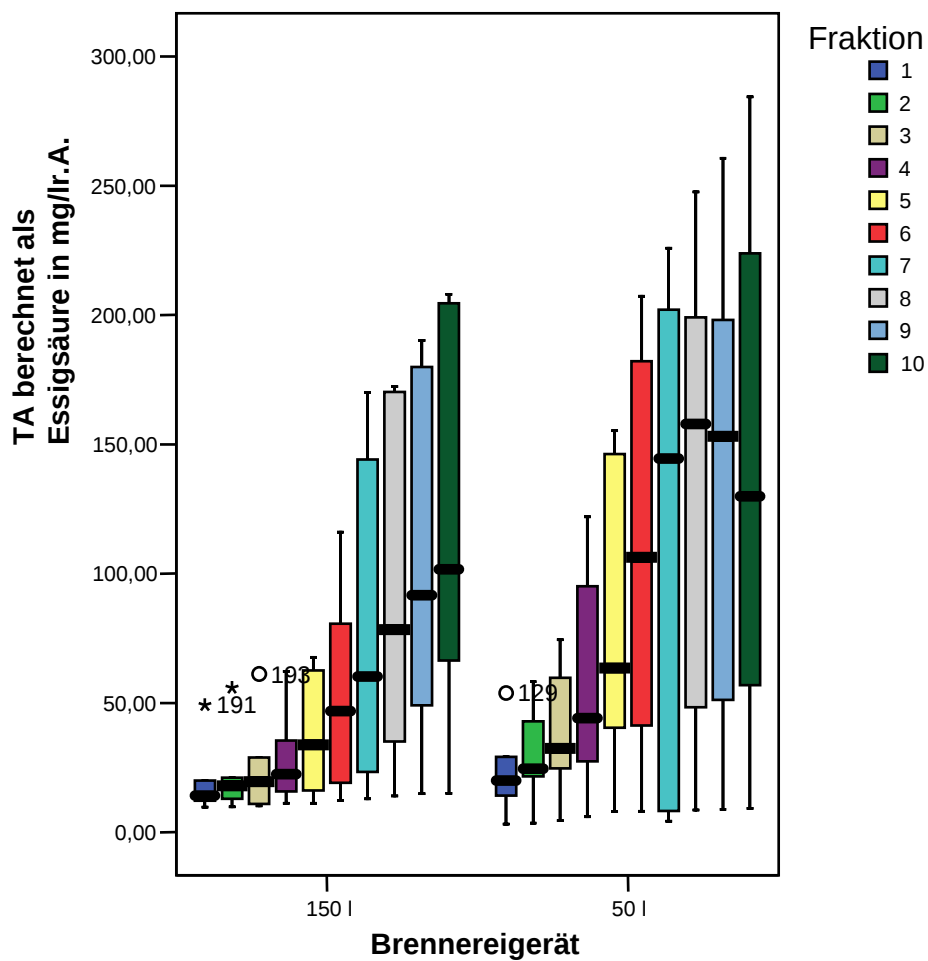


Abb. 45: Verlauf der titrierbaren Säure (berechnet als Essigsäure) der Marillenbrände (Vergleich der Brenngeräte 150 l...große Anlage, 50 l...kleine Anlage, N-Punkt...Fraktion 6)

Im Vergleich dazu gab GUAN (1997) unabhängig von Obstart und Destillationsart einen mittleren Gesamtsäuregehalt von 120 mg/Lr.A. am Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf an.

ACHER (2007) gab die Gehalte an titrierbarer Säure am N-Punkt im Bereich von 50-100 mg/L r.A. an. Zu erkennen war, dass die verschiedenen analysierten Obstarten unterschiedliche Verhalten im Verlauf der titrierbaren Säure entlang des Umschlagpunktes aufwiesen.

6.2.2 Ergebnisse der pH-Wert –Messungen

Im Kurvenverlauf der Abb. 46 und 47 sank der pH-Wert bei allen Destillaten stetig. Durchschnittlich fiel der pH-Wert der Marillendestillate (Abb. 47) von 5,92 auf 4,70, der der Apfelbrände (Abb. 46) fiel durchschnittlich von 5,91 auf 5,45 ab. Die Abnahme des pH-Wertes ging mit einer Zunahme der titrierbaren Säuren einher (Kapitel 6.2.1).

Im Durchschnitt lag der pH-Wert der Marillendestillate am N-Punkt bei 4,9 (sd = 0,7) (Gegenstromdestillation) und bei 5,4 (sd = 0,3) (Gleichstromdestillation). Die Apfelbrände wiesen am Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf einen durchschnittlichen pH-Wert von 5,8 (sd = 0,5) (Gegenstromdestillation) bzw. von 5,6 (sd = 0,4) (Gleichstromdestillation) auf.

Mit Ausnahme der Brände M 1, M 2 und M 22 wiesen die Apfelbrände immer höhere pH-Werte am N-Punkt auf, als die Marillendestillate. Durchschnittlich wurden bei den Marillendestillaten am N-Punkt um 50 mg/Lr.A. mehr titrierbare Säuren gemessen, als bei den Apfeldestillaten. Höhere Konzentrationen an titrierbarer Säure erklären eine Erniedrigung des pH-Wertes bei den Steinobstdestillaten. Auch in den von GUAN (1997) veröffentlichten Daten, findet man tendenziell niedrigere Essigsäuregehalte bei Kernobstdestillaten, als bei den Steinobstdestillaten am Umschlagpunkt.

Auffällig war, dass die pH-Werte der Brände A4 und A17 (Abb. 46) höher waren, als die aller anderen Brände. Beiden Brände wiesen keinerlei Besonderheiten im Destillationsverlauf auf. Weiters lagen die Werte dieser Brände bei allen anderen Untersuchungen im Normalbereich. Beide Destillate wurden weder mit der gleichen Maische noch unter den gleichen Destillationsbedingungen erzeugt. Somit konnte keine Erklärung gefunden werden, warum diese Destillate einen höheren pH-Wert am N-Punkt und entlang der Nachlaufabtrennung aufwiesen.

ACHER (2007) kam bei der Analyse der pH-Werte entlang des N-Punktes zu ähnlichen Ergebnissen.

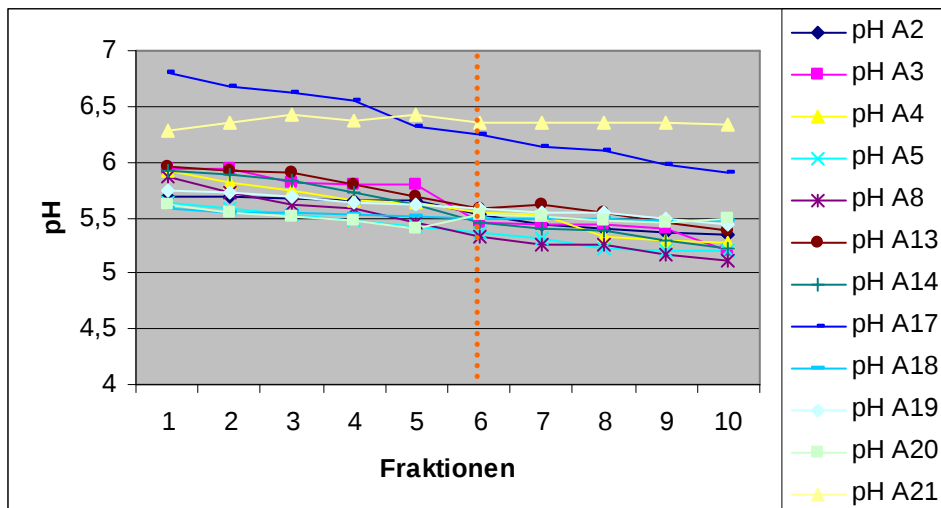


Abb. 46: Verlauf des pH-Wertes der Apfeldestillate entlang des N-Punktes (NP). Die rote Linie (Fraktion 6) zeigt den N-Punkt an.

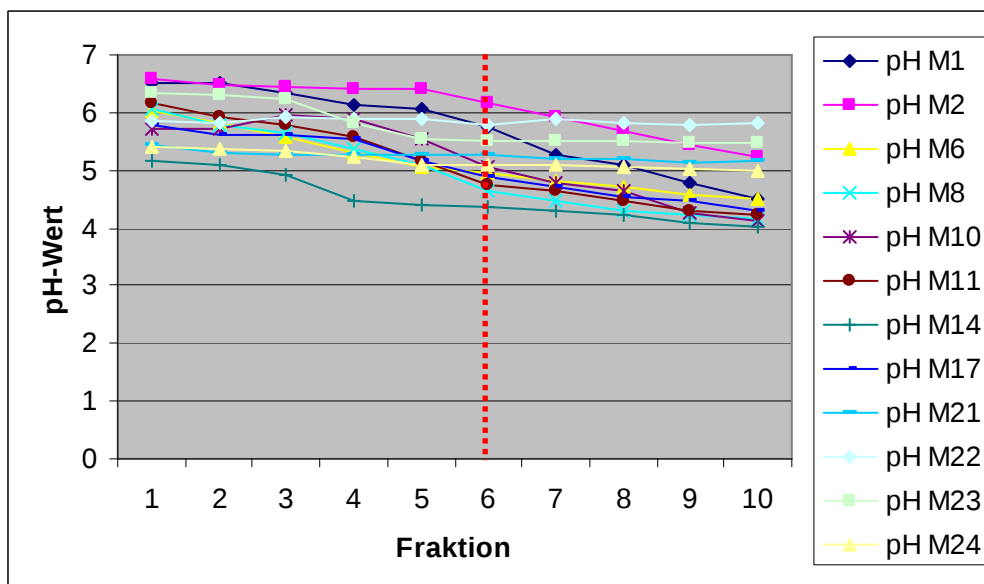


Abb. 47: Verlauf des pH-Wertes der Marillendestillate entlang des N-Punktes (NP). Die Fraktion 6 (rote Linie) stellt den N-Punkt (NP) dar.

6.2.3 Ergebnisse der Leitfähigkeitsbestimmung

Im Weiteren werden die Ergebnisse der Leitfähigkeitsbestimmung dargestellt und diskutiert. Die Leitfähigkeitsbestimmung erfolgte eine Stunde nach der Destillation bei allen Proben. Bei den Marillendestillaten wurde weiters nach 24 und 48 Stunden erneut in allen Proben die Leitfähigkeit gemessen. Da die zu diesem Zeitpunkt gemessenen Daten keine nachvollziehbaren Werte aufwiesen, wurden bei den Apfeldestillaten keine Leitfähigkeitsmessungen nach 24 bzw. 48 h durchgeführt.

In den Abb. 48 - 51 ist der Anstieg der Leitfähigkeit rund um den N-Punkt graphisch dargestellt. Zur besseren Übersicht sind die Darstellungen nach Obstart und Destillationsart getrennt.

Zu beachten war, dass jeder Brand in den ersten Vorlauf fraktionen eine Leitfähigkeit größer als 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ aufwies. Im Mittellauf betrug die Leitfähigkeit der Proben 1 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Am N-Punkt, oder unmittelbar vor beziehungsweise nach dem Umschlagpunkt, nahm die Leitfähigkeit der Proben zu.

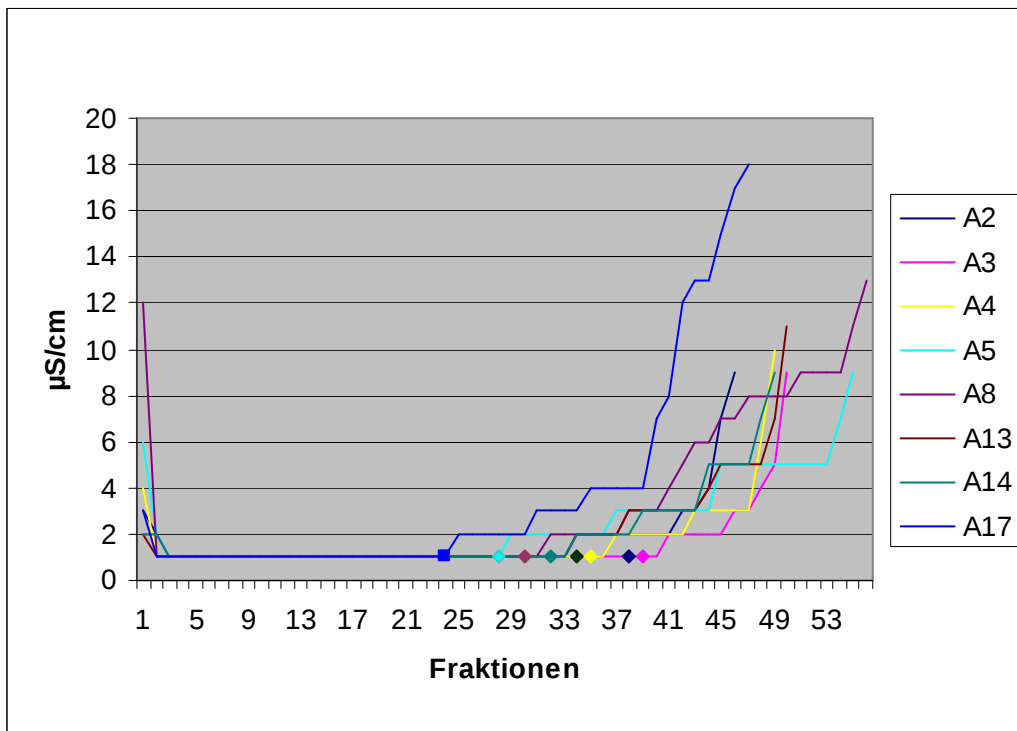


Abb. 48: Verlauf der Leitfähigkeit I: Die Graphik stellt den Verlauf der Leitfähigkeit in den Gegenstromdestillaten (gg) der Apfelversuchsreihe dar. Die Punktmarkierung zeigt den N-Punkt des jeweiligen Destillates an.

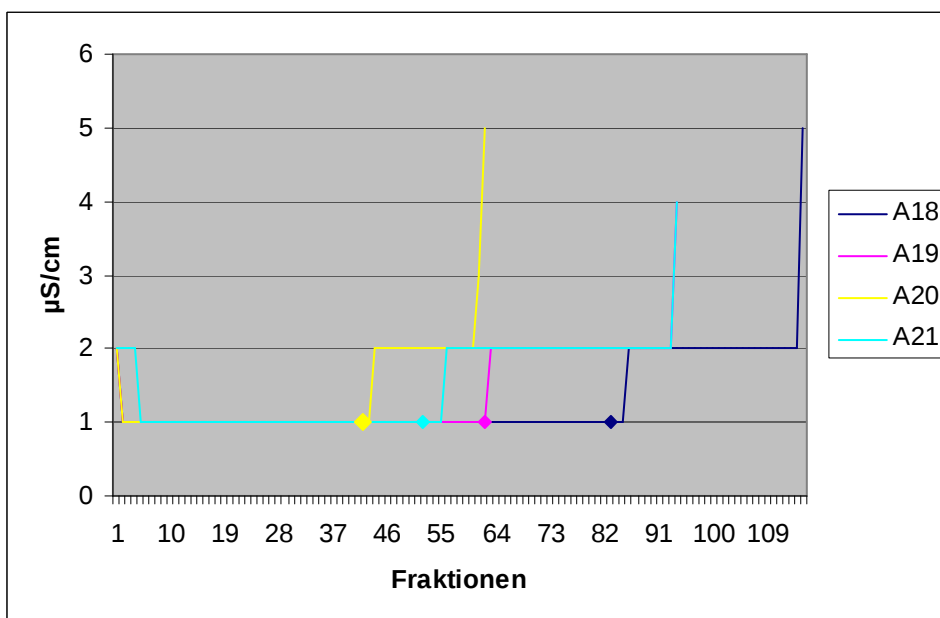


Abb. 49: Verlauf der Leitfähigkeit II: Die Graphik stellt den Verlauf der Leitfähigkeit in den Gleichstromdestillaten (gl) der Apfelversuchsreihe dar. Die Punktmarkierung zeigt den N-Punkt des jeweiligen Destillates an.

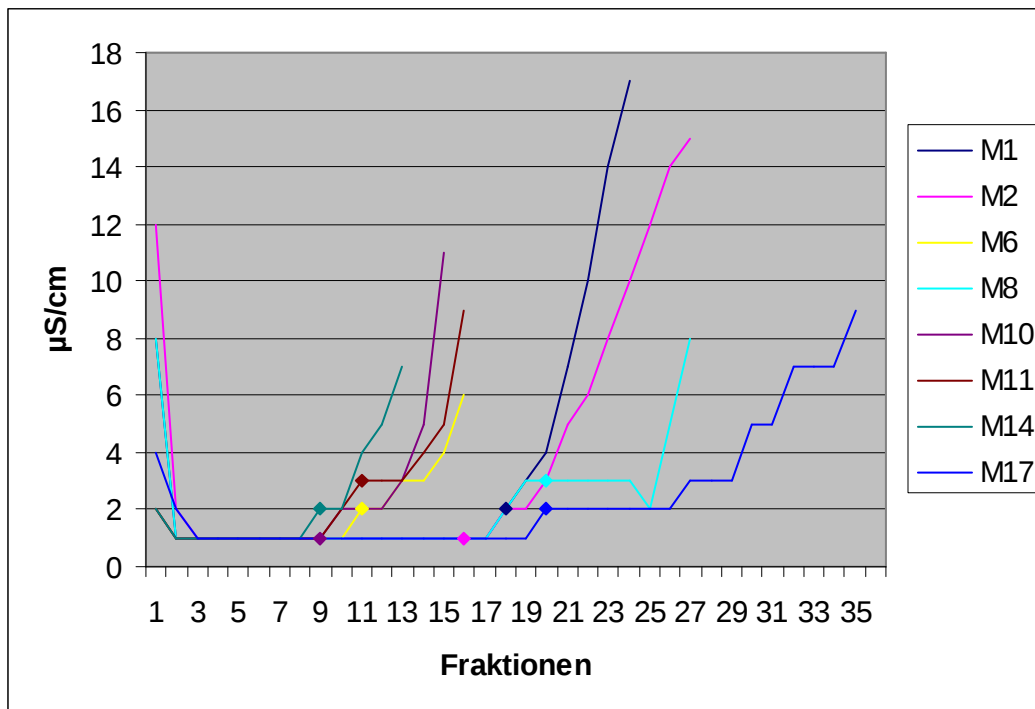


Abb. 50: Verlauf der Leitfähigkeit III: Die Graphik stellt den Verlauf der Leitfähigkeit in den Gegenstromdestillaten (gg) der Marillenversuchsreihe dar. Die Punktmarkierung zeigt den N-Punkt des jeweiligen Destillates an.

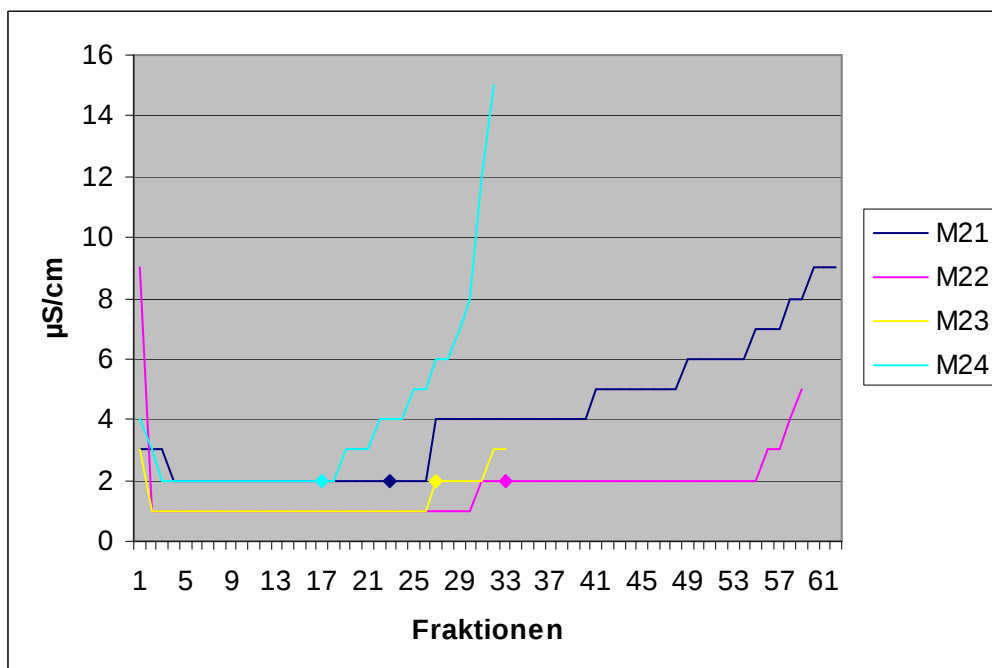


Abb. 51: Verlauf der Leitfähigkeit IV: Die Graphik stellt den Verlauf der Leitfähigkeit in den Gleichstromdestillaten (gl) der Marillenversuchsreihe dar. Die Punktmarkierung zeigt den N-Punkt des jeweiligen Destillates an.

In Abb. 52 erkennt man, dass vor allem – und bei beiden Brennanlagen – in den Fraktionen 4, 5 und 6 ein Leitfähigkeitsanstieg deutlich war. Der Anstieg betrug jeweils $1\ \mu\text{S}/\text{cm}$. Also von dem extrem niedrigen Grundniveau von $1\ \mu\text{S}/\text{cm}$ auf $2\ \mu\text{S}/\text{cm}$. Im weiteren Verlauf stieg die Leitfähigkeit stetig an. Wobei der Anstieg bei den Bränden der großen Anlage nicht so stark ausgeprägt war, wie der, der Brände, die mit der kleinen Anlage destilliert wurden. Der steilere Anstieg der Leitfähigkeit bei Destillaten, die mit der kleinen Anlage destilliert wurden, ist vermutlich auf den gleichen Effekt zurückzuführen, der schon im Absatz zuvor diskutiert wurde. Bei Destillaten mit der kleinen Anlage war das Maischevolumen geringer. Dadurch war das Volumen des Destillates gesamt kleiner und die Fraktion 10 war eine Probe des Destillationsende und nicht wie bei Bränden der großen Anlage eine Probe aus dem mittlerem Nachlauf.

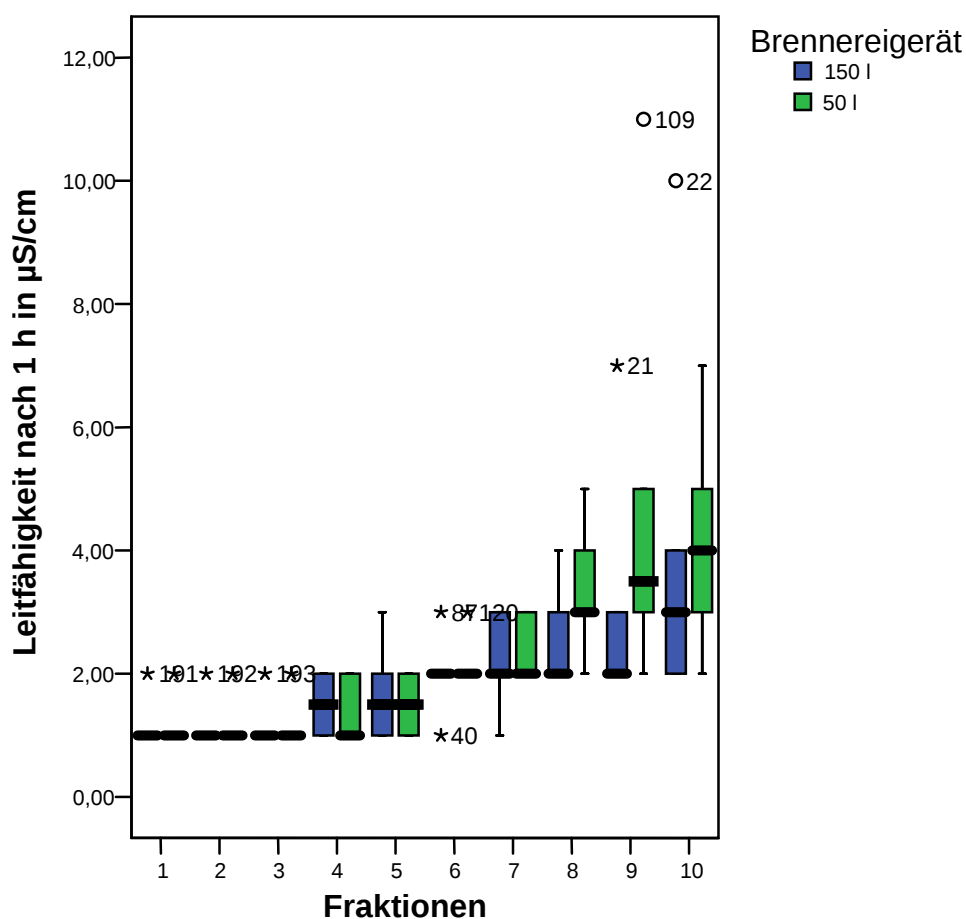


Abb. 51: Verlauf der Leitfähigkeit V: Leitfähigkeit entlang des N-Punktes bei Marillendestillaten. Fraktion 6 stellt den N-Punkt dar.

Möglicherweise war der Leitfähigkeitsanstieg ein Hinweis für die Nachlaufabtrennung. Auch ACHTER (2007) kam zu ähnlichen Ergebnissen. Jedoch wurde der Zeitpunkt der Leitfähigkeitsbestimmung nicht definiert. Weiters konnte ACHTER (2007) ebenfalls keinen signifikanten Zusammenhang zwischen Nachlaufabtrennung und Leitfähigkeitsanstieg feststellen. Ein Anstieg der Leitfähigkeit im Nachlaufbereich war jedoch bei allen von ihm analysierten Destillaten festgestellt worden.

Ein Anstieg der Leitfähigkeit kann auf die Zunahme an bestimmten Inhaltsstoffen im Verlauf der Destillation zurückgeführt werden. So steigt im Nachlauf der Gehalt an organischen Säuren und deren Ester, an Wachsen, sowie ätherischen Ölen und anderen Nachlaufkomponenten kontinuierlich an. Die Zunahme des Wasseranteiles im Verlauf des Brennens hat keine Auswirkung auf die Leitfähigkeit der Proben, da es sich um destilliertes Wasser handelt.

Nach einer erneuten Leitfähigkeitsbestimmung nach 24 h (Tab. 15) hatten sich die Leitfähigkeiten der einzelnen Proben stark und willkürlich verändert. Noch deutlicher wurde dieser Trend bei der Analyse der Leitfähigkeit nach 48 h (Abb.53). Die Leitfähigkeit erreichte Höchstwerte von $881\mu\text{S}/\text{cm}$, im Vergleich zu dem Höchstwert von $10\mu\text{S}/\text{cm}$ bei der Messung nach einer Stunde bei Fraktion 10 des Destillates M 1. Zu berücksichtigen war, dass die Proben die 24 bzw. 48 h gelagert wurden, weder kühl, dunkel, noch luftdicht verschlossen aufbewahrt wurden. Besonders stark war die Änderung der Leitfähigkeit bei M 8 (Tab. 15). Die Leitfähigkeit dieses Destillates wurde nach 96 Stunden ermittelt, da am Wochenende keine Untersuchungen durchgeführt werden konnten. Vermutlich hatte die längere Lagerung zu einer größeren Veränderung der Leitfähigkeit geführt.

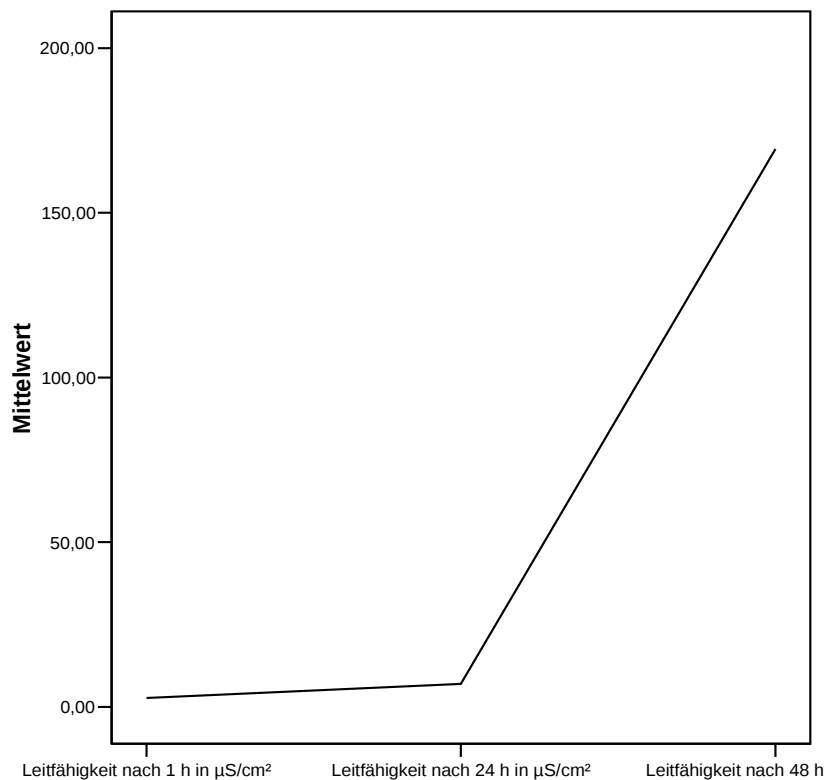


Abb. 52: Mittelwerte der Leitfähigkeitsmessungen der Marillendestillate am N-Punkt innerhalb von 48 h.

Ursache der Veränderung der Leitfähigkeit während der Lagerung der Destillate sind wahrscheinlich Reaktionen von Säuren und Alkoholen im Destillat. Die daraus entstandenen Reaktionsprodukte könnten Einfluss auf die Leitfähigkeit nehmen. Möglich wären Oxidationsreaktionen, Additions- und Reduktionsreaktionen, sowie Veresterungen (MAITLAND, 2000) innerhalb des Destillates. Da die einzelnen Probeflächen unterschiedlich oft und lange geöffnet wurden lässt sich kein Zusammenhang mit einer Sauerstoffexposition finden. Auch kann im Nachhinein kein Zusammenhang mit anderen Lagerparametern wie Temperatur oder Sonneneinstrahlung gefunden werden. So hatte NUSSER (2003) beschrieben, dass Lichteinstrahlung (besonders bei Wellenlängen unter 450 nm) die Bildung von Ethylcarbamat in Destillaten fördert. Dieser und ähnliche Effekte könnten ebenfalls Einfluss auf die Leitfähigkeit der Destillationsproben haben.

Tab. 15: Leitfähigkeit der 10 Fraktionen um den N-Punkt (Fraktion 6) nach 48 h

Fraktionen	M1	M2	M6	M8	M10	M11	M14	M17	M21	M22	M23	M24
1	12	124	12	558	56	34	2712	45	123	277	375	176
2	8	13	32	872	2	6	465	2	65	453	458	62
3	5	2	5	661	33	3	793	50	87	747	545	43
4	4	5	6	148	2	6	532	3	547	32	45	164
5	13	2	4	178	68	12	654	17	45	743	757	9
6	15	4	2	881	2	2	34	4	24	346	45	24
7	7	1	3	712	2	3	70	22	75	857	98	5
8	3	1	2	671	22	6	64	9	98	34	12	61
9	23	2	3	581	3	22	398	23	36	74	67	40
10	11	2	9	715	29	43	356	13	86	256	8	33

6.2.4 Alkoholgehalt

Wie bereits in Kapitel 2.4 erörtert, sank der Alkoholgehalt im Umschlagbereich des Nachlaufes ab. Das Absinken der Alkoholkonzentration war abhängig von verschiedenen Parametern, wie Destillationsgeschwindigkeit und Dephlegmation. Die nachfolgenden Abbildungen (Abb. 54 und 55) zeigen den Verlauf der Alkoholgehalte entlang der Nachlaufabtrennung.

Der Verlauf der Alkoholkonzentration war bei allen Destillaten ähnlich. Auffälligkeiten hinsichtlich eines möglichen Einflusses - zum Beispiel der Gärtemperatur - auf den Verlauf der Alkoholkonzentration entlang des N-Punktes, gab es nicht.

Der Brand mit der niedrigsten Alkoholkonzentration war A 20, ein Gleichstromdestillat. (Der Verlauf der Destillation dieses Brandes ist in Abb. 26, Kapitel 6.1 dargestellt.)

In Abb. 55 ist zu beachten, dass Fraktion 10 das Destillationsende der Gegenstromvarianten einiger Destillate darstellt, da das Maischevolumen bei der Destillation mit der kleinen Anlage nur 47 L (im Gegensatz zu 100 L bei der Destillation mit der großen Anlage) betrug. Aus diesem Grund befand sich der Alkoholgehalt dieser Brände auf dem Niveau von 40 %vol. Die Brände M 23 und M 24 waren Gleichstromvarianten und wiesen dadurch ein größeres Gesamtvolumen an Destillat auf. Somit stellte für diese Destillate Fraktion 10 eine Probe aus dem mittleren Nachlauf dar, und nicht die letzte Nachlaufraction, wie bei den Bränden M 6, M 10, M11 und M 14.

Am N-Punkt hatten die Marillendestillate (sowohl Gleich- als auch Gegenstromdestillate) im Mittel einen Alkoholgehalt von 67,2 %vol (sd = 9,7). Im Vergleich dazu lagen die Alkoholkonzentrationen der Apfeldestillate im Durchschnitt bei 76,3 %vol (sd = 6,4) am N-Punkt, also um durchschnittlich 9,1 %vol höher.

Generell wiesen die Apfeldestillate (Abb. 54) am N-Punkt höhere Alkoholkonzentrationen auf, als die Marillenbrände. Jedoch muss berücksichtigt werden, dass die vergorenen Apfelmaischen einen höheren Alkoholgehalt, als die der Marillen aufwiesen. Je mehr Alkohol in der Maische vorhanden ist, desto höher ist auch die Ethanolkonzentration im Destillat (GÖLLES, 1998).

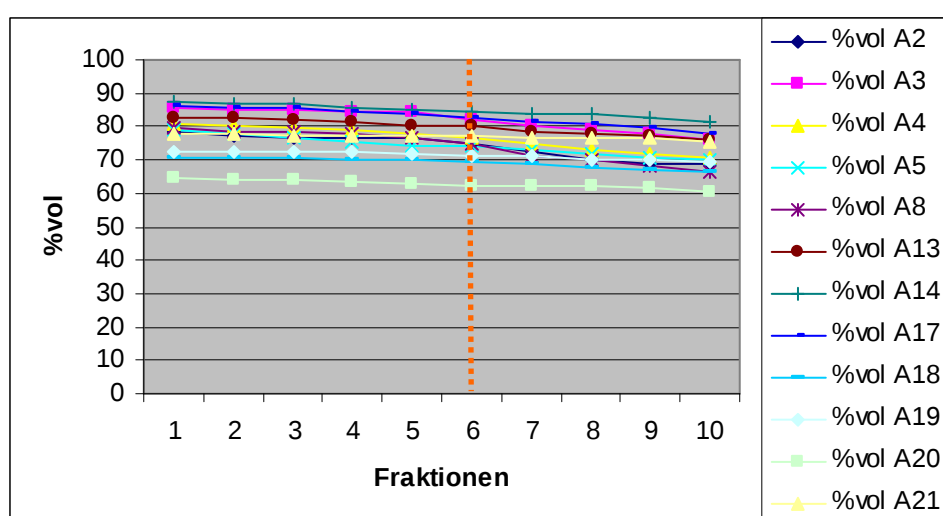


Abb. 54: Verlauf des Alkoholgehaltes (%vol) rund um den N-Punkt (rote Linie) der Apfeldestillate.

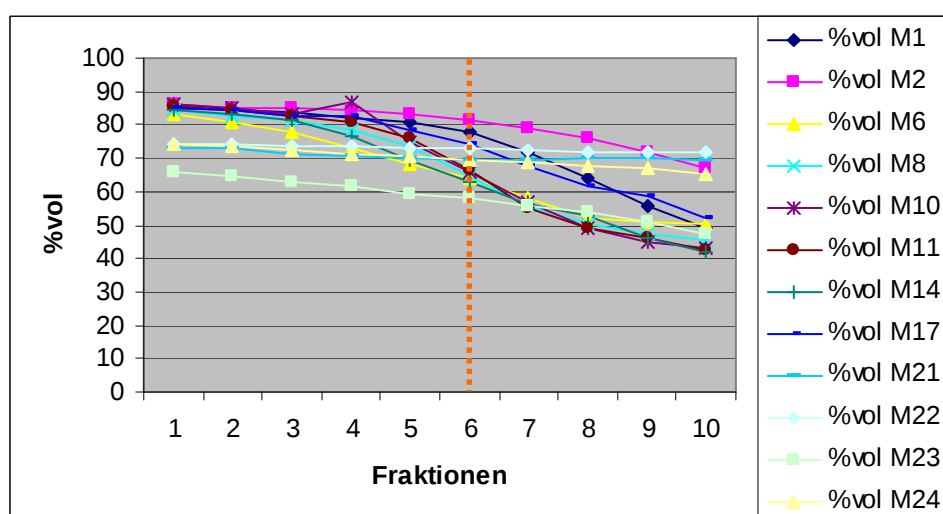


Abb. 55: Verlauf des Alkoholgehaltes (%vol) rund um den N-Punkt (rote Linie) der Marillendestillate

6.2.5 Trübung

Die Trübung am N-Punkt ohne Verdünnung

Während des Verlaufes einer Destillation nimmt der Gehalt an Trübung verursachenden Inhaltsstoffen (Kapitel 2.7.1 und 2.7.2) im Destillat stetig zu (KOLB et al., 2002). Auch wenn diese Trübungen mit dem menschlichen Auge noch nicht wahrgenommen werden können, können sie gemessen werden.

Vor allem bei den mit Verstärkung destillierten Bränden (Abb. 56 und 57) erkannte man einen Anstieg der Trübung, insbesondere bei dem Brand M14, wo die Trübung von 6,4 auf 16 TE/F anstieg. Zu beachten war weiters, dass die Marillenbrände eine deutlichere Trübungszunahme aufwiesen als die Apfeldestillate. Besonders stark stieg die Trübung bei Marillenbränden (Abb. 56), die mit der kleinen Anlage destilliert wurden. Da diese Brände in Fraktion 10 einen Alkoholgehalt von etwa 40 %vol aufwiesen, war eine stärkere Trübung zu erwarten.

Auffällig war auch, der nicht vorhandene (M21 und M24), oder sehr niedrige Anstieg (M22 und M23) der Trübung bei den Gleichstromvarianten.

Auch bei den Apfeldestillaten (Abb. 57) ließ sich der Trend erkennen, dass die Gegenstromvarianten über ein höheres Trübungspotential verfügen, als die Gleichstrombrände. Grund hierfür war die Art der Destillation. Die Verstärkung bewirkte eine Verschiebung der Retention der Inhaltsstoffe (PIEPER et al., 1993), die eine Trübung verursachten. Somit wurden diese vermehrt im Nachlauf angereichert.

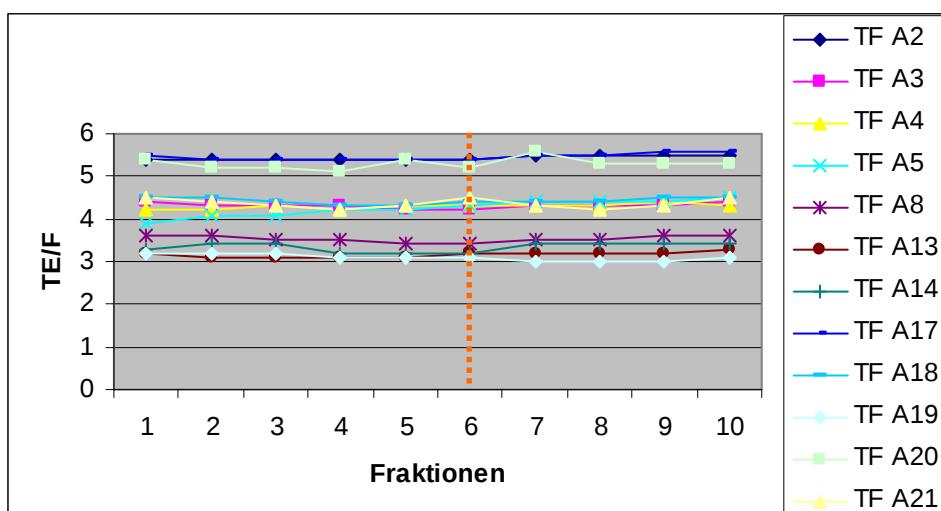


Abb. 56: Verlauf der originalen Trübung (TF in TE/F) der Proben entlang des N-Punktes (rote Linie) bei Apfeldestillaten.

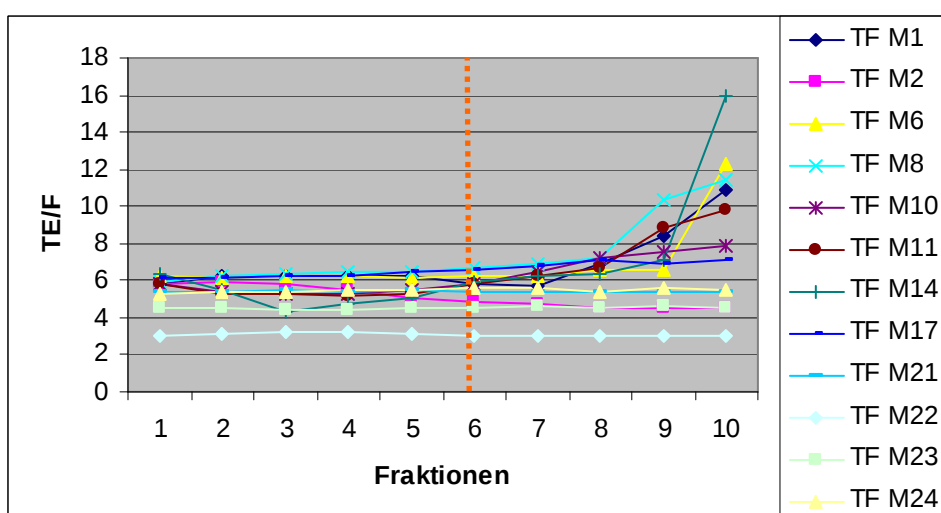


Abb. 57: Verlauf der originalen Trübung (TF in TE/F) der Proben entlang des N-Punktes (rote Linie) bei Marillendestillaten.

ACHER (2007) beschrieb einen konstanten Verlauf der Trübung bei Gleichstromdestillationen mit einem deutlich Anstieg am N-Punkt. Einen signifikanten Zusammenhang zwischen der Trübung und dem Zeitpunkt der Nachlaufabtrennung konnte ACHTER (2007) jedoch nicht finden. Eine Trübungszunahme bei Gleichstromdestillaten war bei den hier vorliegenden Daten nicht zu erkennen.

Die typische Aromatik des Nachlaufes wird nicht nur von Komponenten bestimmt, die Trübungen verursachen. Während der Geruch des Nachlaufes vor allem

von höheren Alkoholen, Fettsäuren und deren Estern bestimmt wird, geht das Auftreten von Trübungen mit der Anwesenheit von Ätherischen Ölen, Wachsen und höheren Fettsäuren einher. Eine Vorhersage zur Nachlaufabtrennung kann mit der Bestimmung der Trübung nicht getroffen werden.

Trübung am N-Punkt, Verdünnung auf 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol mit und ohne Kühlung auf 4 °C

Die Abb. 58, 59, 60 und 61 zeigen das Trübungsverhalten der einzelnen Brände am N-Punkt. Zum besseren Vergleich wurden die einzelnen Verdünnungsstufen, sowie die Verdünnungsstufe nach der Kühlung direkt gegenüber gestellt.

Zwecks besserer Übersicht wurden die Diagramme sowohl nach Obstart, als auch nach Destillationsart getrennt.

Wie schon erwähnt, führte eine Verdünnung zu einer Erhöhung der Trübung. In Abb. 59 und 60 erkennt man, dass die Verdünnungsstufe auf 30 %vol stärkere Trübungen verursachte, als die Verdünnungen auf 35 %vol und 40 %vol. Dies hängt damit zusammen, dass Trübungsursachen wie Wachse, ätherische Öle und Fettsäuren aufgrund ihrer chemischen Struktur in hydrophoben Lösungen, wie Alkohol besser Lösungseigenschaften aufweisen, als in hydrophilen Medien, wie Wasser (MAITLAND, 1997).

Weiters war zu beachten, dass die Kühlung auf 4°C der einzelnen Verdünnungsstufen zu einer Erhöhung der Trübung führte. Die Kühlung führte zu einer Verschiebung des Reaktionsgleichgewichtes und somit zu einer Verschlechterung der Löslichkeit (MAITLAND, 1997).

Die intensivste Trübung wurde in den Versuchsreihen TFaa und TFbb (Verdünnung auf 30 %vol, bzw. 35 %vol mit anschließender Kühlung) erreicht.

Die Kühlung der verdünnten Proben setzte die Löslichkeiten der trübungsverursachenden Inhaltsstoffe herab, wodurch es zu stärkeren Trübungen kam. Besonders deutlich zu sehen war dieses Phänomen an den Bränden M17 (Abb. 60) und A3 (Abb. 58). Bei A3 schnellte in Fraktion 10 die Trübung durch Kühlung von 26 TE/F auf 103 TE/F an. Bei M17 kam es durch die Kühlung zu einer Steigerung von etwa 50% dieses Effektes. Dieser Verstärkereffekt variierte jedoch bei jeder Variante sehr stark. Bei den Marillenbränden war zu beobachten, dass die Trübung im Nachlauf

(Fraktion 7-10) wieder leicht abnahm. Das könnte auf ein Anreicherungsmaximum der Trübungsursachen am N-Punkt hindeuten.

ACHER (2007) konnte ebenfalls keine Korrelation zwischen der Trübung bei 35 %vol und dem N-Punkt finden.

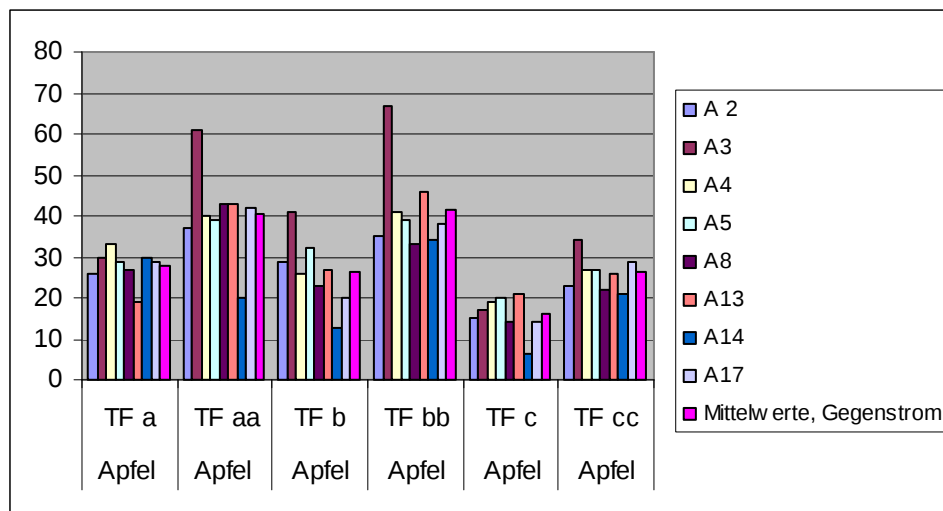


Abb. 58: Trübung am N-Punkt der Apfelbrände der Gegenstromvarianten.

TFa: Verdünnung auf 30 %vol

TFaa: Verdünnung auf 30 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFb: Verdünnung auf 35 %vol

TFbb: Verdünnung auf 35 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFc: Verdünnung auf 40 %vol

TFcc: Verdünnung auf 40 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

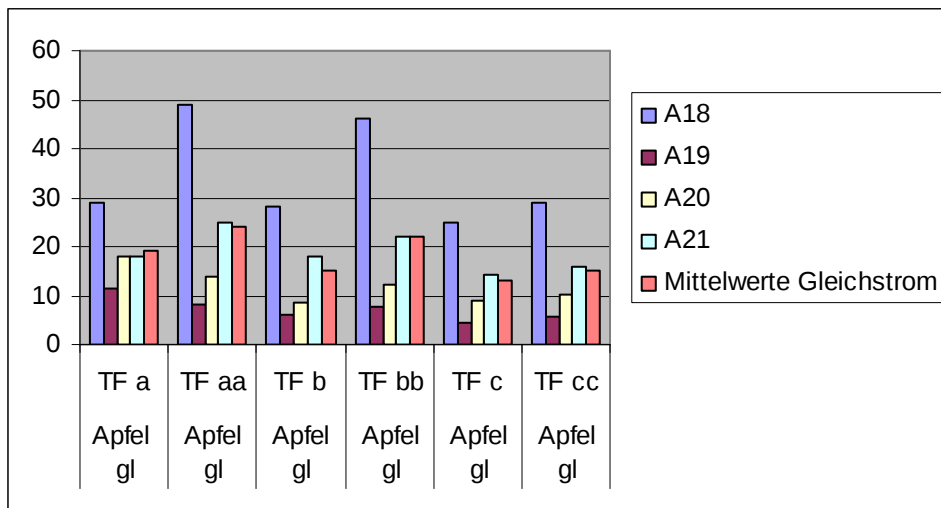


Abb. 59: Trübung am N-Punkt der Apfelbrände der Gleichstromvarianten.

TFa: Verdünnung auf 30 %vol

TFaa: Verdünnung auf 30 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFb: Verdünnung auf 35 %vol

TFbb: Verdünnung auf 35 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFc: Verdünnung auf 40 %vol

TFcc: Verdünnung auf 40 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

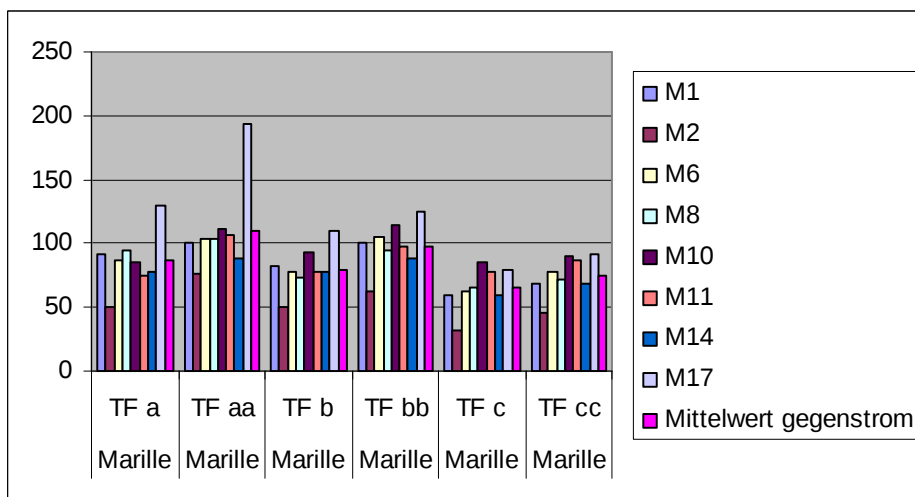


Abb. 60: Trübung am N-Punkt der Marillenbrände der Gegenstromvarianten.

TFa: Verdünnung auf 30 %vol

TFaa: Verdünnung auf 30 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFb: Verdünnung auf 35 %vol

TFbb: Verdünnung auf 35 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFc: Verdünnung auf 40 %vol

TFcc: Verdünnung auf 40 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

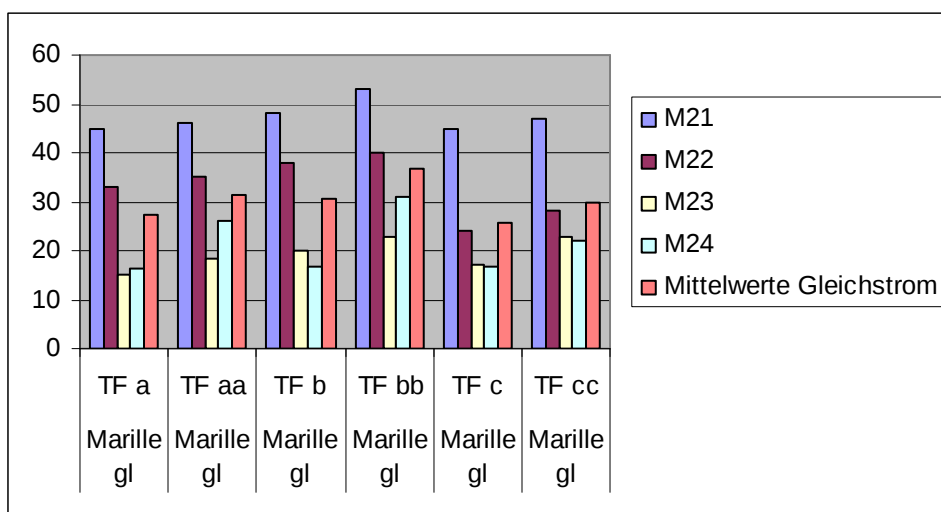


Abb. 61: Trübung am N-Punkt der Marillenbrände der Gleichstromvarianten.

TF a: Verdünnung auf 30 %vol

TFaa: Verdünnung auf 30 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFb: Verdünnung auf 35 %vol

TFbb: Verdünnung auf 35 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

TFc: Verdünnung auf 40 %vol

TFcc: Verdünnung auf 40 %vol und anschließende Kühlung auf 4 °C

Der Verlauf der Trübung entlang des N-Punktes zeigte generell einen Anstieg der Trübung zum N-Punkt hin. Im weiteren Nachlauf kam es aber zu einem Abfall der Trübung (Abb. 62, 63, 64 und 65).

Im Vergleich der Abb. 62 und 63 erkennt man, dass zum N-Punkt hin die Trübung aller Proben der Gegenstromreihe zunahm. Im weiteren Verlauf (ab Fraktion 6) unterschied sich jedoch das Trübungsverhalten der Marillendestillate von dem der Apfelbrände. Während die Trübung bei den Marillendestillaten im weitem Verlauf stark ab dem N-Punkt abfiel, trat dieser Abfall bei den Apfeldestillaten erst später und flacher auf. Bei Gleichstromdestillaten (Abb. 63 und 65) nahm jedoch die Trübung im Verlauf stetig zu.

Das Ansteigen vor und Absinken nach dem N-Punkt der Trübung bei den Gegenstromdestillaten (Abb. 62 und 64) beider Obstarten zeigte, dass es zu einer Anreicherung der trübungsverursachenden Inhaltsstoffe am N-Punkt kam. Da die Gegenstromdestillate (insbesondere die, die mit der kleinen Anlage gebrannt wurden)

ein kleineres Gesamtvolumen aufwiesen, als die Gleichstrombrände, war die relative Anreicherung bei den Gleichstromvarianten innerhalb der 10 analysierten Fraktionen nicht ersichtlich. Es müssten dafür weitere Nachlaufaktionen analysiert werden.

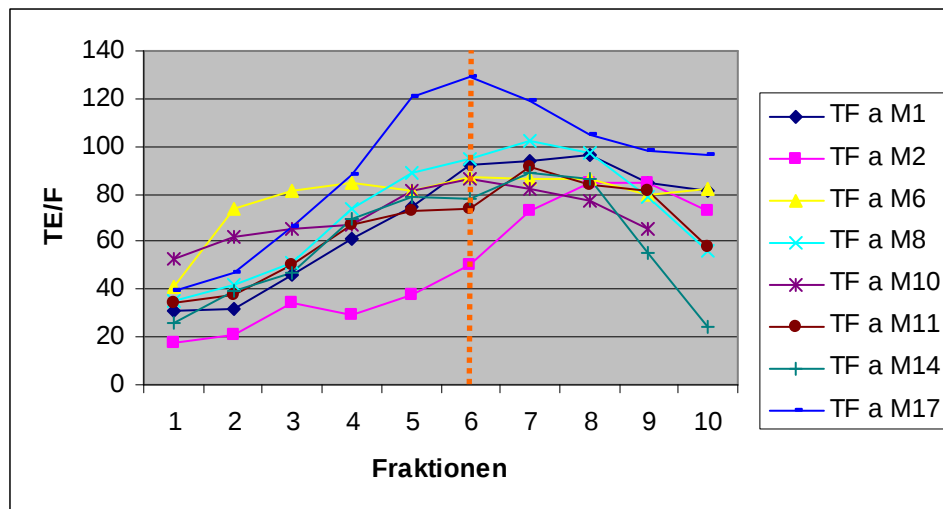


Abb. 62: Verlauf der Trübung I: TE/F bei Verdünnung auf 30 %vol der Marillendestillate, nur Gegenstromvarianten. Fraktion 6 stellt den N-Punkt dar (rote Linie).

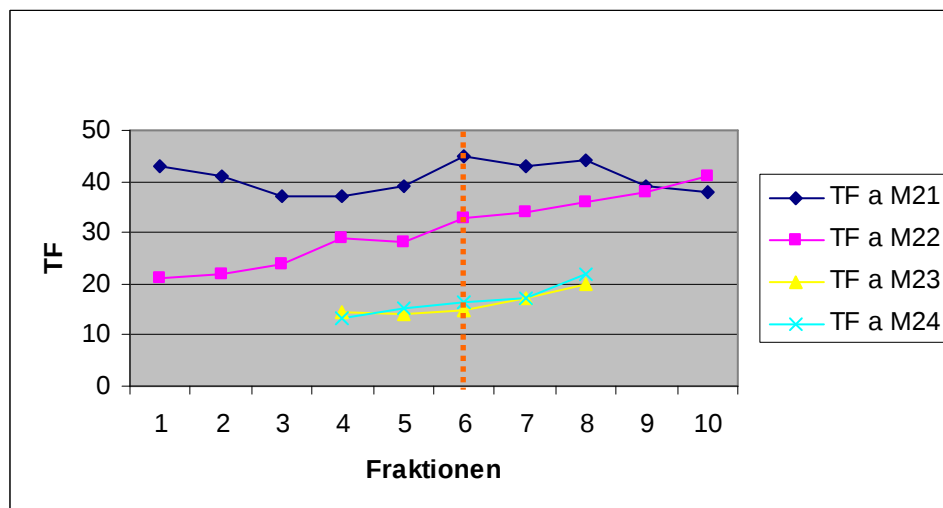


Abb. 63: Verlauf der Trübung II: TE/F bei Verdünnung auf 30%vol der Marillendestillate, nur Gleichstromvarianten. Fraktion 6 stellt den N-Punkt dar (rote Linie).

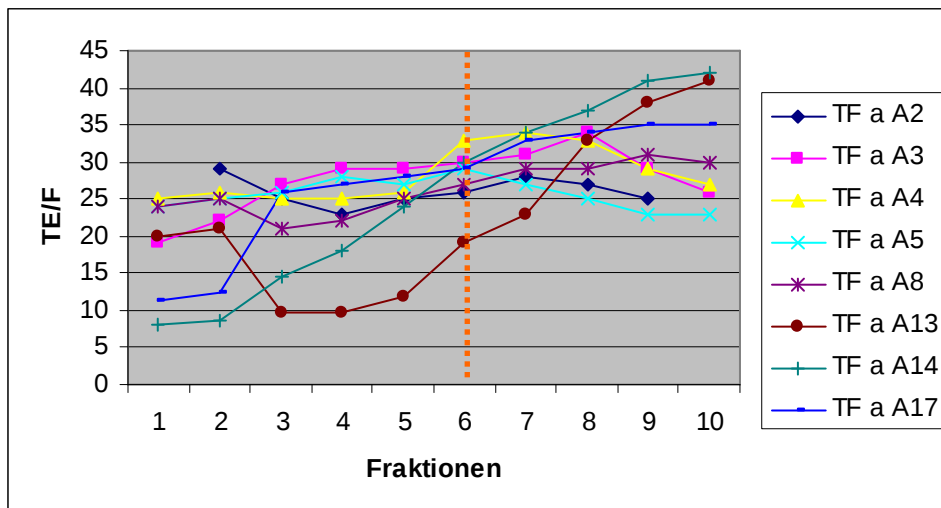


Abb. 64: Verlauf der Trübung III: TE/F bei Verdünnung auf 30%vol der Apfeldestillate, nur Gegenstromvarianten. Fraktion 6 stellt den N-Punkt dar (Rote Linie).

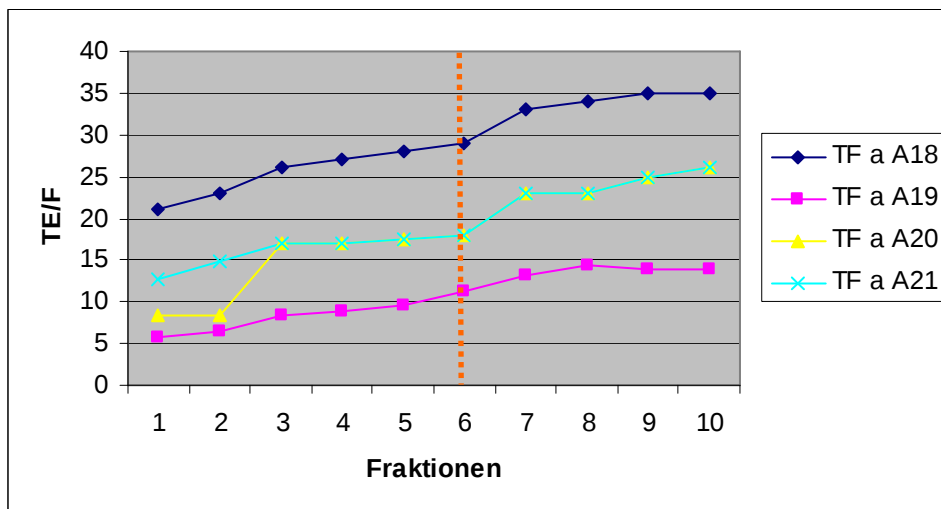


Abb. 64: Verlauf der Trübung IV: TE/F bei Verdünnung auf 30 %vol der Apfeldestillate, nur Gleichstromvarianten. Fraktion 6 stellt den N-Punkt dar (rote Linie).

Auch ACHTER (2007) beschrieb einen Anstieg und in weiterer Folge einen Abfall der Trübung (bei Verdünnung) entlang des N-Punktes bei Stein- und Kernobstdestillaten. Einen Zusammenhang zwischen Nachlaufabtrennung und Trübung konnte ACHTER (2007) nicht nachweisen.

6.2.6 Ergebnisse der Bestimmung der Geistrohrtemperatur

In der Praxis ist es auch üblich über die Geistrohrtemperatur Aussagen zum Verlauf der Destillation zu machen. So können geübte Brenner abschätzen, ob das Destillat sich dem Nachlauf nähert. Die Geistrohrtemperatur steht in engem Zusammenhang mit dem Alkoholgehalt in der Dampfphase. Je niedriger der Alkoholgehalt in der Dampfphase ist, desto höher ist die Geistrohrtemperatur (PIEPER et al., 1993).

Die Messung der Geistrohrtemperatur wurde mittels Temperaturfühler durchgeführt, die Teil der Destillationsanlage waren. Da die Wartung dieser Temperaturfühler am 20.09.2006 erfolgte, konnten Werte die vor diesem Zeitpunkt ermittelt wurden nur mit Vorbehalt diskutiert werden. Dies betraf die Gegenstromdestillate der Marillenbrände. Die Gleichstrombrände der Marillen, sowie alle Versuche mit den Äpfeln fanden nach den Wartungsarbeiten statt.

Die Gegenstrombrände der Äpfel (Abb. 66) erreichten eine durchschnittliche Geistrohrtemperatur von 84,3 °C, die der Gleichstrombrände im Mittel 87,4 °C zum Zeitpunkt der Nachlaufabtrennung.

Der Verlauf der Geistrohrtemperatur war unabhängig von der Temperatur der Maischegärung.

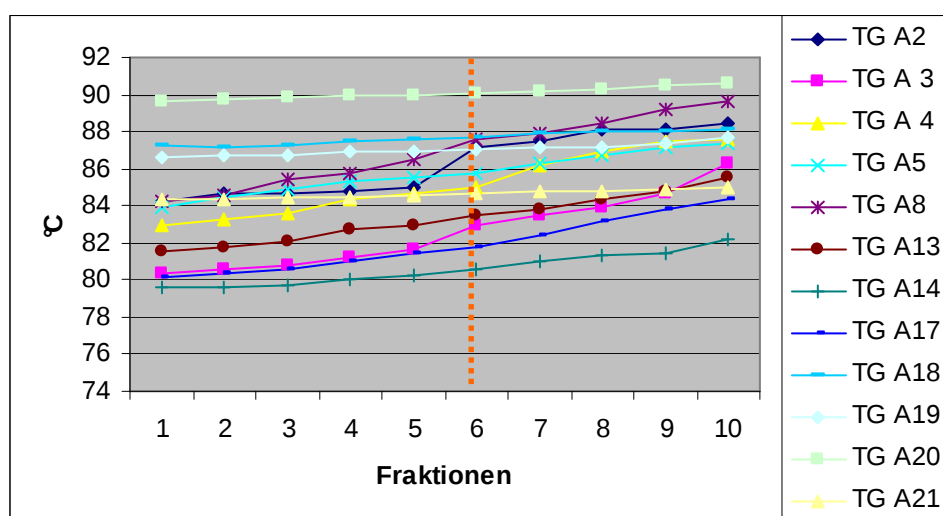


Abb. 66: Verlauf der Geistrohrtemperatur (TG) entlang des N-Punktes (rote Linie) der Apfeldestillate.

Bei allen Proben (Abb. 66 und 67) war zu erkennen, dass die Geistrohrtemperatur im Verlauf der Destillation stetig anstieg. Die Marillendestillate (Abb. 67) erreichten durchschnittlich am N-Punkt bei der Gegenstromvariante 90,1 °C und bei der Gleichstromvariante 88,6 °C.

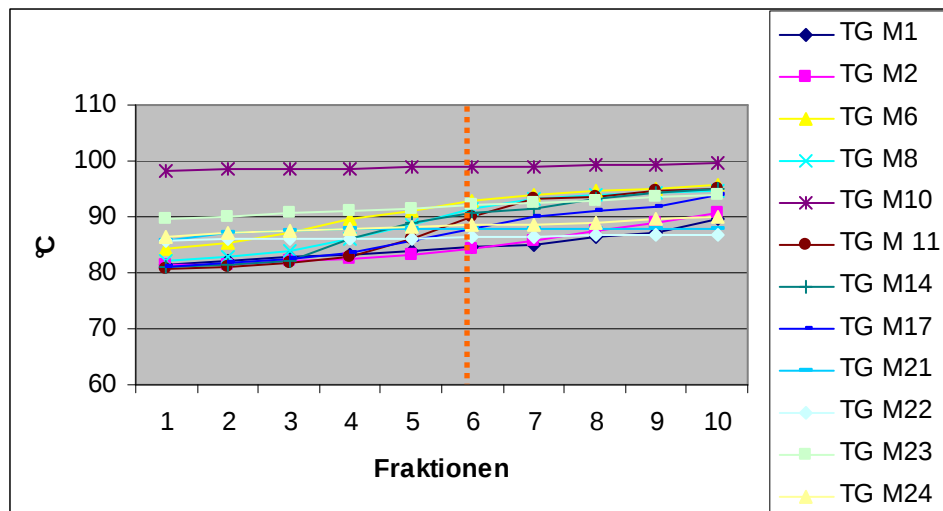


Abb. 67: Verlauf der Geistrohrtemperatur (TG) entlang des N-Punktes (rote Linie) der Marillendestillate.

6.2.7 Inhaltsstoffe der Destillate

Die gaschromatographische Analyse erfolgte bei der N-Punktfraktion (Fraktion 6), sowie bei den zwei Fraktionen unmittelbar vor (Fraktion 4 und Fraktion 5) und nach (Fraktion 7 und Fraktion 8) dem Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf.

Auf Grund der unterschiedlichen Dimensionierungen, wurden die durchschnittlichen Konzentrationen der untersuchten Inhaltsstoffe auf zwei Abb. (Abb. 68-74) dargestellt.

6.2.7.1 Inhaltsstoffe der Destillate allgemein

Folgende Inhaltsstoffe wurden im Nachlauf angereichert: 2-Phenylethanol, Butansäure, Isobutansäure, Hexansäure, Decansäure, Dodecansäure, Tetradecansäureethylester (leichter Anstieg bei Marille), Linolsäureethylester (Apfel), Linolensäureethylester (Apfel).

Ein sehr steiler Anstieg konnte bei den Konzentrationen an Essigsäure und Milchsäureethylester verzeichnet werden.

Wie schon GUAN (1997) beschrieb, war die Konzentration an 2-Phenylethanol am Umschlagpunkt bei Kernobstdestillaten höher als bei Steinobstdestillaten. Bei den hier analysierten Bränden konnte dies bestätigt werden. Am N-Punkt betrug die durchschnittliche Konzentration an 2-Phenylethanol 5,4 mg/100mL r.A. (sd = 0,9) bei den Marillenbränden und 5,2 mg/100mL r.A. (sd = 2,4) bei den Apfelbränden (Abb. 69). Bei fast allen anderen untersuchten Substanzen verhielt es sich genau umgekehrt (Abb. 68 und Abb. 69). Sie waren in Marillendestillaten in höheren Konzentrationen zu finden, als in Apfelbränden.

GUAN (1997) berichtete, dass die Konzentration der C2-C12 Fettsäuren und die Konzentration an 2-Phenylethanol von Mittellauf zu Nachlauf stetig stiegen. Im Gegensatz dazu nahm die Konzentration an den Ethylestern der höheren Monocarbonsäuren ab.

WOIDICH (1978) hat schon damals diesen aromatischen Alkohol in handelsüblichen Apfeldestillaten verschiedener Sorten identifiziert. Er stellte in einer gaschromatographisch-massenspektrometrischen Untersuchung an Apfelbränden fest,

dass Brände der Sorte Golden Delicious geringere 2-Phenylethanolgehalte aufwiesen, als Calvadossorten.

Folgende Inhaltsstoffe wurden direkt am N-Punkt angereichert (ihre Konzentration nahm vom Mittellauf kommend zu und sank nach dem N-Punkt wieder ab): Octansäureethylester (Apfel), Tetradecansäureethylester (Marille), Hexadecansäureethylester, Linolsäureethylester (Marille) und Linolensäureethylester (Marille).

Folgende Inhaltsstoffe hatten ihr Konzentrationsmaximum im Mittellauf (ihre Konzentration sank im Nachlauf ab): Propansäure, Octansäure, Octansäureethylester (Marille), Decansäureethylester und Dodecansäureethylester.

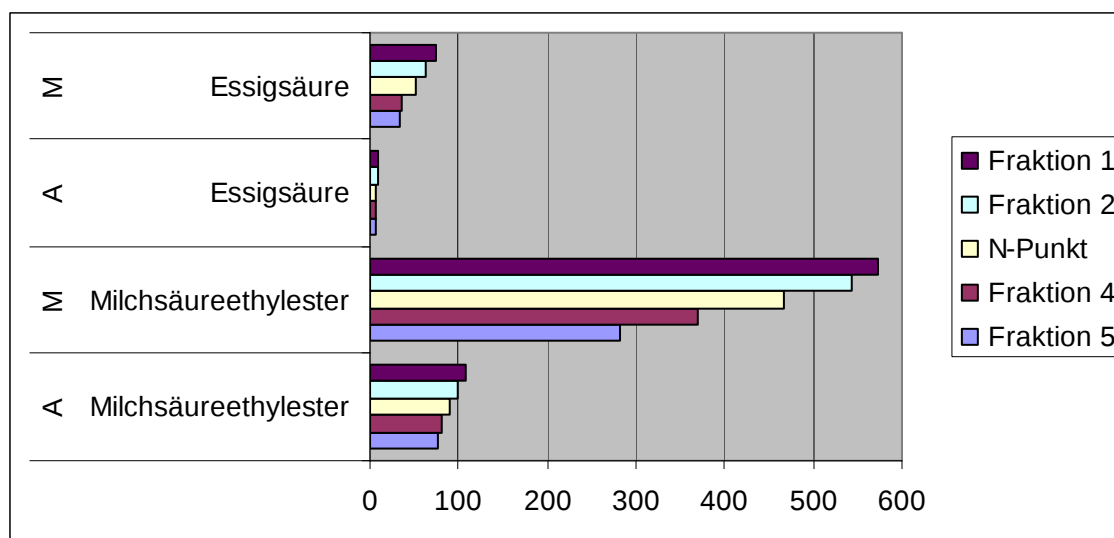


Abb. 68: Inhaltsstoffe I: Durchschnittliche Konzentration an Milchsäureethylester und Essigsäure von Marillendestillaten M und Apfeldestillaten A

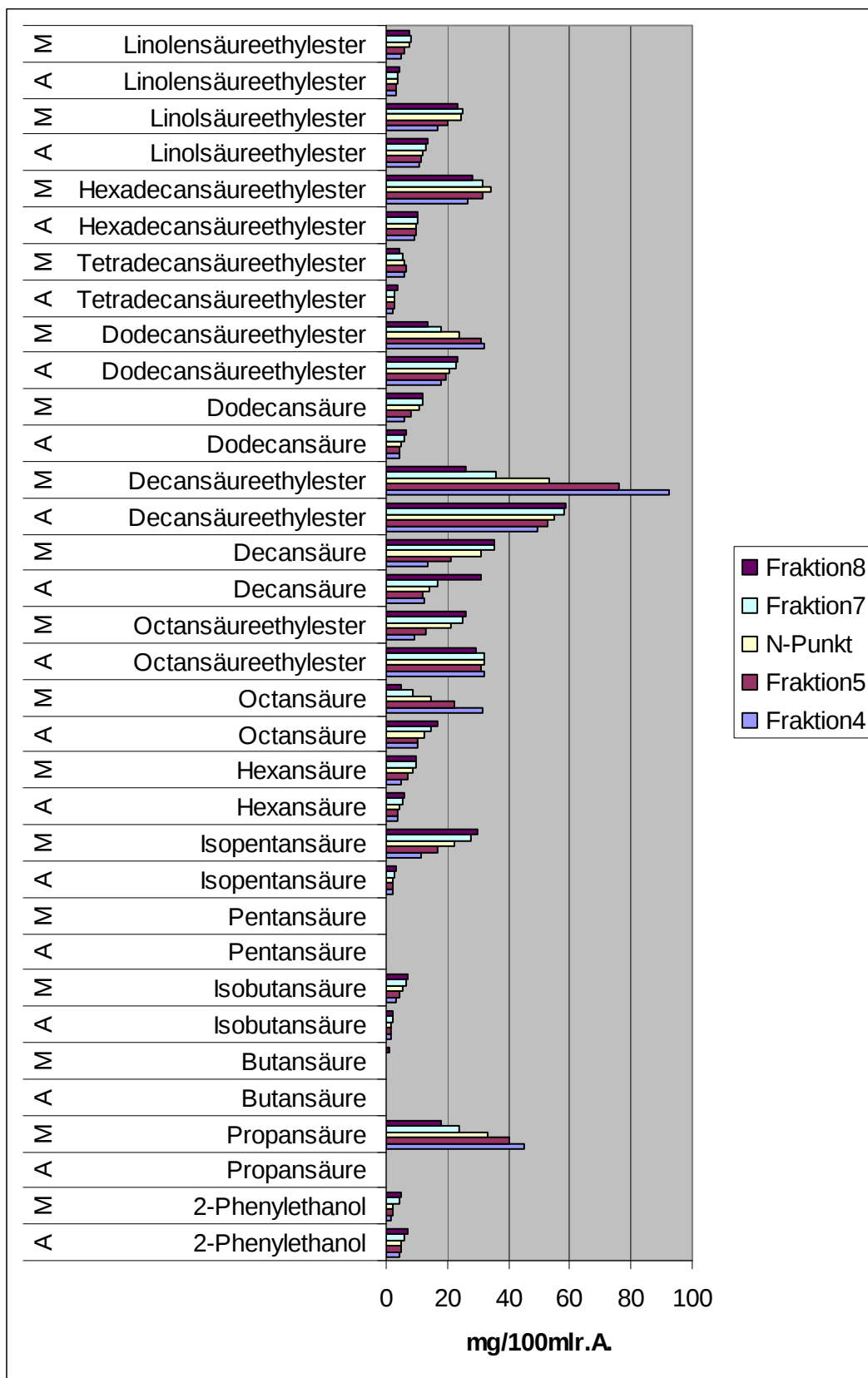


Abb. 69: Inhaltsstoffe II: Durchschnittliche Konzentrationen der Inhaltsstoffe von Marillendestillaten M und Apfeldestillaten A

6.2.7.2 Inhaltsstoffe der Gleichstromdestillate am N-Punkt

Es fiel bei den Gleichstromvarianten (Abb. 70 und 71) die hohe Konzentration an Milchsäureethylester bei beiden Obstarten auf. Bei den Gleichstromdestillaten beinhalteten die Marillenbrände wieder eine höhere Durchschnittskonzentration (317,8 mg/100mL r.A.) an Milchsäureethylester, als bei Apfeldestillaten (Abb. 71).

Auf Grund des hohen Siedepunktes von 118°C (BEYER und WALTER, 1984) war eine Anreicherung von Essigsäure im Nachlauf zu erwarten. Der durchschnittliche Gehalt dieser Monocarbonsäure lag am N-Punkt bei 56,0 mg/100mL r.A. (Marille) und bei 10,3 mg/100mL r.A. (Apfel) (Abb. 71). Der doch relativ große Konzentrationsunterschied zwischen Marillen- und Apfeldestillaten rührte vermutlich daher, dass die Marillenmaische bei höheren Temperaturen, als die Apfelmaische vergoren und gelagert wurde und es dadurch zu einer Infektion mit Essigsäurebakterien kommen konnte. Ein Indiz dafür war der Essigsäureanstieg im Verlauf der Lagerung. Die Brände M 1 und M 2, die die niedrigsten Essigsäuregehalte aufwiesen (M1 16,7 mg/100mL r.A. und M2 15,1 mg/100mL r.A.), wurden wenige Tage nach der Gärung destilliert. M 14 mit einer Ethansäurekonzentration von 108,4 mg/100mL r.A. wurde erst Wochen nach der Gärung gebrannt.

Wie bei den Destillationen mit Verstärkung (Kapitel 6.2.7.3), erkennt man auch bei den Gleichstrombränden einen Essigsäurekonzentrationsunterschied in den Obstarten. Bei den Marillen wurde ein Mittelwert von 30,5 mg/100mL r.A. bei den Äpfeln 1,9 mg/100mL r.A. ermittelt.

Die von GUAN (1997) veröffentlichten Daten zeigten ebenso einen obstartspezifischen Unterschied. Sie fand bei Apfeldestillaten am Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf Essigsäurekonzentration im Bereich zwischen 13,9 mg/100mL r.A. und 62,4 mg/100mL r.A.). Bei Steinobstdestillaten ermittelte sie am N-Punkt Essigsäuregehalte im Bereich von 16,1 mg/100mL r.A. (Pflaumendestillat) und 164 mg/100mL r.A. (Kirschendestillat), wobei generell die Essigsäurekonzentrationen in den von ihr untersuchten Steinobstdestillaten höher lagen, als bei den Kernobstbränden.

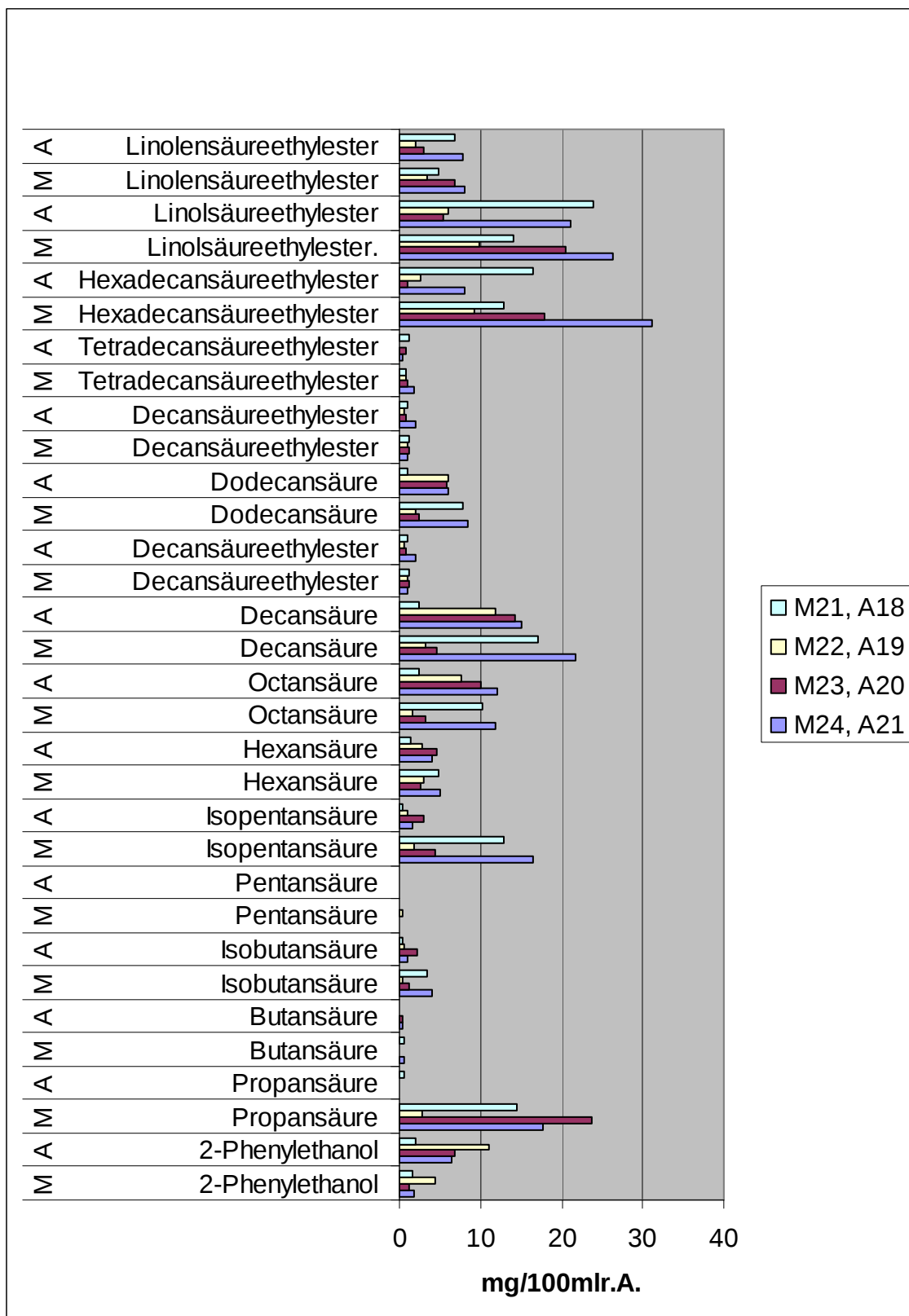


Abb. 70: Inhaltsstoffe III: Konzentration an Inhaltsstoffe am N-Punkt der Gleichstromdestillate von Marille M und Apfel A.

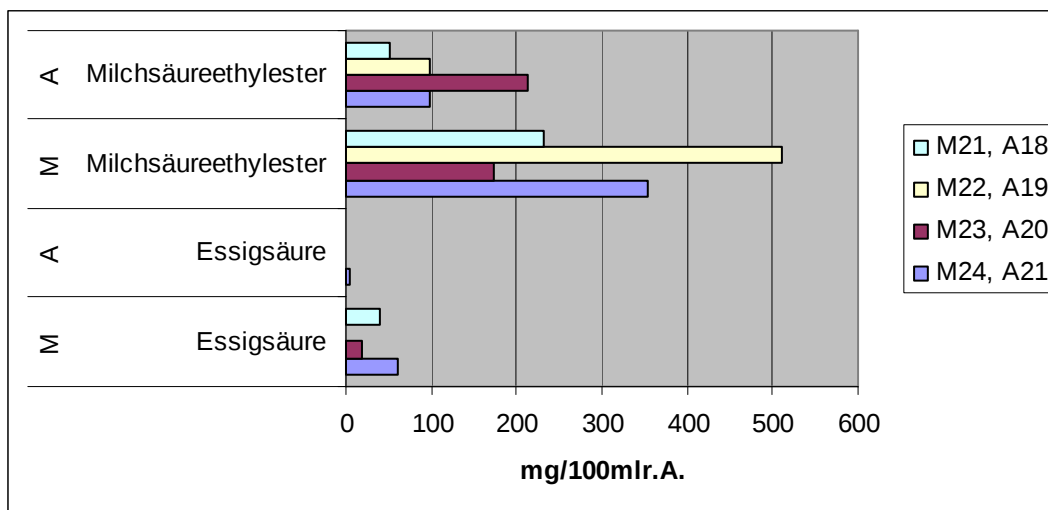


Abb. 71: Inhaltsstoffe IV: Konzentrationen an Milchsäureethylester und Essigsäure der Gleichstromdestillate Marille M und Apfel A

6.2.7.3 Inhaltsstoffe der Gegenstromdestillate am N-Punkt

Durchschnittlich enthielten die Marillendestillate am N-Punkt 493,3 mg/100mL r.A. Milchsäureethylester (sd = 200) bei der Destillation mit Verstärkung. Im Vergleich dazu wurden bei den Apfelfestillaten unter diesen Destillationsbedingungen nur 76,0 mg/100mL r.A.(sd = 30,6) durchschnittlich am N-Punkt nachgewiesen. Die Essigsäuregehalte lagen im Mittel bei 54,5 mg/100mL r.A. (sd = 29,8) bei Marillenbränden, und im Mittel bei 12,1 mg/100mL r.A. (sd = 4,4) bei Apfelbränden (Abb.72).

Propansäure konnte am N-Punkt der Gegenstromdestillationen bei Marillendestillaten mit einem Durchschnittswert von 40,5 mg/100mL r.A. (sd = 10,9) nachgewiesen werden. Im Vergleich dazu betrug die durchschnittliche Konzentration an Propansäure bei Apfelbränden 0,5 mg/100mlr.A. (sd = 0,2) (Abb. 73).

Die Konzentrationen von Butan-, Isobutan-, Pentan- und Isopentansäure lagen bei beiden Obstarten im Bereich von 1-10 mg/100mL r.A. am N-Punkt (Abb. 73). Auch GUAN (1997) konnte keinen artspezifischen Unterschied an den Konzentrationen von Ethan-, Butan- und Pentansäure am Umschlagpunkt feststellen. Zu berücksichtigen ist die natürliche Schwankung an Inhaltsstoffen in einer Obstart, abhängig von Sorte, Standort, Reifegrad und Jahrgang (GÖLLES, 1998).

Die Isobutansäurekonzentration (der Gegenstromdestillate) am N-Punkt lag im Durchschnitt bei 6,7 mg/100mL r.A. (sd = 1,6) bei Marillendestillaten, bzw. bei 2,0 mg/100mL r.A. (sd = 0,8) bei den analysierten Apfelbränden.

Auch bei der Untersuchung, die GUAN (1997) durchführte traten am Umschlagpunkt zwischen Mittel- und Nachlauf verschiedener Obstdestillaten ähnlich niedrige Konzentrationen an Butansäure und Pentansäure auf. Die durchschnittliche Butansäurekonzentration (der Gegenstromdestillate) betrug bei den analysierten Bergeronbränden 4,7 mg /100mL r.A (sd = 0,2), bei den Apfelfdestillaten 0,1 mg/100mL r.A. (sd = 0,1). Pentansäure konnte nur in Marillendestillaten (mit einem mittlerem Gehalt von 0,3 mg/100mL r.A. sd = 0,3) nachgewiesen werden. Diese zwei kurzkettigen Fettsäuren zeichnen sich durch ihren unangenehmen Geruch aus, der aber verglichen mit den ermittelten Konzentrationen am N-Punkt unterhalb des Geruchsschwellenwertes lagen. Dadurch konnte angenommen werden, dass diese Carbonsäuren keinen Einfluss auf das Nachlaufaroma hatten.

Zu beachten war, dass die Konzentration an kurzkettigen Fettsäuren am N-Punkt bei Gegenstromdestillaten höher lag, als bei Gleichstromdestillaten.

GUAN (1997) kam zu dem Schluss, dass Kernobstbrände am N-Punkt höhere Konzentrationen an C6-C12 Fettsäuren aufwiesen, als Steinobstbrände. Der Gehalt an Hexansäure lag im Mittel bei den Apfelfdestillaten höher, als bei den Marillendestillaten, so wie GUAN (1997) beschrieb. Jedoch lag die Konzentration an Octansäure, wie die der Decan- und Dodecansäure (Abb. 73) am N-Punkt bei den Marillendestillaten höher, als bei Apfelbränden.

Die Octansäureethylesterkonzentration (Abb. 74) war am N-Punkt bei den Kernobstdestillaten deutlich höher.

Hexansäure wurde mit einem Durchschnittswert von 10,9 mg/100mL r.A. (sd = 2,6) am N-Punkt der Marillenbrände (Gegenstromdestillation) detektiert, bei den Apfelbränden wurde ein Mittelwert von 5,2 mg/100mL r.A. (sd = 1,9) ermittelt. GUAN (1997) gab den durchschnittlichen Hexansäuregehalt am Umschlagpunkt eines Obstdestillates mit 1,2 mg/100mL r.A. an.

Sowohl bei Decansäure, als auch bei Dodecansäureethylester wurden bei den Steinobstdestillaten höhere Gehalte am N-Punkt ermittelt als bei den Kernobstbränden (Abb.74).

Relativ hohe Gehalte an Decansäureethylester wurden bei beiden Obstarten nachgewiesen. Die Marillendestillate hatten am N-Punkt eine durchschnittliche Konzentration von 38,0 mg/100mL r.A. (sd = 11,5) die Apfelfdestillate 82,0 mg/100mL r.A. (sd = 40,4). Stark variierten die Werte an Decansäureethylester im Vergleich der Destillationsart. Bei beiden Obstarten kam es zu einer Anreicherung an Decansäureethylester am N-Punkt bei der Destillation mit Verstärkung. Gleichstrombrände wiesen geringere Konzentrationen am N-Punkt auf.

Auffallend war der niedrige Gehalt an Dodecansäureethylester, Octansäureethylester, Tetradecansäureethylester und Decansäureethylester bei den Destillationen ohne Verstärkung im Vergleich zur Destillation mit Verstärkereinrichtungen (Abb.74). So betrug zum Beispiel die Konzentration an Dodecansäureethylester in der Gleichstromvariante der Marillenbrände im Mittel 0,6 mg/100mL r.A. (sd = 0,2) und in der Gegenstromvariante im Mittel 36,6 mg/100mL r.A. (sd = 24,9). Am extremsten war die Konzentrationserniedrigung bei dem durchschnittlichen Gehalt an Octansäureethylester. Hier war der mittlere Gehalt in der Gegenstromvariante der Apfelbrände 120mal höher.

Auch abweichend, aber in geringerem Ausmaß, waren die ermittelten Gehalte an Tetradecansäureethylester. Die Marillendestillate enthielten am N-Punkt durchschnittlich 1,1 mg/100mL r.A. (sd = 0,5) bei der Destillation ohne, und 8,7 mg/100mL r.A. (sd = 3,8) bei der Destillation mit Verstärkung. Bei den Apfelbränden lagen die Durchschnittskonzentration bei 0,6 mg/100mL r.A. (sd= 0,3) (Gleichstrom) und 3,5 mg/100mL r.A.(sd = 0,9)(Gegenstrom).

Die ermittelten Durchschnittskonzentrationen lagen für Decansäure bei 38,0 mg/100mL r.A. (Marille sd = 11,5) und 15,5 mg/100mL r.A. (Apfel sd = 6,2). Im Vergleich gab GUAN (1997) folgende Mittelwerte für Tetradecansäureethylester 1,3 mg/100mL r.A. (Apfel) und 0,8 mg/100mL r.A. (Steinobst) und für Decansäure 4,6 mg/100mL r.A. (Apfel) und 3,2 mg/100mL r.A. (Steinobst) an.

Bei den Marillendestillaten war die Konzentration an Hexadecansäureethylester (Abb. 74) am N-Punkt bei den Gegenstromdestillaten doppelt so hoch, wie bei den Gleichstromdestillaten (Gegenstromvariante im Mittel 38,7 mg/100mL r.A sd = 9,7,

Gleichstromvariante im Mittel 17,6 mg/100mL r.A. sd = 9,8). Im Fall der Apfelbrände war die durchschnittliche Konzentration an Hexadecansäureethylester am N-Punkt bei den Destillaten mit Verstärkung ebenso höher als bei der Destillation ohne Verstärkung (Gegenstromdestillation durchschnittlich 11,0 mg/100mL r.A. sd = 4,6, Gleichstromdestillation im Mittel 9,8 mg/100mL r.A. sd = 9,5). GUAN (1997) gab einen mittleren Gehalt an Hexadecansäureethylester von 2,5 mg/100mL r.A. für Apfeldestillate und 4,5 mg/100mL r.A. für Steinobstdestillate am N-Punkt an.

Die Linolsäureethylesterkonzentration (Abb. 74) lag im Mittel bei 21,2 mg/100mL r.A. (Marille sd = 7,9) und bei 11,3 mg/100mL r.A. (Apfel sd = 3,9). Im Vergleich dazu ermittelte GUAN (1997) einen durchschnittlichen Linolsäureethylestergehalt von 2,8 mg/100mL r.A. bei Apfeldestillaten und 1,9 mg/100mL r.A. bei Steinobstdestillaten.

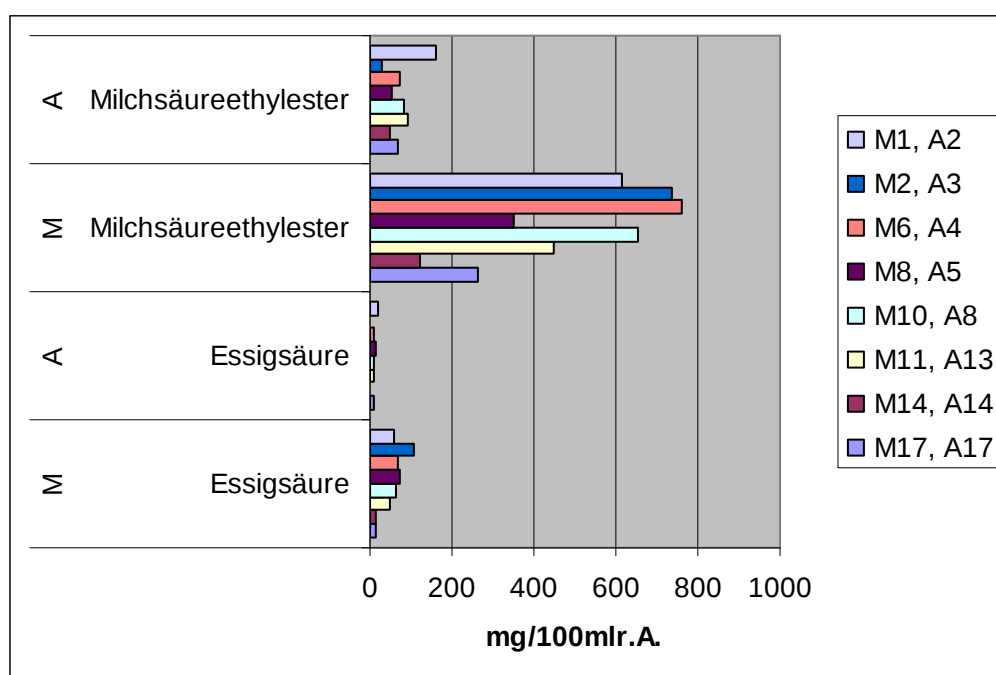


Abb. 72: Inhaltsstoffe V: Konzentrationen an Milchsäureethylester und Essigsäure am N-Punkt der Gegenstromdestillate Marille M und Apfel A

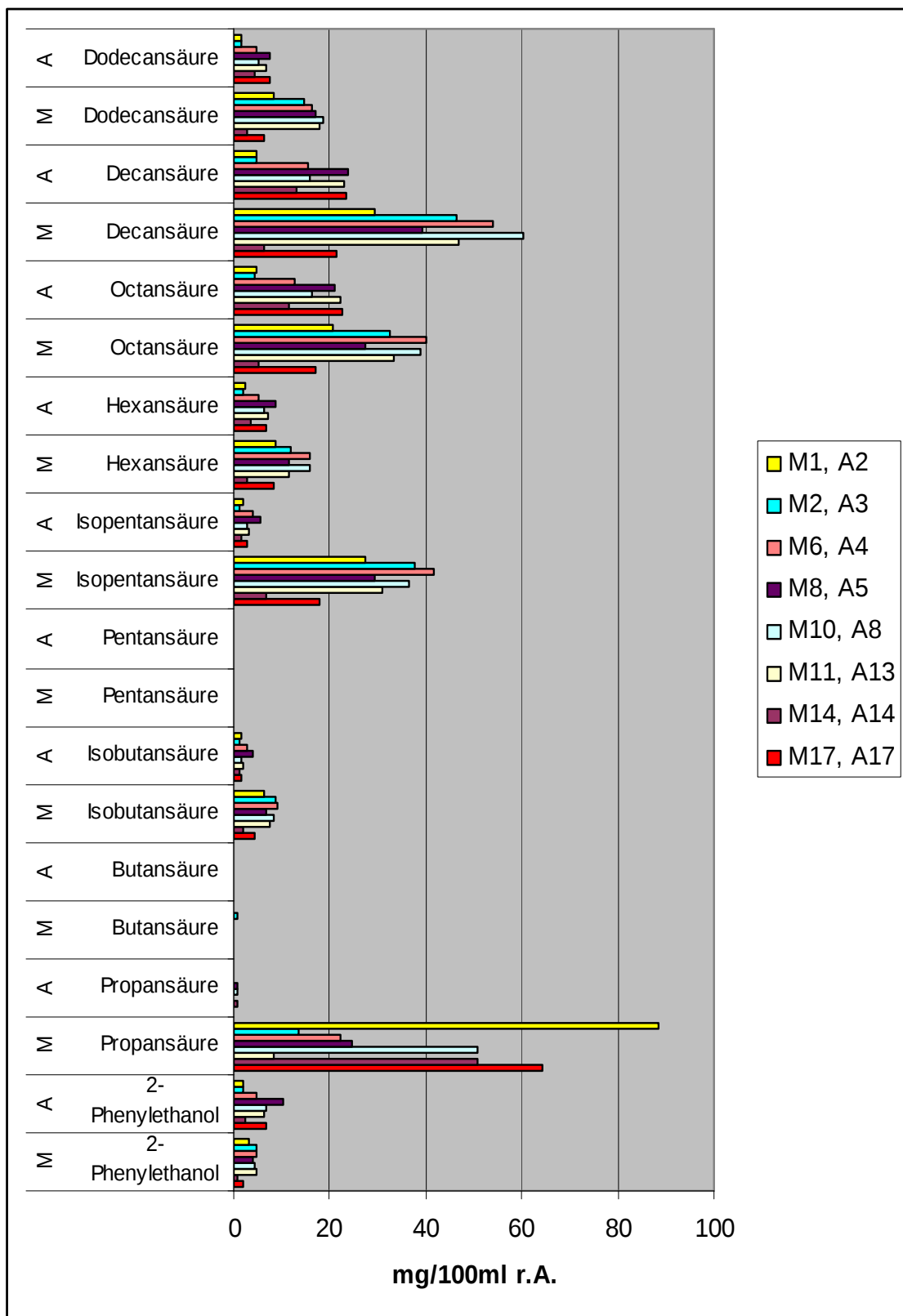
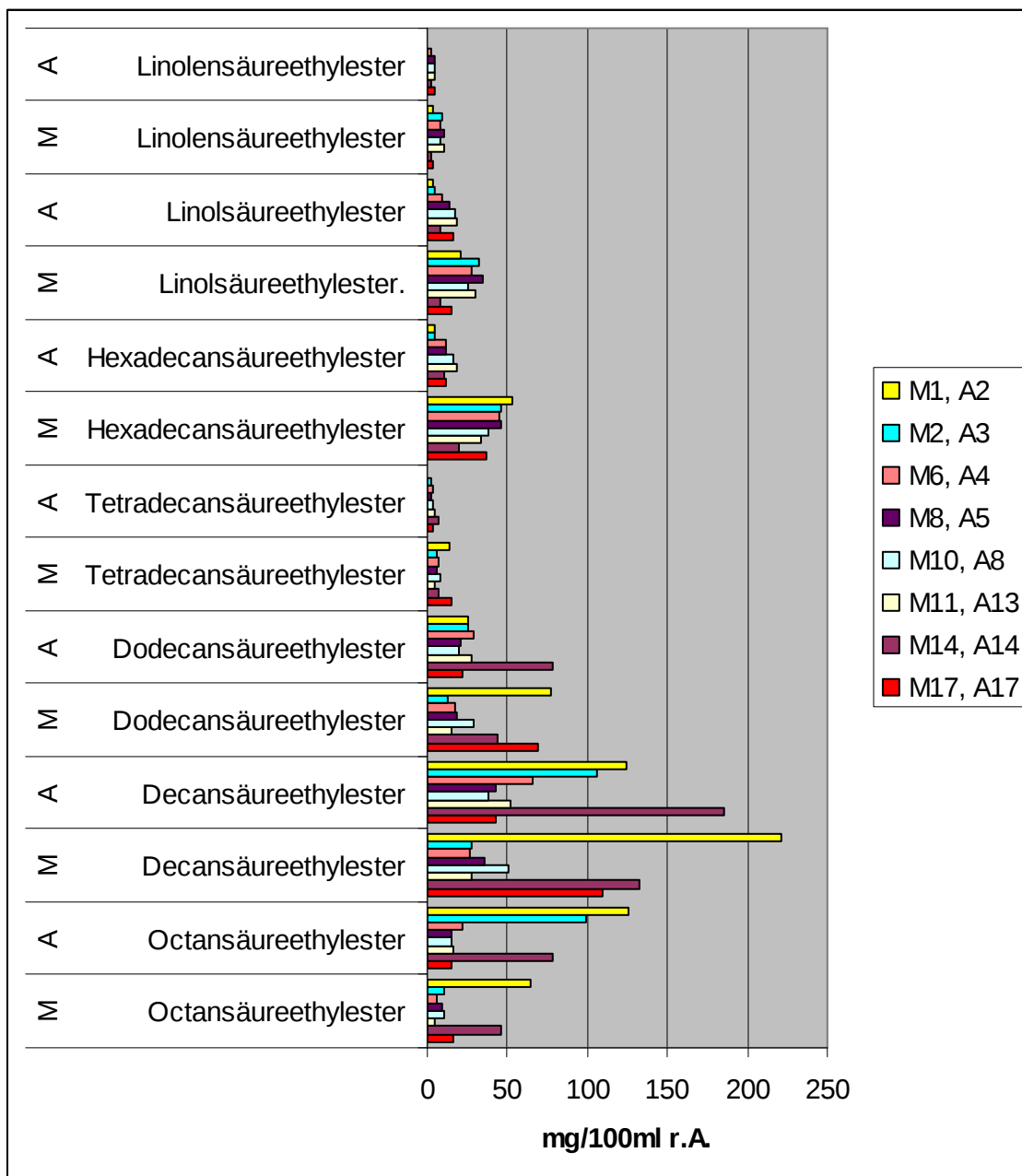


Abb. 73: Inhaltsstoffe VI: Konzentrationen der Monocarbonsäuren (mit Ausnahme von Essigsäure) und 2-Phenylethanol am N-Punkt der Gegenstromdestillate Marille M und Apfel A



. Abb. 74: Inhaltsstoffe VII: Konzentrationen der Ethylsäureester (mit Ausnahme von Milchsäureethylester) am N-Punkt der Gegenstromdestillate Marille M und Apfel A

6.3 Signifikante Effekte bei Stein- und Kernobstdestillaten

In den Tab. 16 und 17 werden die bestimmten Effekte der Apfeldestillate (Tab. 16) und der Marillendestillate (Tab. 17) dargestellt.

In Tab. 16 gibt die Spalte „Total“ den Mittelwert des jeweiligen Parameters an. Effekt A gibt den Effekt der Gärtemperatur auf den jeweiligen Parameter an, Effekt B zeigt den jeweiligen Effekt der Destillationsgeschwindigkeit und Effekt AB ist die Wechselwirkung der Parameter A und B. Die türkis unterlegten Felder geben an, bei welchem Parameter die Gärtemperatur einen signifikanten Effekt auf das Produkt hat. Die orange Füllung weist auf den Parameter, bei dem die Destillationsgeschwindigkeit einen signifikanten Einfluss hat. Das Zeichen „*“ gibt an, dass der Effekt auf 95%igem Niveau signifikant ist.

In Tab. 17 gibt die Spalte „Total“ den Mittelwert des jeweiligen Parameters an. Effekt A gibt den Effekt der Anlagengröße auf den jeweiligen Parameter an, Effekt B zeigt den jeweiligen Effekt der Destillationsgeschwindigkeit und Effekt AB ist die Wechselwirkung der Parameter A und B. Die türkis unterlegten Felder geben an, bei welchem Parameter die Anlagengröße einen signifikanten Effekt auf das Produkt hat. Die orange Füllung weist auf den Parameter, bei dem die Destillationsgeschwindigkeit einen signifikanten Einfluss hat. Die rosa Markierung bezieht sich auf die Wechselwirkung der Effekte A und B mit einem signifikanten Einfluss auf den jeweiligen Parameter. „*“ bedeutet der Effekt ist auf 95%igem „**“ auf 99%igem Niveau signifikant.

6.3.1 Signifikanten Effekte bei Apfeldestillaten

In diesem Kapitel wird diskutiert, welchen signifikanten Einfluss die Gärtemperatur und/oder die Destillationsgeschwindigkeit auf die untersuchten Parameter am N-Punkt der Apfelbrände der Gegenstromreihe hatten.

In Tab. 16 ist zu erkennen, dass die Destillationsgeschwindigkeit einen signifikanten (95%) Einfluss auf den Gehalt an Essigsäure am N-Punkt aufwies. Bei einer schnellen Destillation stieg der Gehalt an Essigsäure am N-Punkt an.

Bei der Gärung bei Raumtemperatur wurde tendenziell weniger Essigsäure am N-Punkt nachgewiesen, als bei der gekühlten Gärung. Möglich wäre, dass der Effekt, der eigentlich bei der ungekühlten Maische verhindert werden sollte, bei der gekühlten Maische aufgetreten ist, nämlich eine durch Essigsäurebakterien verursachte Essigsäureproduktion als Folge der längeren Maischestandzeit.

Tetraethylsäureester wurde signifikant (95%) durch die Gärung bei Raumtemperatur begünstigt. Bei den analysierten Destillaten lag die Tetradecansäureethylesterkonzentration am N-Punkt bei den warm vergorenen Maischen höher (Effekt 2,9).

Mikroorganismen, wie die Hefen passen ihren Stoffwechsel den äußeren Bedingungen an. So kann auch eine Änderung der Gärtemperatur Einfluss auf die gebildeten Stoffwechselprodukte nehmen (WÜRDIG und WOLLER, 1989). Auch JUNG (2003) berichtete, dass die Gärtemperatur Einfluss auf das Endprodukt nahm. Er beschrieb, dass es bei Gärungen von über 20°C zu Aromaverlusten im Destillat kam.

6.3.2 Signifikante Effekte bei Marillendestillaten

In diesem Kapitel werden die signifikanten Effekte der Anlagengröße, der Destillationsgeschwindigkeit, sowie deren Wechselwirkung auf die Marillenbrände der Gegenstromreihe erörtert (Tab. 17).

Am N-Punkt wiesen die Marillenbrände, die mit der großen Anlage erzeugt wurden, einen signifikant (95%) niedrigeren Gehalt an titrierbarer Säure auf. Im Durchschnitt aller Gegenstromdestillate wurden am N-Punkt 105,8 mg/ L r.A. (sd = 29,6) an titrierbarer Säure berechnet als Essigsäure ermittelt. Betrachtet man jedoch nur die Brände der großen Anlage, so ergab sich eine signifikant niedrigere (Effekt -89,4) Konzentration an titrierbarer Säure am N-Punkt. Der signifikant niedrige Gehalt war die Folge der höheren Verstärkungskapazität der großen Destillationsanlage. Es kam in der großen Anlage zu mehr Kondensationsreaktionen, als in der kleinen. Dadurch wurden die schwerer flüchtigen Inhaltsstoffe länger zurückgehalten, während die leichter flüchtigen Substanzen früher retentiert wurden. Es kam somit zu einer schärferen Abtrennung der einzelnen Fraktionen, also zu einer Verschiebung der Säuren in den Nachlaufbereich.

Weiters nahm die Anlagengröße signifikant Einfluss auf die Propansäurekonzentration am N-Punkt der Marillendestillate.

Die Propansäurekonzentration war am N-Punkt, der mit der großen Anlage erzeugten Destillate signifikant (95%) erhöht. Es handelt sich hierbei um eine kurzkettige organische Säure mit einem Siedepunkt von 141 °C (BAYER et al.; 1984). Im Verlauf des Nachlaufes nahm die Konzentration zu. Es war anzunehmen, dass auch in diesem Fall der höhere Verstärkungsgrad (siehe oben) für die Anreicherung direkt am N-Punkt verantwortlich war.

Aber auch auf die Pentansäurekonzentration am N-Punkt der Marillendestillate hatte die Anlagengröße einen signifikanten Einfluss.

Im Gegensatz zu den Apfelbränden, konnte Pentansäure bei den Marillendestillaten am N-Punkt nachgewiesen werden. Der mittlere Gehalt an Pentansäure betrug bei den Marillenbränden 0,3 mg/100L r.A. (sd = 0,1) am N-Punkt. Der Pentansäuregehalt war am N-Punkt bei den Bränden, die mit der großen Anlage erzeugt wurden, jedoch

signifikant (95%) niedriger. Pentansäure reicherte sich im Mittellauf an. Deshalb war bei einer besseren Trennung – wie es bei der großen Anlage der Fall war – die Pentansäure hauptsächlich im Mittellauf zu finden.

Sowohl die Größe der Brennerei, die Destillationsgeschwindigkeit, als auch die Wechselwirkung beider Parameter hatten einen signifikant (95%) Einfluss auf die Octansäureethylesterkonzentration am N-Punkt der untersuchten Marillendestillate. Der Einfluss der Anlagengröße war hoch signifikant (99%).

Wurde das Destillat mit der großen anstatt der kleinen Anlage erzeugt, so bedeutete dies eine Zunahme an Octansäureethylester am N-Punkt. Ebenso kam es zu einer vermehrten Anreicherung bei einer Erhöhung der Destillationsgeschwindigkeit. Besonders hohe Gehalte an Octansäureethylester fand man am N-Punkt bei Destillaten der großen Anlage, die mit hoher Destillationsgeschwindigkeit gebrannt wurden. Der Effekt war zwar auch bei der kleinen Anlage erkennbar, aber nicht in dieser Deutlichkeit.

Der Einfluss der Destillationsgeschwindigkeit war bei der Destillation mit der kleinen Brennvorrichtung nicht so stark ausgeprägt. Der Einfluss der Destillationsgeschwindigkeit gewann an Bedeutung mit der Zunahme der Dauer der Brennphase.

Weiters war zu beachten, dass die Konzentration an Octansäureethylester im Verlauf der Destillation abnahm. Durch die langsame Destillation kam es zu einer besonders scharfen Trennung der Inhaltsstoffe eines Destillates. Dies führte zu Konzentrationsspitzen, also zu schmalen und hohen Peaks einer Substanz. Im Gegensatz dazu waren die Peaks bei einer schnellen Destillation flach und breit. Sie breiteten sich also weiter aus. Dieses Phänomen war die Ursache für das erhöhte Auftreten von Octansäureethylester am N-Punkt bei den schneller destillierten Varianten, unabhängig von der Größe der Anlage, mit der sie gebrannt wurden.

Weiters hatte die Anlagengröße signifikanten Einfluss auf die Konzentration von Linolsäureethylester und Linolensäureethylester am N-Punkt bei Marillenbränden. Der Gehalt beider Ethylester war am N-Punkt der Destillate, die mit der großen Anlage erzeugt wurden signifikant (95%) höher, als bei den Bränden der kleinen Brennerei. Ursache dafür war der wie oben erörterte Effekt der höheren Verstärkung durch die größere Oberfläche der großen Anlage.

Tab. 16: Bestimmung der Effekte der Apfeldestillate.

	Total	Effekt A	Effekt B	Effekt AB
TG	84,313	1,857	2,575	-0,075
%vol	78,8	-3,7	-4	-0,6
pH	5,6	-0,2	0,1	-0,2
TA	28,725	-8,62	8,87	3,82
TF	4,2	0,8	0,9	-0,3
Tfa	30,375	8,25	-2,25	-8,75
TFb	26,2	11,1	-0,9	-2,6
TFc	15,9	3,9	0	-0,5
TF aa	40,375	6,75	-1,25	-12,25
TFbb	41,5	7,5	-11	-6,5
TFcc	26	3	-2	-4
2-Phenylethanol	5,172	0,798	2,566	-0,243
Essigsäure	10,4	-2,2	*6,8	-2,9
Propansäure	0,5	0	0	-0,1
Milchsäureethylester	76,043	-7,963	31,303	-26,357
Butansäure	0	0,1	0,1	0,1
Isobutansäure	2	-0,8	0,5	-0,3
Pentansäure	0	0	0	0
Isopentansäure	2,9	-0,6	0,8	-0,2
Hexansäure	5,18	1,322	1,594	-0,342
Octansäure	14,397	7,63	3,363	-0,988
Octansäureethylester	48,1	-33,8	-11,4	-21
Decansäure	15,5	6,8	2,8	-1,3
Decansäureethylester	82	-5,4	-40,3	-37,6
Dodecansäure	4,5	1,3	0,2	-0,9
Dodecansäureethylester	31,036	11,425	-17,902	-13,639
Tetradecansäureethylester	3,5	*2,9	-1,7	-0,7
Hexadecansäureethylester	11,134	5,78	-0,418	-0,369
Linolsäureethylester	11,3	7,4	3,2	1
Linolensäureethylester	3,2	2	1,2	0,3

Tab. 17: Bestimmung der Effekte der Marillendestillate

	Total	Effekt A	Effekt B	Effekt AB
Geistrohrtemperatur	89,6	-2,65	-0,25	0,9
Alkoholkonzentration %vol	69,6	10	2,5	3,7
pH-Wert	5	0,8	0,1	0,2
Titrierbare Säure	105,823	-89,385*	32,965	-55,365
Trübung TF	6	0	-0,4	-0,2
TF bei 30%vol	86,375	10,25	-1,25	-2,75
TF bei 35%vol	80	-3	5	-3
TF bei 40%vol	65,4	-12,3	-1,8	-4,8
TF bei 30%vol, 4°C	110,25	16	14,5	19
TF bei 35%vol, 4°C	98,3	-6	-1,5	-2
TF bei 40%vol, 4°C	73,6	-14,8	-5,3	-2,3
2-Phenylethanol	5,41	1,09	0,13	0,28
Essigsäure	5,41	1,09	0,13	0,28
Propansäure	40,5	46,5*	7,9	4,1
Milchsäureethylester	493,3	-158,5	76,4	-12,2
Butansäure	4,7	0,2	-0,1	0,3
Isobutansäure	6,7	-2,8	-1,4	-0,8
Pentansäure	0,3	-0,3*	-0,1	-0,1
Isopentansäure	4,7	0,2	-0,1	0,3
Hexansäure	10,89	-3,698	-4,222	-2,072
Octansäure	26,8	-12,9	-10,9	-4,2
Octansäureethylester	21,029	26,435**	23,255**	19,058*
Decansäure	38	-17,2	-15,3	-7,7
Decansäureethylester	5,41	1,09	0,13	0,28
Dodecansäure	4,7	0,2	-0,1	0,3
Dodecansäureethylester	29,3	27,3	-6,4	-6,1
Tetradecansäureethylester	8,493	5,337	-0,614	-0,482
Hexadecansäureethylester	39,8	-5,6	2,8	-4
Linolsäureethylester	24,307	-13,764*	-0,438	-5,596
Linolensäureethylester	7	-4,8*	-1,3	-2

6.4 Abhängigkeiten der analysierten Parameter entlang des N-Punktes

In den Tab. 18, 19, 20, 21, 22 und 23 sind die Ergebnisse der Berechnung des Bestimmtheitsmaßes, auch Determinationskoeffizient genannt, entlang des N-Punktes angeführt. Grundlage dieser Berechnungen sind die ermittelten Werte der einzelnen Analysen der Gleich- und Gegenstromdestillate rund um den N-Punkt. Die verwendeten Datenreihen beinhalten die analysierten Ergebnisse der beiden Fraktionen vor dem N-Punkt, die des N-Punktes und die der beiden Fraktionen nach dem N-Punkt (Fraktion 4,5,6,7,8).

Beträgt das Bestimmtheitsmaß 0,7 ($R^2=0,7$), so sind 70% der Streuung einer Variable durch lineare Abhängigkeit des zweiten Parameters erklärbar. Der Wert gibt folglich an, in welchem Maß die Varianz (Streuung) einer Variablen durch die Varianz einer anderen Variablen bestimmt wird. Das Bestimmtheitsmaß R^2 kann auch als Quadrat des Korrelationskoeffizienten R definiert werden (RÖNZ, B.; STROHE, H.G.; 1994). Zur besseren Übersicht sind die Tabellen nach Obstart getrennt. Die gelb unterlegten Felder zeigen ein Bestimmtheitsmaß größer als 0,7 an.

6.4.1 Abhängigkeiten der Parameter bei Marillendestillaten

Auf Grund des Thermometertausches am Geistrohr beider Brennereianlagen am 20. 09. 2006 sind die Werte der Spalte TG der Tab. 18 zu verwerfen. Auf Grund von Korrosion konnten die Temperaturmessungen vor dem 20. September nicht exakt durchgeführt werden. Dies betraf alle Marillenbrände, die mit Verstärkung destilliert wurden. Dass es bei dieser Untersuchung keine signifikante Beziehung zwischen Geistrohrtemperatur und Alkoholkonzentration entlang des Umschlagpunktes gab, ist also nicht aussagekräftig.

Eine lineare Abhängigkeit mit einem Bestimmtheitsmaß von 0,8254 konnte zwischen dem pH-Wert und dem Säuregehalt entlang des N-Punktes gefunden werden (Tab. 18). Zurückzuführen war dies vermutlich auf den hohen Gehalt an Essigsäure in den untersuchten Marillenbränden. Denn Essigsäure beeinflusst auf Grund ihrer großen Polarität stark den pH-Wert (MAITLAND, 2000).

Damit stand die Essigsäurekonzentration auch mit dem Gehalt an titrierbarer Säure in Zusammenhang. Je höher der Gehalt an Essigsäure in den untersuchten Proben war, desto höher war auch der Gehalt an titrierbarer Säure und desto niedriger war der pH-Wert.

Wie bei den Apfeldestillaten, war auch bei Marillendestillaten das Bestimmtheitsmaß zwischen der Isobutansäurekonzentration (und der Isopentansäurekonzentration) und dem pH-Wert (und der titrierbaren Säure) größer als 0,7.

Weitere Abhängigkeiten konnten bei den analysierten Marillenbränden (unabhängig von der Destillationsart) auch bei der Konzentration an Linolsäureethylester und der titrierbaren Säure festgestellt werden (Tab. 18). Mit steigendem Gehalt an titrierbarer Säure, stieg die Konzentration an Linolsäureethylester.

Tab. 18: Bestimmtheitsmaß der Marillendestillate entlang des N-Punktes.

TG = Geistrohrtemperatur, %vol = Alkoholgehalt, pH = pH-Wert, TA = titrierbare Säure, TF = Trübung, TFa, b, c = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol, Tfaa, TFbb, TFcc = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol und Kühlung auf 4°C

	TG	%vol	pH	TA	TF
TG					
%vol	0,3212				
pH	0,1951	0,5453			
TA	0,1405	0,3643	0,8254		
TF	0,0776	0,0268	0,3922	0,3067	
TFa	0,0003	0,0003	0,2105	0,2565	0,5237
TFaa	0,0002	2E-05	0,1725	0,1838	0,4592
TFb	0,0004	0,0165	0,2684	0,3676	0,4248
TFbb	0,0102	0,0411	0,3038	0,3587	0,5174
TFc	0,0113	0,1096	0,4573	0,519	0,4904
TFcc	0,0247	0,0694	0,395	0,4693	0,5207
2-Phenylethanol	0,5356	0,4552	0,5587	0,4588	0,2599
Essigsäure	0,0699	0,1772	0,7415	0,8778	0,3274
Propansäure	0,2464	0,2671	0,0273	0,0135	0,1239
Milchsäureethylester	0,2219	0,1195	0,4491	0,4089	0,3213
Butansäure	0,0497	0,0048	0,0882	0,1031	0,0433
Isobutansäure	0,1129	0,103	0,6483	0,7199	0,6013
Pentansäure	0,5579	0,3972	0,5349	0,4622	0,2851
Isopentansäure	0,1149	0,1097	0,6517	0,7185	0,5777
Hexansäure	0,1317	0,1345	0,5631	0,579	0,5408
Octansäure	0,0379	0,2	0,0255	0,0055	0,0781
Octansäureethylester	0,1703	0,1284	0,5902	0,6291	0,547
Decansäure	0,1906	0,1419	0,6242	0,6313	0,5732
Decansäureethylester	0,0922	0,2238	0,0235	0,0068	0,1405
Dodecansäure	0,2547	0,2771	0,7112	0,6706	0,5174
Dodecansäureethylester	0,1588	0,2117	0,0199	0,0038	0,1964
Tetradecansäureethylester	0,1238	0,1038	0,0021	0,0191	0,3157
Hexadecansäureethylester	0,0002	0,0378	0,4392	0,5676	0,4777
Linolsäureethylester	0,0866	0,3576	0,6846	0,7246	0,1671
Linolensäureethylester	0,1594	0,4132	0,5497	0,553	0,0757

Abhängigkeit der Parameter der Gegenstromvarianten der Marillendestillate entlang des N-Punktes

Wie schon zuvor erwähnt, konnte die Geistrohrtemperatur der Gegenstromvarianten der Marillenbrände nicht als aussagekräftig angesehen werden. Umso interessanter war das Verhalten der einzelnen Parameter in Beziehung gesetzt zur Alkoholkonzentration entlang des N-Punktes. Bei diesem Vergleich zeigten folgende Parameter ein $R^2 > 0,7$ an (Tab. 19): Isobutansäure, Pentansäure, Isopentansäure, Octansäure, Decansäure, Dodecansäure, Linolensäureethylester und Linolsäureethylester. Ähnliche Abhängigkeiten konnten auch bei der Analyse der Apfelbrände (Gegenstromvarianten) ermittelt werden. Der hohe Zusammenhang der C4-C11-Fettsäuren, sowie der Linolensäureethylester bzw. Linolsäureethylester und der Alkoholkonzentration entlang des N-Punktes lag vermutlich in der Destillationsart (Gegenstromdestillation) begründet.

Bei den mit Verstärkung gebrannten Marillenbränden fand man bei den Parametern Alkoholkonzentration, titrierbare Säuren und pH-Wert Bestimmtheitsmaße über 0,7 (Tab. 19).

Korrelationen mit $R^2 > 0,7$ fand man zwischen titrierbarer Säure bzw. pH-Wert und 2-Phenylethanol, Essigsäure, Isobutansäure, Isopentansäure und Linolsäureethylester. Wobei der pH-Wert mit Zunahme an 2-Phenylethanol, Essigsäure, Isobutansäure und Isopentansäure sank, bzw. die titrierbare Säure stieg. Umgekehrt verhielt es sich jedoch mit der Konzentration an Linolsäureethylester. Die hohe Korrelation zwischen Essigsäure und dem pH-Wert bzw. der titrierbaren Säure lag unter anderem auch an der besonders hohen Essigsäurekonzentration in den Marillendestillaten der Gegenstromversuchsreihe.

Tab. 19: Bestimmtheitsmaß der Gegenstromvarianten der Marillendestillate entlang des N-Punktes.

TG = Geistrohrtemperatur, %vol = Alkoholgehalt, pH = pH-Wert, TA = titrierbare Säure, TF = Trübung, TFa, b, c = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol, Tfaa, TFbb, TFcc = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol und Kühlung auf 4°C

	TG	%vol	pH	TA	TF
TG					
%vol	0,4925				
pH	0,2469	0,8331			
TA	0,2057	0,7054	0,7507		
TF	0,0227	0,0687	0,3188	0,0781	
TFa	0,0677	0,0056	0,1219	0,0029	0,7122
TFaa	0,0683	0,0006	0,0552	0,0008	0,3691
TFb	0,0682	0,1218	0,2915	0,0935	0,4361
TFbb	0,0164	0,1922	0,3143	0,0713	0,5083
TFc	1E-06	0,4258	0,5887	0,3012	0,3797
TFcc	0,004	0,3365	0,5232	0,2256	0,4219
2-Phenylethanol	0,403	0,9491	0,7565	0,6267	0,3505
Essigsäure	0,202	0,6721	0,8007	0,9187	0,1542
Propansäure	0,4939	0,4885	0,1946	0,3958	0,036
Milchsäureethylester	0,1063	0,4831	0,4634	0,3322	0,4063
Butansäure	0,2755	0,34	0,1148	0,2234	0,0042
Isobutansäure	0,2435	0,8337	0,7179	0,589	0,4055
Pentansäure	0,492	0,9374	0,6247	0,5281	0,267
Isopentansäure	0,2319	0,8013	0,7034	0,5766	0,3961
Hexansäure	0,1657	0,686	0,5423	0,3775	0,4054
Octansäure	0,3038	0,8238	0,5899	0,439	0,3872
Octansäureethylester	0,1628	0,47	0,1879	0,2311	0,0063
Decansäure	0,3429	0,8313	0,6043	0,4397	0,4439
Decansäureethylester	0,3607	0,5593	0,2419	0,3483	0,0011
Dodecansäure	0,4803	0,9253	0,6962	0,5105	0,3198
Dodecansäureethylester	0,6659	0,6096	0,306	0,4497	0,0075
Tetradecansäureethylester	0,7887	0,3887	0,1618	0,2921	0,0533
Hexadecansäureethylester	0,0157	0,233	0,5607	0,3877	0,408
Linolensäureethylester	0,4817	0,9139	0,6985	0,6273	0,1351
Linolsäureethylester	0,3326	0,9117	0,8981	0,7846	0,219

Abhängigkeit der Parameter der Gleichstromvarianten der Marillendestillate entlang des N-Punktes

Die Gleichstromdestillate der Marillenversuchsreihe (Tab. 20) wurden nach dem Thermometertausch gebrannt. Die Geistrohrtemperaturen sanken korrekt. Das hohe Bestimmtheitsmaß zwischen Geistrohrtemperatur und Alkoholkonzentration spiegelte sich bei allen weiteren Analysen wieder. Dies betraf folgende Parameter (R^2 der Geistrohrtemperatur und der Alkoholkonzentration größer als 0,7): 2-Phenylethanol, Propansäure, Milchsäureethylester, Pentansäure, Octansäureethylester und Dodecansäureethylester. Auch bei den Gleichstrombränden der Apfelversuchsreihe weist Propansäure ein hohes Bestimmtheitsmaß mit der Alkoholkonzentration entlang des N-Punktes auf.

Hohe Bestimmtheitsmaße fand man bei den Marillen-Gleichstrombränden (Tab. 20) auch zwischen der titrierbaren Säure und den Parametern Butansäure, Isobutansäure, Isopentansäure, Hexansäure, Octansäure, Decansäure und Dodecansäure. Dies zeigte, dass vor allem die kurz- und mittelkettigen Fettsäuren Einfluss auf die Bestimmung der titrierbaren Säure nahmen.

Beide Obstsorten, die untersucht wurden, wiesen bei den Gleichstromvarianten entlang des N-Punktes zwischen folgenden Parametern hohe Korrelationen auf:

- Titrierbare Säure und Butansäure, Hexansäure, Octansäure, Decansäure und Dodecansäure
- Geistrohrtemperatur und Alkoholkonzentration, sowie
- Geistrohrtemperatur bzw. Alkoholkonzentration und 2-Phenylethanol und Propansäure

Dies zeigte, dass die Destillationsart ebenso Einfluss auf den N-Punkt der Destillate hatte, wie auch die verwendete Obstart.

Es gab nur bei den Gleichstromdestillationen einen Zusammenhang einzelner Parameter und der Trübung entlang des N-Punktes. Bei den Apfeldestillaten zeigte sich eine hohe Korrelation zwischen Trübung und Butansäure, Isobutansäure, Isopentansäure und Octansäureethylester. Bei den Marillen-Gleichstrombränden fand man ein $R^2 > 0,7$ zwischen Trübung und pH-Wert und Hexansäure, wobei auch Butansäure und Isobutansäure einen relativ hohen Korrelationskoeffizienten aufwiesen.

Vermutlich basierte dieses Phänomen auf einem Zusammenspiel aus destillationsartspezifischer Anreicherung und dem Trübungsverhalten dieser kurzkettigen Monocarbonsäuren.

Generell könnten vor allem 2-Phenylethanol und die C4- und C5- Fettsäuren zur Nachlaufidentifizierung bei Apfeldestillaten, als auch bei Marillendestillaten herangezogen werden. Wobei vor allem 2-Phenylethanol bei beiden Destillationsarten und bei beiden Obstsorten gut mit der Geistrohrtemperatur bzw. der Alkoholkonzentration korrelierte.

Tab. 20: Bestimmtheitsmaß der Gleichstromvarianten der Marillendestillate entlang des N-Punktes.

TG = Geistrohrtemperatur, %vol = Alkoholgehalt, pH = pH-Wert, TA = titrierbare Säure, TF = Trübung, TFa, b, c = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol, Tfaa, TFbb, TFcc = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol und Kühlung auf 4°C

	TG	%vol	pH	TA	TF
TG					
%vol	0,9636				
pH	0,0316	0,0002			
TA	0,107	0,1572	0,5143		
TF	0,0915	0,0268	0,94993	0,5381	
TFa	0,3747	0,2615	0,0293	0,3153	0,01
TFaa	0,0182	7E-05	0,0319	0,1857	7E-05
TFb	0,3483	0,2213	0,0817	0,2101	0,0427
TFbb	0,0608	0,0183	0,0103	0,2906	0,0023
TFc	0,1073	0,064	0,0088	0,5115	0,046
TFcc	0,0743	0,0385	0,0097	0,4937	0,0534
2-Phenylethanol	0,9409	0,9969	0,0015	0,1828	0,0128
Essigsäure	0,2556	0,3182	0,3784	0,9618	0,3663
Propansäure	0,9962	0,9372	0,5349	0,0135	0,1216
Milchsäureethylester	0,8055	0,8747	0,0094	0,0882	0,0851
Butansäure	0,0666	0,1287	0,6839	0,9664	0,6753
Isobutansäure	0,1758	0,2686	0,5834	0,9448	0,5292
Pentansäure	0,9325	0,8965	0,0018	0,2879	0,0163
Isopentansäure	0,1696	0,2542	0,5646	0,9638	0,5254
Hexansäure	0,0141	0,0606	0,8519	0,8617	0,8252
Octansäure	0,1353	0,2247	0,642	0,9407	0,5885
Octansäureethylester	0,8553	0,9313	0,0012	0,0483	0,0494
Decansäure	0,0999	0,1709	0,6443	0,9708	0,6229
Decansäureethylester	0,1388	0,2096	0,0054	0,1354	0,0837
Dodecansäure	0,0898	0,173	0,7188	0,9199	0,664
Dodecansäureethylester	0,7097	0,7396	0,0673	0,6115	0,0388
Tetradecansäureethylester	0,2619	0,2144	0,0285	0,6434	0,0585
Hexadecansäureethylester	0,3183	0,2627	0,0174	0,6138	0,038
Linolensäureethylester	0,6445	0,5462	0,0062	0,3885	0,0054
Linolsäureethylester	0,5786	0,4869	0,0016	0,4354	0,0005

6.4.2 Abhängigkeiten der Parameter bei Apfeldestillaten

Tab. 21 ist zu entnehmen, dass es eine enge mathematische Beziehung zwischen der Geistrohrtemperatur und der Alkoholkonzentration, sowie zwischen der Isobutan- und Isopentansäurekonzentration und der titrierbaren Säure entlang des N-Punktes der untersuchten Apfeldestillate gab. Eine starke ($R^2=0,7939$) Beziehung war zwischen der 2-Phenylethanolkonzentration und der Geistrohrtemperatur rund um den N-Punkt zu erkennen.

Wie zu erwarten, sank die Alkoholkonzentration mit steigender Geistrohrtemperatur ($R^2=0,9005$). Da die Geistrohrtemperatur von der Alkoholkonzentration im Dampf abhängig ist, aber die Alkoholkonzentration mit einer gewissen zeitlichen Verzögerung (Weg vom Geistrohr in die Vorlage) bestimmt wird, ist das Bestimmtheitsmaß kleiner als eins.

Weiters gab es eine lineare Abhängigkeit zwischen der titrierbaren Säure und der Konzentration an Isobutansäure und Isopentansäure. Die Konzentration beider Carbonsäuren stieg mit steigendem Gehalt an titrierbarer Säure. Da es sich bei beiden Säuren um kurzkettige Monocarbonsäuren handelte, stieg ihre Konzentration entlang des N-Punktes stetig an. Somit beeinflussten sie auch den Gehalt an titrierbarer Säure. GUAN (1997) stellte fest, dass Fettsäuren mit einer Kettenlänge von 6 –12 C-Atomen direkt am Umschlagpunkt zwischen Mittel- und Nachlauf anstiegen, jene mit 3-5 C-Atomen aber erst kurz nach dem N-Punkt das Anstiegsmaximum erreichten.

Kurzkettige Carbonsäuren, wozu auch die Isobutansäure und die Isopentansäure zählen, können mit Wasser Azeotrope bilden. Diese weisen einen niedrigeren Siedepunkt auf, als die Reinsubstanz (MAITLAND, 2000). Weiters ist zu beachten, dass mit zunehmender Kettenlänge der Fettsäuren die Polarität abnimmt (MAITLAND, 2000).

Tab. 21: Bestimmtheitsmaß der Apfeldestillate entlang des N-Punktes.

TG = Geistrohrtemperatur, %vol = Alkoholgehalt, pH = pH-Wert, TA = titrierbare Säure, TF = Trübung, TFa, b, c = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol, Tfaa, TFbb, TFcc = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol und Kühlung auf 4°C

	TG	%vol	pH	TA	TF
TG					
%vol	0,9005				
pH	0,1019	0,0622			
TA	0,0698	0,0095	0,2481		
TF	0,054	0,061	0,154	0,1612	
TFa	0,1282	0,2256	0,0315	1E-05	0,0142
TFaa	0,0621	0,1472	0,0165	0,0265	0,0162
TFb	0,039	0,1161	0,0528	0,0066	0,0198
TFbb	0,2207	0,3019	0,0431	1E-05	0,0003
TFc	0,0011	0,0009	0,0065	0,054	0,0365
TFcc	0,2215	0,2937	0,0071	0,0037	0,0241
2-Phenylethanol	0,7939	0,6774	0,2982	0,2621	0,0028
Essigsäure	0,0321	0,1093	0,0002	0,267	0,0626
Propansäure	0,2228	0,3884	0,0033	3E-05	0,026
Milchsäureethylester	0,0438	0,0895	0,0484	0,01	0,0031
Butansäure	0,2568	0,4102	0,0008	0,0137	0,0009
Isobutansäure	0,0124	0,0079	0,171	0,7881	0,2592
Pentansäure	0	0	0	0	0
Isopentansäure	0,0319	0,0009	0,217	0,811	0,2089
Hexansäure	0,1551	0,0285	0,3518	0,6099	0,0324
Octansäure	0,1509	0,0288	0,3603	0,3759	7E-11
Octansäureethylester	0,6593	0,5811	0,0557	0,068	0,006
Decansäure	0,2591	0,0912	0,4399	0,4386	0,0038
Decansäureethylester	0,5561	0,6042	0,0003	0,0521	0,0002
Dodecansäure	0,5276	0,3288	0,4929	0,3747	0,0003
Dodecansäureethylester	0,3006	0,4124	0,0472	0,023	0,0044
Tetradecansäureethylester	0,0605	0,1589	0,1597	0,0002	0,0108
Hexadecansäureethylester	0,0074	0,0477	0,0019	0,0013	0,0036
Linolensäureethylester	0,211	0,1503	0,0029	0,0125	0,0174
Linolsäureethylester	0,1087	0,0555	0,009	0,017	0,0337

Abhängigkeit der Parameter der Gegenstromvarianten der Apfeldestillate entlang des N-Punktes

Wie zu erwarten, bestand bei den Gegenstromvarianten der Apfeldestillaten ein hoher Zusammenhang ($R^2=0,9131$) zwischen den Parametern Geistrohrtemperatur und Alkoholkonzentration (Tab. 22). Weiters konnte bei dieser Versuchsreihe ein hohes Bestimmtheitsmaß ($R^2>0,7$) zwischen den Parametern Geistrohrtemperatur bzw. Alkoholkonzentration und 2-Phenylethanol, Hexansäure, Octansäure, Octansäureethylester, Decansäure, Dodecansäure, Linolensäureethylester und Linolsäureethylester gefunden werden. Diese mittelkettigen Fettsäuren und die langkettigen Fettsäureethylester reichern sich vor allem bei den Gegenstromdestillaten an (siehe unten).

Auffällig war auch das hohe Bestimmtheitsmaß ($R^2=0,775$) zwischen den Parametern pH-Wert und Milchsäureethylester. Anscheinend hatte der sehr hohe Gehalt an Milchsäureethylester entlang des N-Punktes einen Einfluss auf den pH-Wert der Gegenstromvarianten der Apfeldestillate.

Wie auch bei der Gesamtanalyse (Kapitel 6.4.1), spielten auch bei den Gegenstromvarianten der Apfelbrände die C4- und C5-Monocarbonsäuren eine große Rolle bei der Bestimmung der titrierbaren Säure. Bei den Gegenstromdestillaten der Äpfel zeigten die Butansäure und die Isobutansäure Determinationskoeffizienten über 0,7.

Tab. 22: Bestimmtheitsmaß der Gegenstromvarianten der Apfeldestillate entlang des N-Punktes.

TG = Geistrohrtemperatur, %vol = Alkoholgehalt, pH = pH-Wert, TA = titrierbare Säure, TF = Trübung, TFa, b, c = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol, Tfaa, TFbb, TFcc = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol und Kühlung auf 4°C

	TG	%vol	pH	TA	TF
TG					
%vol	0,9131				
pH	0,2105	0,2021			
TA	0,4057	0,3483	0,047		
TF	0,0268	0,0285	0,3366	0,1093	
TFa	0,0006	0,0009	0,0034	0,2025	0,027
TFaa	0,028	0,0051	0,0026	0,0264	0,0245
TFb	0,1091	0,0942	0,077	0,0552	0,0407
TFbb	0,0757	0,108	0,0038	0,311	0,0028
TFc	0,1765	0,2625	0,0031	0,0411	0,0151
TFcc	0,0828	0,0708	0,0911	0,0412	0,071
2-Phenylethanol	0,8798	0,8282	0,2482	0,6495	0,01
Essigsäure	0,1565	0,1539	0,2816	0,2526	0,2056
Propansäure	0,0126	0,0031	0,0971	0,0036	0,1092
Milchsäureethylester	0,0126	0,001	0,775	0,0048	0,4298
Butansäure	0,0571	0,1958	0,0739	0,0021	0,0032
Isobutansäure	0,3525	0,2537	0,0707	0,8459	0,1727
Pentansäure	0	0	0	0	0
Isopentansäure	0,4964	0,4052	0,1091	0,857	0,1253
Hexansäure	0,8964	0,8713	0,2618	0,5156	0,0032
Octansäure	0,8512	0,8244	0,2542	0,2304	0,0152
Octansäureethylester	0,7155	0,7817	0,4139	0,4121	0,0302
Decansäure	0,8393	0,7605	0,2742	0,2921	0,0016
Decansäureethylester	0,494	0,6401	0,1059	0,5851	0,0033
Dodecansäure	0,8661	0,774	0,3022	0,3151	0,001
Dodecansäureethylester	0,0994	0,1793	0,006	0,4085	0,0007
Tetradecansäureethylester	0,0728	0,0569	0,2996	0,1006	0,0027
Hexadecansäureethylester	0,4387	0,6112	0,2525	0,0594	0,0005
Linolensäureethylester	0,8028	0,9334	0,2549	0,2002	0,0274
Linolsäureethylester	0,7308	0,8915	0,2743	0,1491	0,0205

Abhängigkeit der Parameter der Gleichstromvarianten der Apfeldestillate entlang des N-Punktes

Vergleicht man die Auswertung des Bestimmtheitsmaßes der Apfelbrände der Gegenstrom- und der Gleichstromdestillationen (Kapitel 6.4.1 und 6.4.2), so erkennt man, dass bei beiden Destillationsarten die Geistrohrtemperatur und die Alkoholkonzentration, bzw. 2-Phenylethanol und die Geistrohrtemperatur, sowie die Alkoholkonzentration ein Bestimmtheitsmaß über 0,7 aufwiesen.

Die anderen Parameter unterschieden sich je nach Destillationsbedingung.

Das relativ hohe Bestimmtheitsmaß zwischen pH-Wert und titrierbarer Säure in Tab. 23 spiegelte sich bei den Parametern Octansäure und Decansäure wieder. Generell wiesen folgende Parameter ein hohes Bestimmtheitsmaß mit der titrierbaren Säure bzw. pH-Wert auf: Butansäure, Hexansäure, Octansäure Decansäure, Dodecansäure, Tetradecansäureethylester und Hexadecansäureethylester.

Die Geistrohrtemperatur und die Alkoholkonzentration zeigten mit 2-Phenylethanol, Propansäure und Tetradecansäureethylester ein hohes Bestimmtheitsmaß ($R^2 > 0,7$).

Bei der Bestimmung des Bestimmtheitsmaßes zwischen mehreren Parametern (Butansäure, Isobutansäure, Pentansäure und Octansäure) und der Trübung entlang des N-Punktes der Gleichstromdestillate der Äpfel, kam es zu auffällig hohen Korrelationen. Mit steigendem Gehalt dieser Monocarbonsäuren nahm die Trübung der Proben zu. Allem Anschein nach waren die C4- und C5- Fettsäuren maßgeblich an der entstehenden Trübung beteiligt. Auch KOLB et al. (2002) berichteten über einen Zusammenhang von Trübungen in Destillaten und dem Vorhandensein von Monocarbonsäuren.

Tab. 23: Bestimmtheitsmaß der Gleichstromvarianten der Apfelfeststoffe entlang des N-Punktes.

TG = Geistrohrtemperatur, %vol = Alkoholgehalt, pH = pH-Wert, TA = titrierbare Säure, TF = Trübung, TFa, b, c = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol, Tfaa, TFbb, TFcc = Trübung bei 30%vol, 35%vol, 40%vol und Kühlung auf 4°C

	TG	%vol	pH	TA	TF
TG					
%vol	0,997				
pH	0,6771	0,6251			
TA	0,0851	0,0572	0,6129		
TF	0,1689	0,2029	0,0074	0,3214	
TFa	0,0274	0,0309	0,0016	0,0266	0,0979
TFaa	0,0176	0,0215	0,0009	0,0593	0,0703
TFb	0,0758	0,0817	0,0151	0,02	0,0597
TFbb	0,0133	0,0173	0,0043	0,0811	0,0522
TFc	0,0122	0,0144	3E-06	0,028	0,123
TFcc	0,0145	0,0174	0,0002	0,3649	0,0971
2-Phenylethanol	0,9719	0,9652	0,6949	0,1005	0,0845
Essigsäure	0,1374	0,1314	0,1402	0,0737	0,2942
Propansäure	0,6435	0,591	0,9933	0,6335	0,0232
Milchsäureethylester	0,0337	0,0211	0,3086	0,4885	0,6571
Butansäure	0,0297	0,05	0,1588	0,7134	0,8386
Isobutansäure	0,0062	0,0012	0,2814	0,6031	0,768
Pentansäure	0	0	0	0	0
Isopentansäure	0,0186	0,0082	0,3533	0,6796	0,714
Hexansäure	0,1308	0,0968	0,6741	0,9564	0,3778
Octansäure	0,2748	0,2281	0,8221	0,9217	0,1062
Octansäureethylester	0,0126	0,021	0,0661	0,2656	0,8348
Decansäure	0,4243	0,371	0,9353	0,8374	0,0871
Decansäureethylester	0,0314	0,0427	0,024	0,2474	0,0013
Dodecansäure	0,6618	0,6096	0,9985	0,6239	0,0139
Dodecansäureethylester	0,6394	0,6143	0,6679	0,2247	0,0251
Tetradecansäureethylester	0,9569	0,9426	0,7469	0,1554	0,1746
Hexadecansäureethylester	0,5612	0,5244	0,7587	0,3866	0,0796
Linolensäureethylester	0,352	0,3629	0,1548	0,0007	0,0019
Linolsäureethylester	0,4297	0,4189	0,3899	0,088	0,0526

6.5 Vergleich von Gegenstrom- und Gleichstromdestillation bei Apfel- und Marillenbränden

In Kapitel 6.4 wurden die Effekte innerhalb der Gegenstromdestillate erörtert. In diesem Kapitel werden die Einflüsse der Destillationsart (Destillation mit oder ohne Verstärkung) diskutiert.

Ergänzend dazu wird auf die Tab. 30 (Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der schnellen und langsamen Destillation am N-Punkt von Marillendestillaten), die Tab. 31 (Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der Destillation mit der kleinen und der großen Anlage am N-Punkt von Marillendestillaten), die Tab. 32 (Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der schnellen und langsamen Destillation am N-Punkt von Apfeldestillaten) und auf die Tab. 33 (Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter am N-Punkt der Apfeldestillate aus unterschiedlich vergorenen Maischen) im Anhang verwiesen.

Tab. 30-33 beinhalten ausschließlich Werte der Gegenstromdestillate.

6.5.1 Vergleich von Gegenstrom- und Gleichstromdestillation bei Marillenbränden

Signifikante Unterschiede (größer als 95%) ergaben sich beim Vergleich der Destillationsarten (Destillation mit und ohne Verstärkung) bei den Marillendestillaten innerhalb der Parameter Trübung, Octansäurekonzentration, Decansäurekonzentration, Decansäureethylesterkonzentration und Dodecansäurekonzentration am N-Punkt.

Hoch signifikante Unterschiede (größer als 99%) ergaben sich bei dem Vergleich der Destillationsarten bei Marillendestillaten am N-Punkt bei folgenden Parametern: Trübung bei 30 %vol mit und ohne Kühlung der Probe auf 4 °C, Trübung bei 35 %vol mit und ohne Kühlung der Probe auf 4 °C, Trübung bei 40 %vol mit und ohne Kühlung der Probe auf 4 °C, Isobutan-, Isopentan-, Hexan- und Octansäurekonzentration, sowie bei der Tetradecan- und Hexadecansäureethylesterkonzentration am N-Punkt.

Die Gleichstromvarianten wiesen am N-Punkt einen höheren (nicht signifikant) Alkoholgehalt als die Gegenstromvarianten auf. Wobei zu beachten war, dass der Verlauf der Alkoholkonzentration im Verlauf der Brennphase bei Gleich- und Gegenstromdestillaten ein anderer war (Abb. 75). Die Alkoholkurve der

Gegenstrombrände stieg steil auf ein hohes Niveau an und fiel im Nachlauf bzw. unmittelbar vor der Nachlaufabtrennung stark ab. Die Kurve der Alkoholkonzentration bei Gleichstrombränden stieg zu Beginn der Destillation auf ein niedrigeres Niveau an, blieb lange auf diesem Plateau und fiel flach ab.

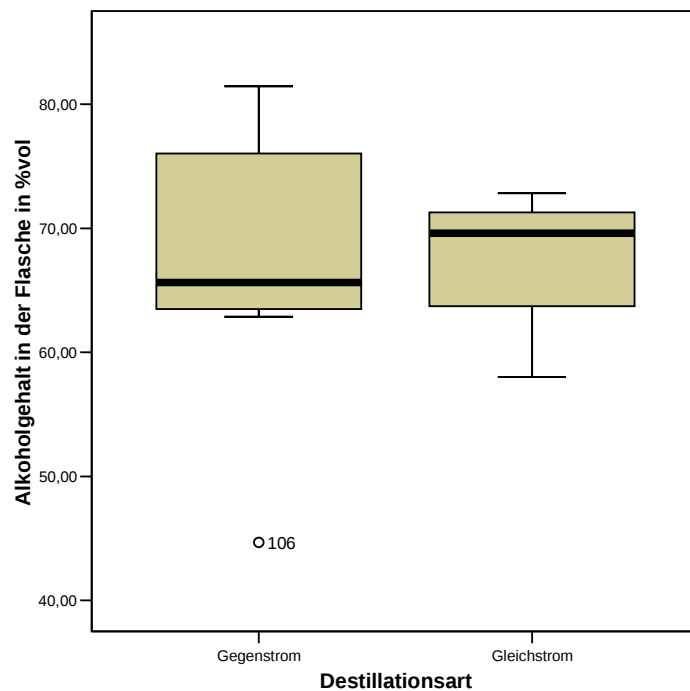


Abb. 75: Vergleich der Destillationsarten I: Vergleich der Destillationsarten anhand des Alkoholgehaltes am N-Punkt bei Marillendestillaten.

In Abb. 76 erkennt man den steilen Abfall der Alkoholkonzentration entlang des N-Punktes der Gegenstromdestillate, während der Alkoholgehalt in den Gleichstromproben nur langsam abnahm.

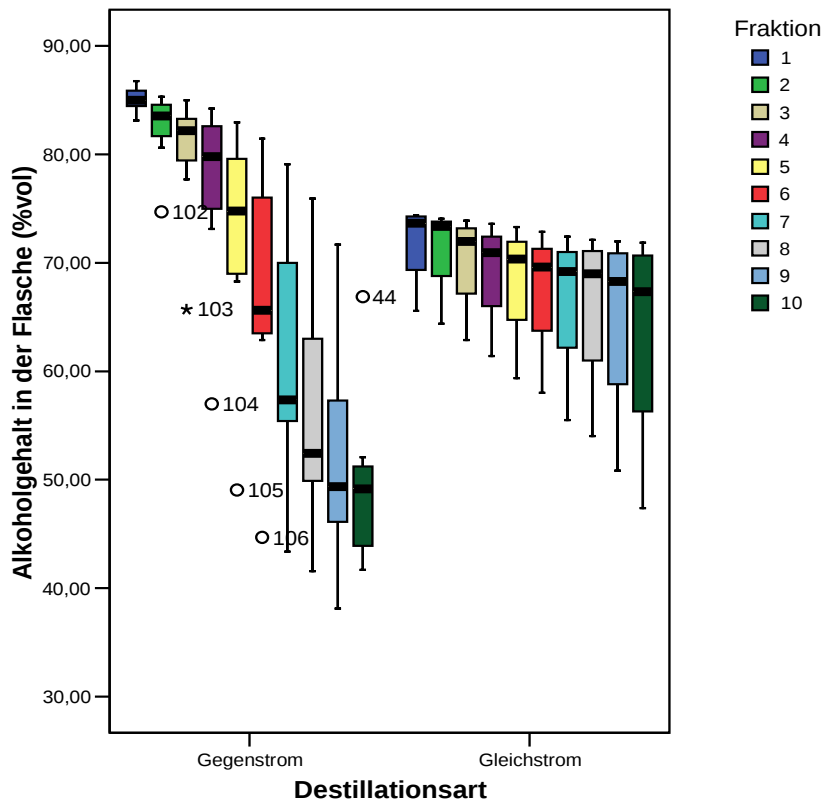


Abb. 76: Vergleich der Destillationsarten II: Der Verlauf der Alkoholkonzentration der Marillendestillate entlang des N-Punktes, Gleich- und Gegenstromvarianten im Vergleich (Fraktion 6 ist der N-Punkt).

Da die Trübung der Verdünnungsstufe 30 %vol mit anschließender Kühlung auf 4 °C die höchsten Messwerte ergab, wurden die Signifikanzanalysen auf diesen Parameter hin untersucht (Abb. 77). Abb. 77 ist weiters zu entnehmen, dass sowohl eine jeweilige Verdünnung, als auch eine Kühlung zu einer Steigerung der Trübung führte.

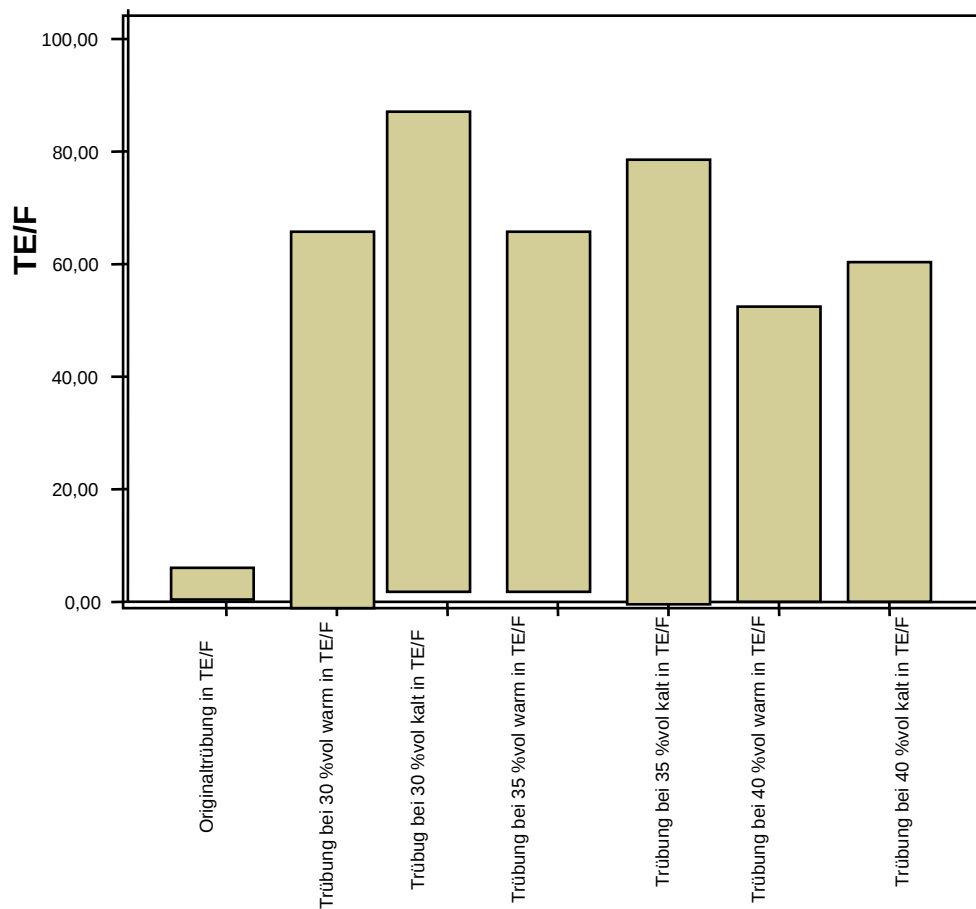


Abb. 77: Mittelwerte der Trübungsbestimmungen am N-Punkt der Marillendestillate in TE/F (Trübungseinheit Formazin)

Marillenbrände, die mittels Verstärkung gebrannt wurden, wiesen am N-Punkt einen signifikant (95%) höhere Trübung auf (Abb. 78). Am N-Punkt wurden durch die Verstärkung die Inhaltsstoffe angereichert, die für das Auftreten einer Trübung verantwortlich waren (Tab. 24).

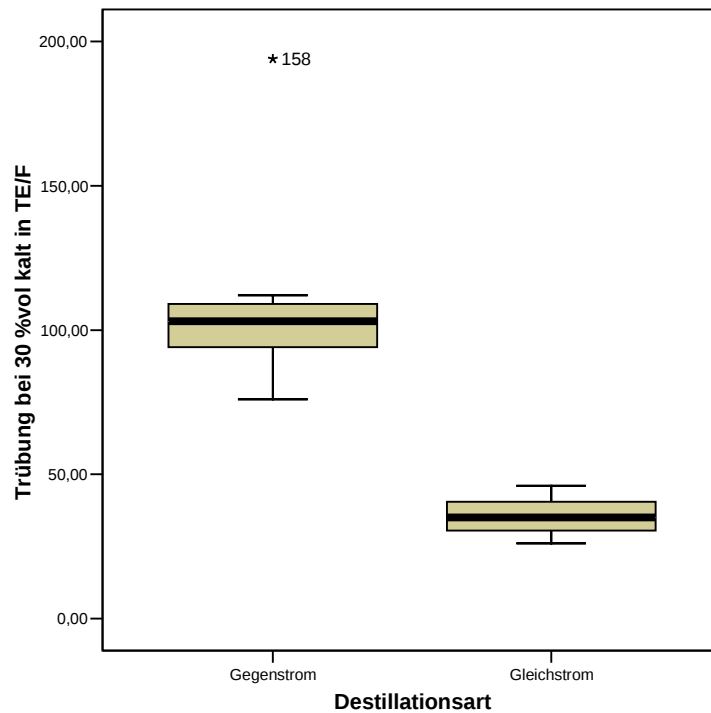


Abb. 78: Vergleich der Destillationsarten III: Vergleich zwischen den Destillationsarten anhand der Trübung (Verdünnung auf 30%vol und Kühlung) am N-Punkt bei Marillendestillaten.

Bei der Gegenstromvariante (verglichen mit der Gleichstromvariante) der Marillenbrände wurden am N-Punkt Octansäure, Decansäure, Decansäureethylester, Dodecansäure und Dodecansäureethylester vermehrt angereichert. Der Konzentrationsunterschied dieser Inhaltsstoffe war signifikant mit 95%. In Abb. 79 ist als repräsentatives Beispiel die Decansäureethylesterkonzentration am N-Punkt der Marillendestillate im Vergleich dargestellt.

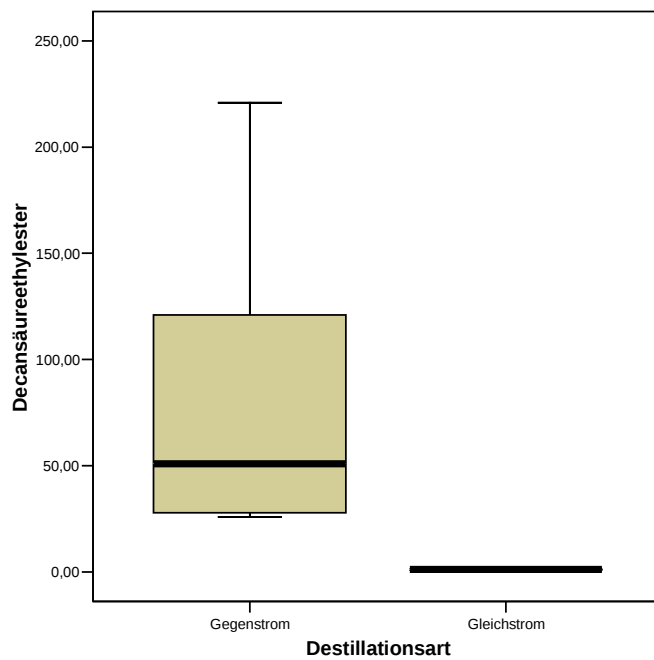


Abb. 79: Vergleich der Destillationsarten IV: Vergleich zwischen den Destillationsarten anhand der Decansäureethylesterkonzentration am N-Punkt bei Marillendestillaten

Die Anreicherung dieser mittelkettigen Fettsäuren und deren Ethylester nahm vermutlich auch Einfluss auf die Trübung am N-Punkt. Fein verteilte Tröpfchen von lipophilen Substanzen in einer wässrigen Lösung führen zu einer Trübung (KOLB et al., 2002).

Weiters wurden Isobutansäure, Isopentansäure, Hexansäure, Tetradecansäureethylester und Hexadecansäureethylester signifikant (99%) am N-Punkt der Gegenstromvarianten angereichert. Wie bereits in Kapitel 6.2 und 6.3.2 diskutiert, handelte es sich hierbei um eine Anreicherung der Inhaltsstoffe am N-Punkt.

Ergänzend zu den Tab. 30 und 31, war zu beachten, dass die Destillationsgeschwindigkeit (am N-Punkt der Marillendestillate der Gegenstromreihe) Einfluss auf die Trübung bei 30 %vol, 35 %vol und 40 %vol (sowohl mit als auch ohne Kühlung der Probe auf 4 °C) nahm. Wobei bei einer langsamen Destillation weniger trübungsverursachende Substanzen am N-Punkt angereichert wurden (Tab. 31). Weiters hatte die Destillationsgeschwindigkeit Einfluss auf die Anreicherung der Monocarbonsäuren der Reihe C4-C8 am N-Punkt der Marillendestillate. Eine langsame Destillation führte zu einer Anreicherung von Isobutansäure, Isopentansäure, Hexansäure und Octansäure. Im Gegensatz dazu, war die Konzentration an Tetradecansäureethylester und Hexadecansäureethylester am N-Punkt niedriger (Tab. 30).

Die Anlagengröße beeinflusste ebenfalls den Gehalt an 2-Phenylethanol am N-Punkt der Marillendestillate. Destillate der kleinen Anlage wiesen am N-Punkt höhere 2-Phenylethanolgealt auf. Zu beachten war, dass die 2-Phenylethanolkonzentration mit sinkender Alkoholkonzentration im Verlauf der Destillation stieg (Tab. 31).

Tab. 24: Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der Gleich- und Gegenstromdestillationen am N-Punkt von Marillendestillaten.

(MW = Mittelwert, gg = Gegenstromdestillation, gl = Gleichstromdestillation, ges = Gesamtheit aller Destillate, SD = Standardabweichung, Gelbe Füllfarbe = Signifikanz größer als 95%, * Signifikanz 95%, ** Signifikanz 99%)

Parameter	MW gg	SD	MW gl	SD	MW ges	SD	Signifikanz
Alkoholgehalt %vol	76,1	11,4	67,5	6,5	67,2	9,7	0,943
Leitfähigkeit	2,1	0,6	2	0	2,1	0,5	0,711
pH-Wert	4,9	0,7	5,4	0,3	5,1	0,6	0,236
titrierbare Säure mg/100mlr.A	105,8	66,9	31,7	26,7	81,1	66,1	0,062
Trübung	6,2	0,8	4,6	1,2	5,6	1,2	*0,022
Trübung 30%vol	86,4	22,3	27,9	13,7	66,9	34,6	**0,001
Trübung 30%vol,4°C	110,2	35,7	35,5	8,2	85,3	46,7	**0,002
Trübung 35%vol	80,0	16,8	39,9	14,6	63,6	28,6	**0,001
Trübung 35%vol, 4°C	98,2	18,8	40,5	9,2	79,0	32,5	**0,001
Trübung 40%vol	65,4	16,8	26,4	12,7	52,4	24,3	**0,002
Trübung 40%vol, 4°C	75,1	15,4	30,7	11,1	60,3	25,7	**0,001
2-Phenylethanol	3,6	1,5	2,4	1,6	3,2	1,6	0,215
Essigsäure	54,5	29,8	30,6	25,1	46,5	29,6	0,199
Propansäure	0,3	0,2	0,1	0,2	0,2	0,2	0,091
Milchsäureethylester	531,7	232,1	323,7	158,9	462,4	227,3	0,141
Butansäure	0,2	0,3	0,3	0,3	0,2	0,3	0,572
Isobutansäure	6,8	2,5	2,2	1,7	5,3	3,2	**0,009
Pentansäure	43,8	27,3	14,5	9,1	34	26,5	0,067
Isopentansäure	29,4	11,8	8,9	6,9	22,5	14,2	**0,010
Hexansäure	11,4	4,6	3,9	1,2	8,9	5,2	**0,010
Octansäure	28,2	12,7	6,7	5	21,1	14,9	*0,009
Octansäureethylester	21,1	22	1,3	0,5	14,5	20,1	0,111
Decansäure	40,7	19,6	11,7	9,1	31	21,7	*0,020
Decansäureethylester	80,8	69,2	1,1	0,1	54,2	67,7	*0,048
Dodecansäure	13	6,2	5,2	3,4	10,4	6,5	*0,043
Dodecansäureethylester	36,6	24,9	0,6	0,2	24,6	26,6	*0,018
Tetradecansäureethylester	8,7	3,8	1,1	0,5	6,2	4,8	**0,003
Hexadecansäureethylester	38,7	9,7	17,6	9,8	31,7	13,9	**0,005
Linolsäureethylester	23,1	8	17,5	7,4	21,2	7,9	0,274
Linolensäureethylester	7	2,8	5,7	2,2	6,6	2,6	0,426

6.5.2 Vergleich von Gegen- und Gleichstromdestillation bei Apfeldestillaten

Signifikante Unterschiede in Abhängigkeit der Destillationsart ergaben sich am N-Punkt der Apfeldestillate bei den Parametern Alkoholgehalt, Trübung bei 30 %vol, Trübung bei 40 %vol und Kühlung auf 4 °C und Essigsäurekonzentration am N-Punkt. Am N-Punkt wiesen Apfelbrände, die im Gegenstromverfahren erzeugt wurden signifikant (95%) höhere Gehalte an Alkohol, Essigsäure und trübungsverursachenden Inhaltsstoffen auf.

Im Mittel betrug die Alkoholkonzentration am N-Punkt der Apfeldestillate (Abb.80) 76,3 %vol (sd = 6,4), wobei Gleichstromvarianten im Mittel 69,7 %vol (sd = 7,3) und Gegenstromvarianten 78,8 %vol (sd = 4,1) aufweisen (Tab. 25). Bei Apfeldestillaten war dieser Unterschied signifikant (95%). Wie auch schon in 6.2. erörtert, wiesen Apfeldestillate im Vergleich zu Marillendestillaten höhere Alkoholkonzentrationen im gesamten Destillationsverlauf auf, weil der Alkoholgehalt der Maische ein höherer war. Der Verlauf der Alkoholkonzentration während der Destillation wird in Kapitel 6.1 erörtert.

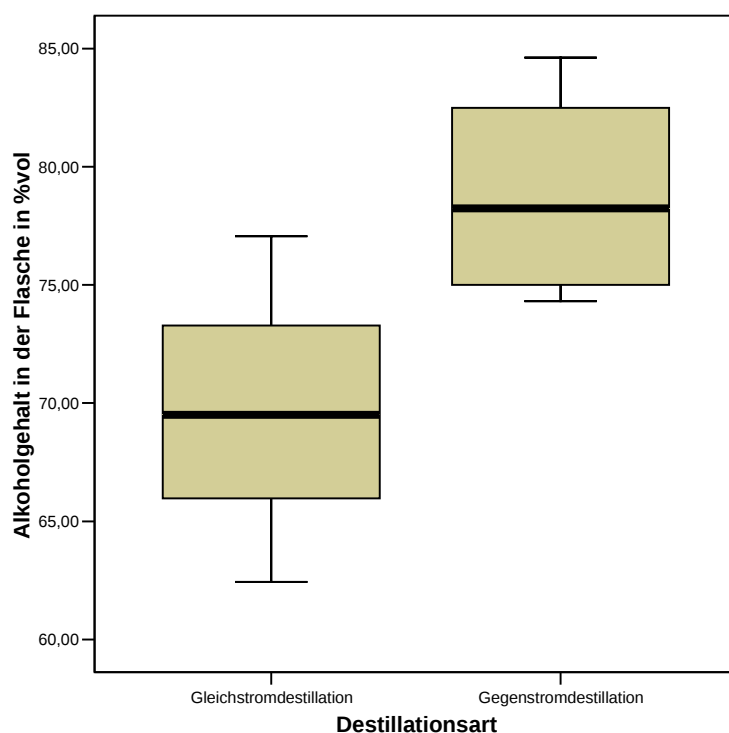


Abb. 80: Vergleich der Destillationsarten V: Alkoholgehalt in %vol am N-Punkt der Apfeldestillate (Gleichstrom- und Gegenstromdestillation im Vergleich)

Den signifikant höheren Gehalt an Inhaltsstoffen die zu Trübungen führten, konnte man nur ermitteln, wenn die N-Punktproben auf 30 %vol verdünnt Abb. 81), bzw. auf 40 %vol verdünnt und auf 4 °C gekühlt wurden. Bei allen anderen Verdünnungsstufen erkannte man zwar im Mittel eine höhere Trübung bei den Gegenstromdestillaten, diese war jedoch nicht signifikant.

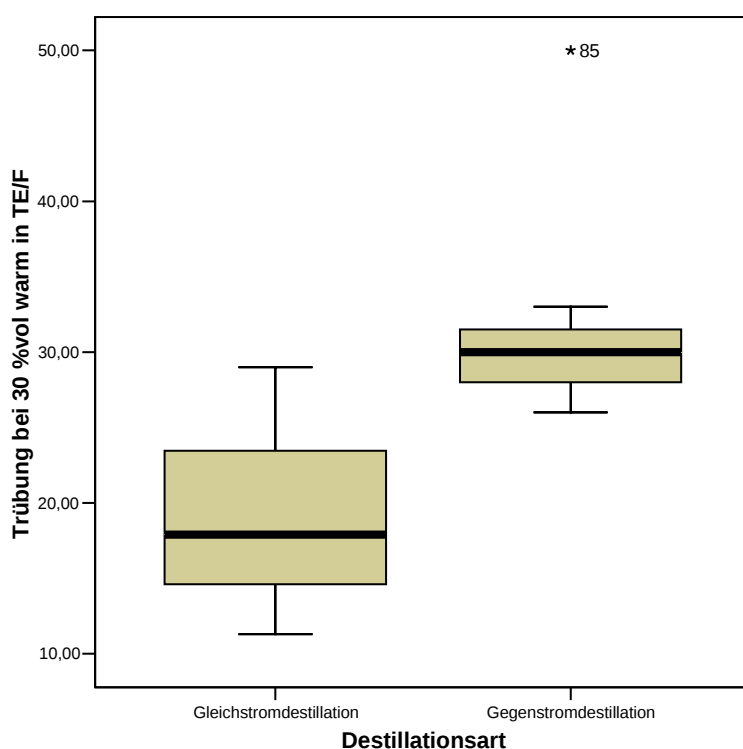


Abb. 81: Vergleich der Destillationsarten VI: Vergleich der Trübung bei 30 %vol am N-Punkt der Apfeldestillate

Werden diese Ergebnisse mit den Auswertungen der Marillendestillate verglichen, sieht man, dass die Konzentrationen an Isobutansäure, Isopentansäure, Hexansäure, Octansäure, Decansäure, Decansäureethylester, Dodecansäure, Dodecansäureethylester, Tetradecansäureethylester und Hexadecansäureethylester zwar bei den Apfelbränden ebenfalls am N-Punkt der Gegenstromdestillate höher waren als bei den Gleichstromdestillaten, jedoch nicht signifikant. Dies zeigte den Einfluss der verwendeten Obstsorte bei vergleichbaren Destillationsbedingungen. Wie schon in Kapitel 6.2.7.2 erörtert, waren die Konzentration an diesen Monocarbonsäuren und Ethylestern bei den Apfeldestillaten niedriger, als bei den Marillenbränden.

In Abb. 82 ist deutlich zu sehen, dass die Konzentration an Isopentansäure am N-Punkt bei Gegenstromdestillaten höher war, als bei Gleichstromdestillaten. Dieser Konzentrationsunterschied war jedoch bei den Apfeldestillaten nicht signifikant.

Signifikant (95%) höher war die Konzentration an Essigsäure am N-Punkt der Gegenstromapfeldestillate. 1,7 mg/L r.A. (sd = 0,8) betrug die Essigsäurekonzentration bei den Gleichstromvarianten und 12,1 mg/L r.A. (sd = 4,4) bei den Gegenstromvarianten (Tab. 25 und Abb. 82).

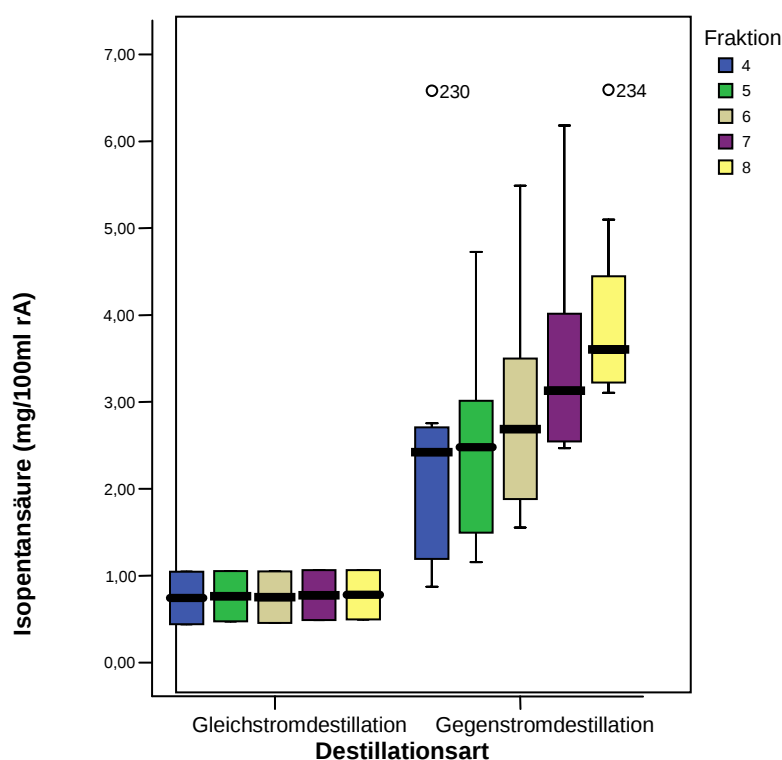


Abb. 82: Vergleich der Destillationsarten VII: Isopentansäurekonzentration entlang des N-Punktes bei Apfeldestillaten. Fraktion 6 ist der N-Punkt

In Abb. 83 werden zwei signifikante Effekte dargestellt. Erstens der in Kapitel 6.2.4 beschriebene Effekt der Destillationsgeschwindigkeit auf die Essigsäurekonzentration am N-Punkt bei Apfeldestillaten; und zweitens, dass Gleichstromdestillate (Destillationsgeschwindigkeit „standard“) am N-Punkt niedrigere Konzentrationen an Essigsäure aufwiesen, als Gegenstromvarianten. Folglich kam es

bei einer Destillation mit Verstärkung zu einer signifikanten Anreicherung von Essigsäure am N-Punkt bei Apfeldestillaten.

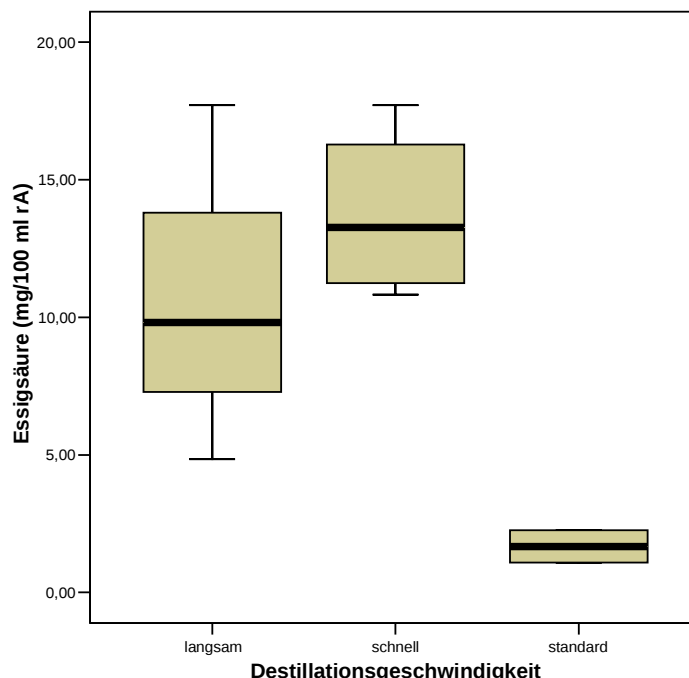


Abb. 83: Vergleich der Destillationsgeschwindigkeit: Konzentration an Essigsäure am N-Punkt bei Apfeldestillaten, Vergleich der Destillationsgeschwindigkeiten, wobei „langsam“ und „schnell“ die Destillationsgeschwindigkeiten der Gegenstrom und „standard“ die Destillationsgeschwindigkeit von Gleichstrombränden darstellt.

Ergänzend zu den Tabellen 32 und 33 ist folgendes zu erwähnen: Vergleicht man bei den Apfeldestillaten die Destillationsgeschwindigkeit, so erkennt man, dass nur der Alkoholgehalt und die Konzentration an Essigsäure von der Destillationsgeschwindigkeit signifikant beeinflusst wurden.

Bei der Destillationsgeschwindigkeit von 7 L/h erreichte das durchschnittliche Apfeldestillat am N-Punkt eine Alkoholkonzentration von 80,8 % vol (sd = 3,5). Bei einer Destillation mit 13 L/h war die Alkoholkonzentration am N-Punkt 76,8 %vol (sd = 4,1), also signifikant niedriger (Tab. 32, Anhang).

Umgekehrt verhielt es sich bei der Essigsäurekonzentration am N-Punkt. Bei der langsamen Destillation erreichte das Destillat am N-Punkt eine Konzentration an

Essigsäure von 10,5 mg/L (sd = 5,3), bei der schnellen Destillation 13,8 mg/L (sd = 3,1).

Besonders interessant war das Ergebnis, dass die Leitfähigkeit am N-Punkt signifikant von der Gärtemperatur der Maische beeinflusst wurde. Eine niedrigere Gärtemperatur hatte eine höhere Leitfähigkeit am N-Punkt zur Folge. Die Ursache hierfür lag vermutlich in der Stoffwechselbiochemie der Hefen. Je niedriger die Gärtemperatur ist, desto mehr Gärnebenprodukte wie Carbonsäuren, Ester oder andere aromatische Verbindungen werden von den Mikroorganismen erzeugt (WÜRDEG und WOLLER, 1998). Dieses Mehr an Inhaltsstoffen kann in weiterer Folge die Leitfähigkeit beeinflussen. Allem Anschein nach waren die analysierten Inhaltsstoffe nicht jene die die Leitfähigkeit beeinflussten. Denn signifikant höhere Inhaltsstoffe (Tetradecansäureethylester, Hexadecansäureethylester, Linolsäureethylester und Linolensäureethylester) am N-Punkt wurden bei den Destillaten festgestellt, deren Maische bei Raumtemperatur vergoren wurde. Wobei Ethylester generell einen geringeren Einfluss auf die Leitfähigkeit haben, als Carbonsäuren (MAITLAND, 2000).

NUSSER (2003) beschrieb einen Einfluss der Gärtemperatur auf den Gehalt höherer Alkohole sowohl bei Rau- als auch bei Feinbränden. Dem zu Folge führte eine Absenkung der Gärtemperatur zu einer Reduktion der höheren Alkohole (im besonderen der Verbindungen 2-Methyl-1-propanol, 2-Methyl-1butanol, 3-Methyl-1-butanol und 2-Phenylethanol) im Destillat. In den hier vorliegenden Ergebnissen, konnte jedoch kein Zusammenhang zwischen Gärtemperatur und der Konzentration an 2-Phenylethanol gefunden werden.

Tab. 25: Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der Gleich- und Gegenstromdestillationen am N-Punkt von Apfeldestillaten.

(MW = Mittelwert, gg = Gegenstromdestillation, gl = Gleichstromdestillation, ges = Gesamtheit aller Destillate, SD = Standardabweichung, Gelbe Füllfarbe = Signifikanz ist größer als 95%, * Signifikanz 95%)

Parameter	MW gl	SD	MW gg	SD	MW ges	SD	Signifikanz
Alkoholgehalt %vol	69,7	7,3	78,8	4,1	76,3	6,4	*0,024
Leitfähigkeit	1	0	1,4	0,5	1,3	0,5	0,256
pH-Wert	5,8	0,5	5,6	0,4	5,7	0,3	0,647
titrierbare Säure	18,51	11,9	28,89	11,5	26,06	12	0,219
Trübung	4,7	0,4	4,2	0,9	4,3	0,8	0,364
Trübung 30%vol	19,4	8,9	31,9	7,6	28,4	9,5	*0,045
Trübung 30%vol, 4°C	29,3	17,9	43,4	7,4	39,5	12,1	0,084
Trübung 35%vol	18,1	9,8	27,2	6,9	24,7	8,4	0,112
Trübung 35%vol, 4°C	26,8	17,3	42,1	10,8	37,9	13,9	0,104
Trübung 40%vol	16,1	8,1	16,8	2,8	16,6	4,3	0,803
Trübung 40%vol, 4°C	18,4	9,6	27,1	3,7	24,7	6,7	*0,048
2-Phenylethanol	6,56	6,5	5,2	2,8	5,5	3,4	0,642
Essigsäure	1,7	0,8	12,1	4,4	10,1	5,9	*0,012
Propansäure	0,2	0,4	0,5	0,2	0,4	0,2	0,255
Milchsäureethylester	75,1	33,9	39,4	45	88,9	41,9	0,631
Butansäure	0,2	0,01	0,04	0,1	0,08	0,1	0,059
Isobutansäure	0,5	0,2	2	0,9	1,7	1,1	0,06
Pentansäure	0	0	0	0	0	0	0
Isopentansäure	0,7	0,4	2,8	1,3	2,5	1,5	0,057
Hexansäure	2,1	0,9	5,2	2,3	4,6	2,5	0,107
Octansäure	5	3,7	14,4	7,3	12,5	7,7	0,126
Octansäureethylester	0	0	51,3	50,3	41,1	49,4	0,205
Decansäure	7,1	6,6	15,5	7,8	13,8	8	0,202
Decansäureethylester	0,8	0,3	84,2	53,9	67,5	59,1	0,069
Dodecansäure	3,5	3,6	4,9	2,4	4,6	2,5	0,516
Dodecansäureethylester	0,7	0,6	31	19,2	24,9	21,2	0,065
Tetradecansäureethylester	0,7	0,7	3,3	2,3	2,7	2,3	0,169
Hexadecansäureethylester	9,8	9,5	11,1	4,6	10,8	5,3	0,718
Linolsäureethylester	15	12,6	11,1	6,2	11,9	7,1	0,528
Linolensäureethylester	4,4	3,3	3,1	1,7	3,4	1,9	0,451

6.6 Signifikante Korrelationen am N-Punkt

Grundlage zur Erstellung der Tab. 26 a-c und 27 a-h war die Berechnung der Korrelation nach Pearson mit anschließender Signifikanzprüfung. Die Korrelation nach Pearson ist ein dimensionsloses Maß für den Grad des linearen Zusammenhanges zwischen zwei Merkmalen (RÖNZ und STROHE, 1994).

In den Tab. 26 a-c und 27 a-h sind jene Korrelationen angeführt, die für den jeweiligen Parameter (linke Spalte) signifikant (größer als 95% in der mittleren Spalte und größer als 99% in der rechten Spalte) sind.

Von besonderer Bedeutung war die signifikante Korrelation zwischen der Alkoholkonzentration und der 2-Phenylethanolkonzentration beider Obstarten am N-Punkt (Tab. 26b und 27d). Auch GUAN (1997) beschrieb eine Korrelation zwischen der 2-Phenylethanolkonzentration am N-Punkt und der Nachlaufabtrennung. Im Mittel lag die Konzentration an 2-Phenylethanol am N-Punkt der Marillendestillate bei 3,2 mg/100mL r.A. (sd = 1,6) und bei 5,5 mg/100mL r.A. (sd = 3,4) bei Apfeldestillaten. Im Vergleich dazu gab GUAN (1997) eine 2-Phenylethanolkonzentration im Umschlagbereich des Nachlaufes von 4,7 mg/100mL r.A. (sd = 3,4) unabhängig von der Obstart an.

Weiters war zu erkennen, dass die langkettigen Ethylester – wie bereits in Kapitel 6.5 diskutiert – zu Trübungen am N-Punkt beitrugen (Tab. 26 a, 27a, 27b und 27c).

Auch der signifikante Zusammenhang von kurzkettigen Fettsäuren und pH-Wert und titrierbarer Säure wurde in Kapitel 6.4 beschrieben (Tab. 26a und 27a).

Interessant war auch die signifikante Korrelation zwischen Leitfähigkeit und Octansäure am N-Punkt beider Obstarten. Allem Anschein nach beeinflusste die Octansäurekonzentration am N-Punkt die Leitfähigkeit (Tab. 26b und 27f).

Tab. 26a: Signifikante Korrelation am N-Punkt der Marillendestillate

Physikalische Parameter

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Alkoholgehalt in der Flasche in %vol	Trübung 40%vol kalt	2-Penylethanol Octansäureethylester Decansäureethylester
Leitfähigkeit nach 1 h in $\mu\text{S}/\text{cm}^2$	Octansäure	Essigsäure
pH-Wert	2-Phenylethanol	Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure
TA ber. als Essigsäure	Decansäure	Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure
Originaltrübung in TE/F		
Trübung bei 30 %vol warm in TE/F	Propansäure Tetradecansäureethylester	Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol kalt Decansäureethylester Dodecansäureethylester
Trübung bei 30 %vol kalt in TE/F	Propansäure Tetradecansäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol kalt Decansäureethylester Dodecansäureethylester
Trübung bei 35 %vol warm in TE/F	Trübung 30%vol kalt Trübung 40%vol warm Propansäure	Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol kalt Dodecansäureethylester Tetradecansäureethylester
Trübung bei 35 %vol kalt in TE/F	Trübung 40%vol warm Tetradecansäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 40%vol kalt Decansäureethylester Dodecansäureethylester
Trübung bei 40 %vol warm in TE/F	Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol kalt Hexadecansäureethylester	
Trübung bei 40 %vol kalt in TE/F	Trübung 40%vol warm Octansäureethylester	Alkoholgehalt in der Flasche Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%warm Trübung 35% kalt Decansäureethylester Dodecansäureethylester

Tab. 26b: Signifikante Korrelation am N-Punkt der Marillendestillate

2-Phenylethanol und Monocarbonsäuren

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
2-Phenylethanol (mg/100 mL rA)	pH-Wert Octansäureethylester Decansäure	Alkoholgehalt in der Flasche Dodecansäure
Essigsäure (mg/L rA)	Milchsäure	Leitfähigkeit
Propansäure (mg/100 mL rA)	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm	
Butansäure (mg/100 mL rA)		
Isobutansäure (mg/100 mL rA)		TA Isopentansäure Hexansäure
Pentansäure (mg/100mL rA)		
Isopentansäure (mg/100mL rA)	Octansäure Decansäure	TA Isobutansäure Hexansäure
Hexansäure (mg/100 mL rA)		pH-Wert TA Isobutansäure Isopentansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure
Octansäure (mg/100 mL rA)	TA Isopentansäure Tetradecansäureethylester	pH-Wert Hexansäure Decansäure Dodecansäure
Decansäure (mg/100 mL rA)	TA 2-Phenylethanol	pH-Wert Isopentansäure Hexansäure Octansäure Dodecansäure
Dodecansäure (mg/100 mL rA)		pH-Wert 2-Penylesthanol Hexansäure Octansäure Decansäure

Tab. 26c: Signifikante Korrelation am N-Punkt der Marillendestillate

Ethylsäureester

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Milchsäureethylester (mg/100 mL rA)	Essigsäure Octansäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester	
Octansäureethylester (mg/100 mL rA)	Alkoholgehalt in der Flasche Leitfähigkeit Trübung 40%vol kalt 2-Phenylethanol Milchsäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester	Decansäureethylester
Decansäureethylester (mg/100 mL rA)	Alkoholgehalt in der Flasche Linolensäureethylester	Trübung bei 30%vol warm Trübung bei 30%vol kalt Trübung bei 35%vol kalt Trübung bei 40%vol kalt Octansäureethylester Dodecansäureethylester
Dodecansäure (mg/100 mL rA)		pH-Wert 2-Penylesthanol Hexansäure Octansäure Decansäure
Dodecansäureethylester (mg/100 mL rA)	Tetradecansäureethylester	Trübung bei 30%vol warm Trübung bei 30%vol kalt Trübung bei 35%vol kalt Trübung bei 40%vol kalt Decansäureethylester
Tetradecansäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung bei 30%vol warm Trübung bei 30%vol kalt Trübung bei 35%vol kalt Octansäureethylester Dodecansäureethylester	Trübung 35%vol warm
Hexadecansäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung 40%vol warm	Linolsäureethylester Linolensäureethylester
Linolsäureethylester (mg/100 mL rA)	Milchsäureethylester Octansäureethylester	Hexadecansäureethylester Linolensäureethylester
Linolensäureethylester (mg/100 mL rA)	Milchsäureethylester Octansäureethylester Decansäureethylester	Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester

Tab. 27a: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate

Physikalische Parameter

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Alkoholgehalt in der Flasche in %vol	TA Milchsäureethylester	pH-Wert 2-Phenylethanol Pentansäure
Leitfähigkeit nach 1 h in $\mu\text{S}/\text{cm}^2$	Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure	
pH-Wert	Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Hexadecansäureethylester	Alkoholgehalt in der Flasche TA Originaltrübung 2-Phenylethanol Essigsäure Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Decansäure Dodecansäure Linolsäureethylester Linolensäureethylester
TA ber. als Essigsäure	Alkoholgehalt in der Flasche Originaltrübung Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol kalt 2-Phenylethanol Hexadecansäureethylester	pH-Wert Trübung 40%vol warm Essigsäure Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Decansäure Dodecansäure Linolsäureethylester Linolensäureethylester
Originaltrübung in TE/F	TA Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Milchsäureethylester Pentansäure Hexadecansäureethylester	pH-Wert Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure

Tab. 27b: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate

Trübungen bei 30%vol und 35%vol

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Trübung bei 30 %vol warm in TE/F	Originaltrübung Propansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Decansäureethylester	Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Isobutansäure Dodecansäureethylester Tetradecansäureethylester Hexadecansäureethylester
Trübung bei 30 %vol kalt in TE/F	Originaltrübung Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Propansäure Decansäureethylester Dodecansäureethylester Tetradecansäureethylester Hexadecansäureethylester
Trübung bei 35 %vol warm in TE/F	TA Originaltrübung Propansäure Decansäure Dodecansäure Dodecansäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Tetradecansäureethylester Hexadecansäureethylester
Trübung bei 35 %vol kalt in TE/F	TA Propansäure Milchsäureethylester Decansäureethylester Dodecansäure Dodecansäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Tetradecansäureethylester Hexadecansäureethylester

Tab. 27c: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate

Trübungen bei 40%vol

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Trübung bei 40 %vol warm in TE/F	pH-Wert Essigsäure Milchsäureethylester Pentansäure Tetradecansäureethylester Linolsäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol kalt Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester
Trübung bei 40 %vol kalt in TE/F	pH-Wert TA Essigsäure Milchsäureethylester Pentansäure Linolsäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Tetradecansäureethylester Hexadecansäureethylester

Tab. 27d: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate
2-Phenylethanol und Monocarbonsäuren der Reihe C2-C4

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
2-Phenylethanol (mg/100 mL rA)	TA Isobutansäure Isopentansäure Dodecansäure	Alkoholgehalt in der Flasche pH-Wert Milchsäureethylester Pentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure
Essigsäure (mg/L rA)	Milchsäureethylester Hexansäure	pH-Wert TA Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Isobutansäure Isopentansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester
Propansäure (mg/100 mL rA)	Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol warm Butansäure	Trübung 30%vol kalt Octansäureethylester Decansäureethylester Dodecansäureethylester Tetradecansäureethylester
Butansäure (mg/100 mL rA)	Propansäure	
Isobutansäure (mg/100 mL rA)	Leitfähigkeit Trübung 30%vol kalt 2-Phenylethanol	pH-Wert TA Originaltrübung Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Essigsäure Milchsäureethylester Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester

Tab. 27e: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate
Monocarbonsäuren der Reihe C5 und C6

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Pentansäure (mg/100mL rA)	Leitfähigkeit Originaltrübung Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Linolsäureethylester Linolensäureethylester	Alkoholgehalt in der Flasche pH-Wert TA Milchsäureethylester Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure
Isopentansäure (mg/100mL rA)	Leitfähigkeit Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt 2-Phenylethanol	pH-Wert TA Originaltrübung Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Essigsäure Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester
Hexansäure (mg/100 mL rA)	Alkoholgehalt in der Flasche Leitfähigkeit Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Essigsäure Linolensäureethylester	pH-Wert TA Originaltrübung Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt 2-Phenylethanol Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester

Tab. 27f: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate
Monocarbonsäuren der Reihe C8-C11

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Octansäure (mg/100 mL rA)	Leitfähigkeit Trübung 30%vol warm	pH-Wert TA Originaltrübung Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt 2-Phenylethanol Essigsäure Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Decansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester
Decansäure (mg/100 mL rA)	Leitfähigkeit Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol warm	pH-Wert TA Originaltrübung Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt 2-Phenylethanol Essigsäure Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Dodecansäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester Linolensäureethylester
Dodecansäure (mg/100 mL rA)	Leitfähigkeit Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt 2-Phenylethanol Hexadecansäureethylester	pH-Wert TA Originaltrübung Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Essigsäure Milchsäureethylester Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Linolsäureethylester Linolensäureethylester

Tab. 27g: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate
Ethylsäureester bis C14

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Milchsäureethylester (mg/100 mL rA)	Alkoholgehalt in der Flasche Leitfähigkeit Originaltrübung Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Essigsäure Hexadecansäureethylester Linolsäureethylester	pH-Wert TA 2-Phenylethanol Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure
Octansäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung 30%vol kalt Tetradecansäureethylester	Propansäure Decansäureethylester Dodecansäureethylester
Decansäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt	Trübung 30%vol kalt Propansäure Octansäureethylester Dodecansäureethylester Tetradecansäureethylester
Dodecansäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung 30%vol warm Trübung 35%vol kalt	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Propansäure Octansäureethylester Decansäureethylester Tetradecansäureethylester
Tetradecansäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Octansäureethylester Hexadecansäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Propansäure Decansäureethylester Dodecansäureethylester

Tab. 27h: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate

Ethylsäureester ab C16

Parameter	Signifikant 95%	Signifikant 99%
Hexadecansäureethylester (mg/100 mL rA)	pH-Wert TA Originaltrübung Milchsäureethylester Dodecansäure Tetradecansäureethylester Linolsäureethylester	Trübung 30%vol warm Trübung 30%vol kalt Trübung 35%vol warm Trübung 35%vol kalt Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Essigsäure Isobutansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure
Linolsäureethylester (mg/100 mL rA)	Trübung 40%vol warm Trübung 40%vol kalt Milchsäureethylester Pentansäure Hexansäure	pH-Wert TA Originaltrübung Essigsäure Isobutansäure Pentansäure Isopentansäure Hexansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Linolensäureethylester
Linolensäureethylester (mg/100 mL rA)	Pentansäure Hexansäure	pH-Wert TA Essigsäure Isobutansäure Isopentansäure Octansäure Decansäure Dodecansäure Linolsäureethylester

7 Schlussfolgerungen

Nachlaufabtrennung anhand der Alkoholkonzentration

Die Alkoholkonzentration eines Destillates ist, wie schon in Kapitel 2.4, 2.6 und 6.2.4 erörtert von verschiedenen Faktoren, wie Maischebeschaffenheit, Destillationsgeschwindigkeit, Verstärkung usw. abhängig. Wie auch ACHTER (2007) beschrieb, weisen Gleichstromdestillate am N-Punkt niedrigere Alkoholkonzentrationen auf, als Gegenstromdestillate (Kapitel 6.5.1 und 6.5.2). Weiters zeigen Gegenstromdestillate einen wesentlich steileren Abfall der Alkoholkonzentration rund um den N-Punkt, als Gleichstromdestillate (Kapitel 6.5.1 und Abb. 75).

Wie bereits ACHTER (2007) beschrieb, gibt es eine signifikante Korrelation zwischen der Alkoholkonzentration am N-Punkt und der titrierbaren Säure berechnet als Essigsäure.

Weiters besteht eine signifikante Korrelation zwischen der Alkoholkonzentration am N-Punkt und der Konzentration an 2-Phenylethanol. Wie auch GUAN (1997) beschrieb, steigt mit sinkender Alkoholkonzentration der Gehalt an 2-Phenylethanol im Destillat.

Möchte man eine Nachlaufabtrennung anhand der Alkoholkonzentration vornehmen, muss sowohl die verwendete Obstart, als auch die Destillationsart berücksichtigt werden. In Summe gesehen, stellt die Bestimmung der Alkoholkonzentration eher eine Annäherung an den Umschlagpunkt dar, als ein Kriterium zur Nachlaufabtrennung. Eventuell könnte ein Richtwert angegeben werden, ab dem mit hoher Wahrscheinlichkeit der N-Punkt folgt. Abhängig von der Destillationsart, müsste ein Brenner, dann erst ab diesem Richtwert, das Destillat fraktioniert auffangen und sensorisch beurteilen.

Nachlaufabtrennung anhand der Messung der Geistrohrtemperatur

Da die Geistrohrtemperatur von dem Alkoholgehalt in der Dampfphase abhängig ist, ist die Nachlaufabtrennung anhand der Geistrohrtemperatur eigentlich eine Abtrennung anhand der Alkoholkonzentration. Geübte Brenner können so, anhand von Erfahrungswerten, während der Destillation bestimmen, wie weit fortgeschritten ein Destillationsverlauf ist.

Die Ergebnisse der Untersuchung der Geistrohrtemperatur am Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf korrelierten mit den Ergebnissen der Untersuchung der Alkoholkonzentration am N-Punkt. Zu beachten ist aber, dass mit sinkender Alkoholkonzentration, die Geistrohrtemperatur stieg.

Wie auch in Kapitel 6.2.6 erwähnt, ist die Geistrohrtemperatur eher als Indikator für den Verlauf der Destillation anzusehen, und weniger als Kriterium zur Nachlaufabtrennung.

Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung des pH-Wertes

Der pH-Wert sank mit zunehmender Konzentration an Gesamtsäure stetig im Verlauf der Destillation, wie auch GUAN (1997) und ACHTER (2007) beschrieben.

ACHTER (2007) gab den pH-Wert am N-Punkt von Obstdestillaten mit 4,94 – 6,00 an, abhängig von der Konzentration der Gesamtsäuren am N-Punkt. Laut GUAN (1997) sinkt der pH-Wert am N-Punkt und in den unmittelbar darauf folgenden Fraktionen auf unter 4,00. Weder die hier vorliegenden Daten, noch die von ACHTER (2007) veröffentlichten Ergebnisse zeigen ein so starkes Absinken des pH-Wertes entlang der Nachlaufabtrennung an, wie von GUAN (1997) beschrieben.

Die pH-Wertbestimmung ist eine einfache Analysemethode, die kaum fehleranfällig und preiswert ist. Zur exakten Nachlaufabtrennung eignet diese sich jedoch nicht. Abhängig von der Obstart, der Beschaffenheit der Früchte, der Maischeverarbeitung und Lagerung schwankt der pH-Wert am N-Punkt. Es kann also kein pH-Wert angegeben werden, an dem eine Nachlaufabtrennung sinnvoll wäre. Auch die Destillationsart (Gleich-, oder Gegenstromdestillation) nimmt – wenn auch

nur im geringen Ausmaß – Einfluss auf den pH-Wert am N-Punkt, wobei Brände die ohne Verstärkung destilliert wurden, niedrigere pH-Werte aufwiesen.

Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung der titrierbaren Säure

Die Konzentration der titrierbaren Säuren am N-Punkt lagen unter den in der Literatur angegebenen Werten, was in Kapitel 6.2.1 erörtert wurde. Durchschnittlich wiesen Gegenstromdestillate am N-Punkt eine Konzentration an titrierbarer Säure berechnet als Essigsäure von 105 mg/L r.A. (sd = 66,9) (Marillenbrände) und 28,9 mg/L r.A. (sd = 11,5)(Apfelbrände) auf. Gleichstromdestillate wiesen niedriger Konzentrationen an titrierbarer Säure am N-Punkt auf.

Weiters zeigen die vorliegenden Untersuchungen, dass die Anlagengröße einen signifikanten Effekt auf den Gehalt an titrierbarer Säure berechnet als Essigsäure am N-Punkt von Marillendestillaten hatte. Wobei Gegenstromdestillate, die mit der Großen Anlage destilliert wurden, signifikant niedrigere Gehalte aufwiesen.

GUAN (1997) beschreibt, dass die Konzentration an titrierbarer Säure im Mittellauf von 50 mg/L r.A. auf 120 mg/L r.A. am N-Punkt stetig ansteigt. ACHTER (2007) gibt hingegen eine Konzentration von 34-57 mg/L r.A. am N-Punkt an. Da die Gesamtsäure den pH-Wert beeinflusst, kann somit auch erklärt werden, warum GUAN (1997) niedrigere pH-Werte am N-Punkt angibt. Ungeachtet dessen, muss berücksichtigt werden, dass weder GUAN (1997), noch ACHTER (2007) bei diesen Angaben die Obstarten berücksichtigt haben.

So ist, wie in Kapitel 6.2.1 erörtert, die Konzentration an titrierbarer Säure bei Marillendestillaten höher, als bei Apfeldestillaten, und Gegenstrombrände weisen am N-Punkt einen höheren Gehalt an Gesamtsäure auf, als Gleichstrombrände.

Die Ermittlung der titrierbaren Säure eines Brandes ist eine relativ einfache und aufschlussreiche Methode. Als Methode zur Vorhersage der Nachlaufabtrennung ist sie jedoch kaum geeignet. Auf Grund der großen Konzentrationsschwankungen entlang und direkt am N-Punkt der untersuchten Brände, ist es nicht möglich, einen konkreten Wert anzugeben, an dem eine Nachlaufabrennung sinnvoll wäre. Bei Gegenstromdestillaten könnte ein vermehrter Anstieg der titrierbaren Säure entlang des Umschlagbereiches einen Hinweis auf den Zeitpunkt der Nachlaufabtrennung geben.

Dies würde jedoch voraussetzen, dass während der Destillation die Bestimmung der titrierbaren Säure erfolgt, um einen solchen Anstieg zu erkennen.

Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung der Leitfähigkeit

In Kapitel 6.2.3 konnte gezeigt werden, dass es zu einer Zunahme der Leitfähigkeit im Bereich des N-Punktes kam, wenn die Bestimmung der Leitfähigkeit unmittelbar nach der Destillation erfolgte. Ein Anstieg der Leitfähigkeit war unabhängig von der Obstart, der Destillationsgeschwindigkeit und der Destillationsart. Wie ACHTER (2007), konnte auch hier kein signifikanter Zusammenhang zwischen Nachlaufabtrennung und einer Veränderung der Leitfähigkeit beobachtet werden.

Unabhängig von der Obstart, korreliert die Leitfähigkeit am N-Punkt signifikant mit der Konzentration an Octansäure. Bei Marillendestillaten besteht weiters eine signifikante Korrelation zwischen Leitfähigkeit und Essigsäurekonzentration am N-Punkt. Am N-Punkt der Apfeldestillate korreliert die Leitfähigkeit signifikant mit den kurz- und mittelkettigen Monocarbonsäuren. Dies lässt den Schluss zu, dass mit Zunahme der Konzentration der Monocarbonsäuren, die Leitfähigkeit zunimmt.

Eine Leitfähigkeitsbestimmung im Verlauf der Destillation, oder unmittelbar nach dieser, könnte einen Hinweis auf den Abtrennzeitpunkt des Nachlaufes geben. Technisch ist dies durchaus möglich, da die Bestimmung der Leitfähigkeit einfach und schnell erfolgt. Auch eine Probenaufbereitung ist zur Messung der Leitfähigkeit nicht nötig. Zu beachten ist, dass der Anstieg der Leitfähigkeit im Bereich von $1\mu\text{S}/\text{cm}$ maximal als Hinweis auf einen Übergang von Mittellauf zu Nachlauf darstellt. Bei den untersuchten Proben wurde der Leitfähigkeitsanstieg kurz vor, direkt am, oder unmittelbar nach dem evaluierten Umschlagpunkt beobachtet. Um bessere Aussagen zu treffen, wäre es nötig bei einem größeren Probenumfang hinsichtlich des Leitfähigkeitsverhaltens rund um den N-Punkt zu untersuchen.

Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung der Trübung

Da sich im Verlauf der Destillation, vor allem im Nachlaufbereich, trübungsverursachende Inhaltsstoffe anreichern, wurde in diesen Versuchen überprüft, ob ein signifikanter Zusammenhang zwischen der Trübung der Destillatproben und der Nachlaufabtrennung besteht.

Wie vermutet, nahm die Trübung (sowohl mit, als auch ohne Verdünnung) im Verlauf der Destillation stetig zu. Wobei die maximalen Steigerungen im Nachlauf und nicht am N-Punkt auftraten. Bei einigen Destillaten kam es nach Erreichen eines Trübungsmaximums im Nachlauf, zu einem Absinken der Trübung am Ende der Destillation.

Marillendestillate, die mit Verstärkung gebrannt wurden, wiesen am N-Punkt signifikant höhere Trübungen ($TE/F = 6,2$ ($sd=0,8$)) auf, als Marillendestillate, die ohne Verstärkung gebrannt wurden ($TE/F = 4,6$ ($sd=1,2$)) (Kapitel 6.5.1). Im Vergleich dazu lagen die durchschnittlichen Trübungen bei Apfelfdestillaten am N-Punkt bei $TE/F = 4,2$ ($sd=0,9$) bei Gegenstromdestillation und $TE/F = 4,7$ ($sd=0,4$) bei Gleichstromdestillation. Signifikante Unterschiede hinsichtlich der Trübung am N-Punkt, abhängig von der Destillationsart, konnten bei Marillendestillaten bei allen Verdünnungsstufen festgestellt werden. Signifikant unterschiedliche Trübungen konnten bei Apfelfdestillaten am N-Punkt nur bei der Bestimmung der Trübung nach vorangegangener Verdünnung der Probe auf 30 %vol, bzw. 40 %vol und anschließender Kühlung auf 4 °C, nachgewiesen werden (Kapitel 6.5.2). Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Destillationsart die Trübung am N-Punkt signifikant beeinflusst.

Die Destillationsgeschwindigkeit hat jedoch keinen signifikanten Einfluss auf die Trübung am N-Punkt (Kapitel 6.3).

Wie auch ACHTER (2007) beschrieb, gibt es am N-Punkt große Schwankungen bei den ermittelten Trübungen (sowohl mit als auch ohne Verdünnung). Somit konnte kein Trübungswert (sowohl mit, als auch ohne Verdünnung) angegeben werden, bei dem eine Nachlaufabtrennung sinnvoll wäre.

Wie in Kapitel 6.4.5 und 6.6.2 erörtert, haben die kurz- und mittelkettigen Monocarbonsäuren (C4-C10) Einfluss auf die Trübung im Bereich des N-Punktes bei beiden untersuchten Obstarten.

Es wurde, wie bei ACHTER (2007), kein Zusammenhang entdeckt, der eine Nachlaufabtrennung mittels Trübungsbestimmung ermöglicht. Weiters ist die Versuchsanordnung kaum in der Praxis umsetzbar. Abgesehen von den Anschaffungskosten für einen Trübungsphotometer, ist zu berücksichtigen, dass diese Methode äußerst zeitaufwendig ist. Außerdem können auf Grund der vielen Zwischenschritte häufig Fehler entstehen.

Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung der 2-Phenylethanolkonzentration

GUAN (1997) beschrieb einen Zusammenhang der Konzentration an 2-Phenylethanol und dem Nachlauf von Destillaten. Weiters ging GUAN (1997) davon aus, dass eine Nachlaufabtrennung durch Bestimmung der 2-Phenylethanolkonzentration möglich wäre. Wie in Kapitel 6.2.7 und 6.4 erörtert, konnte an Hand der vorliegenden Ergebnisse, gezeigt werden, dass die Konzentration an 2-Phenylethanol im Verlauf der Destillation entlang des N-Punktes stetig steigt. Auch ein signifikanter Zusammenhang zwischen der Konzentration an 2-Phenylethanol und dem Alkoholgehalt am N-Punkt konnte nachgewiesen werden. Wobei die Konzentration an 2-Phenylethanol mit sinkendem Alkoholgehalt stieg (Kapitel 6.3.2). Aufgrund der Abhängigkeit der Geistrohrtemperatur von der Alkoholkonzentration in der Dampfphase, korreliert auch die Geistrohrtemperatur mit der Konzentration an 2-Phenylethanol am N-Punkt.

Im Mittel lag die Konzentration an 2-Phenylethanol am N-Punkt der Marillendestillate bei 3,2 mg/100mL r.A. (sd = 1,6) und bei 5,5 mg/100mL r.A. (sd = 3,4) bei Apfeldestillaten. Im Vergleich dazu gibt GUAN (1997) eine 2-Phenylethanolkonzentration im Umschlagbereich des Nachlaufes von 4,7 mg/100mL r.A. (sd = 3,4) unabhängig von der Obstart an. Aus den Vorliegenden Daten kann demzufolge nur ein Richtwertbereich definiert werden, ab dem eine Nachlaufabtrennung sinnvoll wäre. Dieser würde im Bereich von 3,2 – 5,5 mg/100mL

r.A. liegen, wobei zu beachten ist, dass Steinobstdestillate im unteren Richtwertbereich, Kernobstdestillate im oberen Richtwertbereich liegen.

Weiters konnte eine signifikante Korrelation (unabhängig von der Obstart) zwischen 2-Phenylethanol und der Konzentration an Decansäure und Dodecansäure am N-Punkt, bzw. zwischen 2-Phenylethanol und dem pH-Wert am N-Punkt festgestellt werden (Kapitel 6.4.6 und 6.6.3).

Um einen Richtwert zur Nachlaufabtrennung bestimmen zu können, bedarf es weiterer Forschungsarbeit in diesem Bereich. Weiters müsste eine Methode entwickelt werden, die es ermöglicht, die 2-Phenylethanolkonzentration im Verlauf der Destillation zeit- und kostengünstig zu bestimmen. Ohne diese Möglichkeit, ist eine Nachlaufabtrennung basierend auf der 2-Phenylethanolkonzentration im Destillat, bei Stein- und Kernobstdestillaten nicht sinnvoll.

Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung von Monocarbonsäuren und Ethylsäureestern

Wie schon KAIN und BANDION (1970) beschrieben, sind Carbonsäuren und deren Ester in allen Marillen- und Apfeldestillaten zu finden. WOIDICH (1978) postulierte ein sortenspezifisches Auftreten einzelner Carbonsäuren und deren Ester.

Wie GUAN (1997) beschrieb, konnte auch bei diesen Versuchen gezeigt werden, dass einige dieser Verbindungen im Nachlauf angereichert werden. Zu den Verbindungen die im Verlauf der Destillation zunehmen und im Nachlauf angereichert werden zählen 2-Phenylethanol, Butansäure, Isobutansäure, Hexansäure, Decansäure, Dodecansäure, Tetradecansäureethylester (Marille), Linolsäureethylester (Apfel) und Linolensäureethylester (Apfel).

Andere Verbindungen zeigen eine maximale Konzentration im Mittellauf. Ihre Konzentrationen nehmen entlang des N-Punktes ab. Zu diesen Verbindungen zählen: Propansäure, Octansäure, Octansäureethylester (Marille), Decansäureethylester und Dodecansäureethylester.

Von besonderem Interesse sind jene Inhaltsstoffe, die im Bereich des N-Punktes angereichert werden. Diese Verbindungen erreichen ihr Konzentrationsmaximum unmittelbar vor, am, oder unmittelbar nach dem N-Punkt. Folgende Substanzen

konnten mit dieser Eigenschaft identifiziert werden: Octansäureethylester (Apfel), Tetradecansäureethylester (Marille), Hexadecansäureethylester, Linolsäureethylester (Marille) und Linolensäureethylester (Marille). Wobei das Hauptaugenmerk auf die Verbindung Hexadecansäureethylester gelegt werden sollte, da diese unabhängig von der verwendeten Maische im Bereich des N-Punktes angereichert wird.

Weiters korreliert Hexadecansäureethylester, unabhängig von der verwendeten Obstart, signifikant mit der Trübung der Verdünnung auf 40 %vol am N-Punkt. Die Konzentration an Hexadecansäureethylester am N-Punkt wurde bei Marillendestillaten der Gegenstromreihe mit 38,7 mg/100mL r.A. (sd=9,7) und bei Marillendestillaten der Gleichstromreihe mit 17,6 mg/100mL r.A. (sd=9,8) bestimmt. Bei Marillendestillaten war die Konzentration an Hexansäureethylester signifikant von der Destillationsart abhängig. Einen signifikanten Unterschied hinsichtlich der Destillationsart wiesen Apfelbrände in Bezug auf die Konzentration an Hexadecansäureethylester am N-Punkt nicht auf. Gegenstromdestillate der Äpfel hatten am N-Punkt eine durchschnittliche Konzentration an Hexadecansäureethylester von 11,4 mg/100mL r.A. (sd=4,6) und Gleichstromdestillate von 9,8 mg/100mL r.A. (sd=9,5).

GUAN (1997) schreibt hingegen, dass langkettige Ester der Fettsäuren keinen „stabilen Nachlaufcharakter“ zeigen.

Wie in Kapitel 6.4 diskutiert, zeigten alle Brände der Versuchsreihe (mit Ausnahme der Gleichstrombrände der Äpfel) ein hohes Bestimmtheitsmaß ($R^2 > 0,7$) zwischen der Alkoholkonzentration entlang des N-Punktes und der Konzentrationen der C3-C8-Monocarbonsäuren. Die Pentansäure korrelierte signifikant mit der Alkoholkonzentration am N-Punkt der Apfelfestillate.

Pentansäure konnte in den vorliegenden Versuchen ausschließlich bei Marillendestillaten entlang des N-Punktes nachgewiesen werden. KAIN und BANDION (1970), WOIDICH (1978) und GUAN (1997) konnten Pentansäure in Apfelfestillaten nachweisen. GUAN (1997) gibt die Pentansäurekonzentration am N-Punkt von Apfelfestillaten im Bereich von „nicht nachweisbar“ - 6,6 mg/100mL r.A. an.

Weiters korrelieren die C4-C8-Monocarbonsäuren signifikant mit der Konzentration an titrierbarer Säure am N-Punkt unabhängig von der verwendeten Maische. Dies lässt den Schluss zu, dass die Fettsäuren mit 4-8 C-Atomen, die

Konzentration an titrierbarer Säure berechnet als Essigsäure besonders stark beeinflussen. GUAN (1997) postulierte eine Korrelation der C3 – C5 Fettsäuren und dem Gesamtsäuregehalt im Umschlagbereich zwischen Mittellauf und Nachlauf. Weiters berichtet GUAN (1997), dass C2 – C5 Fettsäuren später in das Destillat übergetrieben werden, als C6 – C12 Fettsäuren. Dies kann durch die hier vorliegenden Untersuchungen für die Substanzen Butansäure und Isobutansäure bestätigt werden. Nicht bestätigt kann jedoch das Ergebnis von GUAN (1997) werden, dass C6 – C12 Fettsäuren in Steinobstdestillaten niedrigere Konzentrationen aufweisen, als in Kernobstdestillaten. Möglich wäre, dass unterschiedliche Gärbedingungen diese Divergenz hervorrufen. Denn SPONHOLZ (1981) erklärt, dass die C6 – C12 Fettsäuren unterschiedlicher Obstdestillate hauptsächlich aus dem Stoffwechsel der Hefen stammen.

8 Resümee

Als mögliche Alternative zur sensorischen Nachlaufabtrennung bei Stein- und Kernobstdestillaten ist die Nachlaufabtrennung anhand der Alkoholkonzentration anzusehen. Jedoch ist zu beachten, dass der Alkoholgehalt am N-Punkt von den Parametern Obstart, Destillationsart, Destillationsgeschwindigkeit und Anlagengröße abhängig ist. Da die Geistrohrtemperatur von der Alkoholkonzentration des Destillates abhängig ist, ergibt sich die Möglichkeit, eine Nachlaufabtrennung anhand der Geistrohrtemperatur unter Beachtung der Parameter Obstart, Destillationsart, Destillationsgeschwindigkeit und Anlagengröße vorzunehmen.

Ebenso ist die Konzentration an titrierbarer Säure am N-Punkt der untersuchten Stein- und Kernobstdestillaten, von den Parametern Obstart, Destillationsart, Destillationsgeschwindigkeit und Anlagengröße abhängig. Trotz signifikanter Korrelation der Gesamtsäure mit der Alkoholkonzentration am N-Punkt, kann aufgrund der großen Schwankungsbreite, kein Richtwert angegeben werden, ab dem eine Nachlaufabtrennung durchgeführt werden sollte.

Der stetige Leitfähigkeitsanstieg (Messung unmittelbar nach der Destillation) von $1\mu\text{S}/\text{cm}$ im Bereich des N-Punktes, könnte einen Hinweis auf eine Nachlaufumstellung geben. Um diese Möglichkeit zu überprüfen, müssten weitere Untersuchungen zum Leitfähigkeitsverhalten von Obstdestillaten vorgenommen werden.

Eine Nachlaufabtrennung anhand der Bestimmung der Trübung, stellt keine mögliche Alternative zur sensorischen Nachlaufabtrennung dar. Es konnten keine relevanten Zusammenhänge zwischen Trübung und Nachlaufabtrennung gefunden werden.

In den vorliegenden Untersuchungen konnte jedoch gezeigt werden, dass die 2-Phenylethanolkonzentration entlang des N-Punktes stetig steigt. Weiters konnte eine signifikante Korrelation zwischen der Alkoholkonzentration und der 2-Phenylethanolkonzentration am N-Punkt von Stein- und Kernobstdestillaten nachgewiesen werden. Um jedoch einen exakten Richtwert anzugeben, an dem eine Nachlaufabtrennung zu erfolgen hat, bedarf es weiterer Forschungsarbeiten.

Die vorliegenden Ergebnisse deuten darauf hin, dass insbesondere die Ethylester der längerkettigen Monocarbonsäuren im Bereich der Nachlaufabtrennung, angereichert werden. Im Gegensatz dazu, treten die C3 – C8 Monocarbonsäuren erst im Nachlauf auf. Zur Identifikation des N-Punktes würden sich daher die Ethylester der C10 – C16 Fettsäuren eignen. Es bedarf jedoch weiterer Untersuchungen, um dies zu evaluieren.

9 Zusammenfassung

Ziel der Diplomarbeit war es, zu untersuchen, in wie weit es möglich ist anhand von Messungen physikalischer und chemischer Parameter der Destillatfraktionen den Nachlaufabtrennzeitpunkt (N-Punkt) zu bestimmen bzw. vorherzusagen.

Für die Versuche wurden Marillen und Äpfel verwendet, die zum Teil anhand geeigneter Versuchspläne verarbeitet wurden. Variiert wurden Gärtemperatur, Destillationsart (Gleich- und Gegenstromdestillation), Größe des Brenngerätes und Destillationsgeschwindigkeit. Die Destillate wurden fraktioniert (zu 150 mL) aufgefangen. Der N-Punkt wurde anschließend sensorisch bestimmt.

Während der Destillation wurden die Temperaturen an definierten Stellen der Destillationsanlage erfasst, sowie folgende physikalische und chemische Parameter untersucht: Alkoholgehalt, Geistrohrtemperatur, titrierbare Säure, pH-Wert, Leitfähigkeit und Trübungsverhalten. Weiters wurden im Bereich des N-Punktes die Gehalte bestimmter Inhaltsstoffe gaschromatographisch untersucht (2-Phenylethanol, Monocarbonsäuren und Ethylester).

Die Ergebnisse zeigen, dass weder der pH-Wert, noch der Gehalt an titrierbarer Säure und das Trübungsverhalten für die Bestimmung des N-Punktes geeignet sind.

Die Destillate weisen zwar eine Leitfähigkeitsänderung im Bereich des N-Punktes auf, genaue Vorhersagen bzw. Bestimmungen des N-Punktes scheinen dennoch anhand dieses Parameters nicht möglich zu sein.

Der Alkoholgehalt und die Geistrohrtemperatur sind von vielen Parametern abhängig (Wahl der Obstart, Destillationsart, Brenngerät und Destillationsgeschwindigkeit). Daher dienen Alkoholgehalt und Geistrohrtemperatur, nach bisherigen Erkenntnissen, als Anhaltspunkt bei der Bestimmung des N-Punktgebietes.

Vielversprechende Ergebnisse wurden bei den Parametern 2-Phenylethanol, sowie bei einigen Monocarbonsäuren und Ethylestern erzielt und diskutiert. Für genauere Aussagen hinsichtlich ihrer Eignung zur Bestimmung des N-Punktes, sind jedoch weitere Untersuchungen notwendig.

10 Summary

Aim of this diploma-work was to proof, if it is possible to determine or forecast the N-Point (time of tailing-separation), due to physical and chemical parameters.

For this experiment apricots and apples were distilled. They were partly processed based on experimental designs. Temperature of fermentation, method of distillation (current or countercurrent), size of distillation and speed of distillation were varied. The distillates were collected in 150 ml fractions. The N-Point was fixed sensorial.

During the distillation, the temperature was analyzed on determined parts of the distilling and the following physical and chemical parameters were analyzed: concentration of alcohol and acids, pH-level, temperature of distilling-pipe, conductivity and behavior of dullness. Next, 2-phenylethanol, monocarbonic-acids and ethylesters were analyzed by gas chromatography.

The results show, that neither pH-level, nor the concentrations of acids or the dullness have any effect on the N-Point-forecast.

Though there is a change in conductivity around the N-Point, it is not possible to forecast the N-Point due to the distillations conductivity.

The concentration of alcohol and the temperature of distilling-pipe depend on many parameters, such as kind of fruits, method of distillation, size of distilling and speed of distillation. On state of results, concentration of alcohol and temperature of distilling-pipe, serve as indication for N-Point-forecast.

Some interesting results were found and discussed due to the parameters 2-phenylethanol, monocarbonic-acids and ethylesters. For further predictions, more experiments were needed.

11 Literatur

- ACHTER, M: Vergleich verschiedener physikalischer/chemischer Messmethoden hinsichtlich ihrer Eignung zur Bestimmung des optimalen Nachlaufabtrennzeitpunktes.
Diplomarbeit, HBLAWO, Klosterneuburg (2007)
- ADAM, L. et al.: Brennereianalytik Band 1+2,
Qualitätskontrolle in der Brennerei und beim Spirituosenhersteller.
B. Behr's Verlag, Hamburg (1995)
- ADAM, L.; J. MEINL; N. CHRISTOPH und G. VERSINI: Beitrag zur Beurteilung von Williemsbirnenbränden und Zwetschgenwässern.
Kleinbrennerei 9 (1995), 188-199
- ALKOHOLSTEUER- UND MONOPOLGESETZ
Österreichisches Bundesgesetzblatt (1995)
- ANDE, B: Möglichkeiten der Aromaanreicherungen und Aromaverbesserung bei Obstbränden mit einfachen Destilliergeräten.
Diplomarbeit, HBLAWO, Klosterneuburg (2004)
- BANDION, F: Gaschromatographische Untersuchungen von Spirituosen.
Mitteilung Klosterneuburg 22, (1972), 253-260
- BERLITZ, H.-D.; W. GROSCH und P. SCHIEBERLE:
Lehrbuch der Lebensmittelchemie.
Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (2001)
- BAYER, H. und W. WALTER:
Lehrbuch der organischen Chemie.
S. Hirzel Verlag, Stuttgart (1984)
- CODEX ALIMENTARIUS AUSTRIACUS Kapitel B23 2.3.
- DGE, ÖGE, SGE, SVE: Referenzwerte für die Nährstoffzufuhr.
1. Auflage, Umschau/Braus Verlag, Frankfurt am Main (2000)
- ELMADFA, I.; J. BLACHFELNER und H. FREISLING:
2. Wiener Ernährungsbericht.
Im Auftrag der Bereichsleitung für Sozial- und Gesundheitsplanung sowie Finanzmanagement der Stadt Wien (2005)

- ELMADFA, I.; H. FREISLING und J.KÖNIG:
Österreichischer Ernährungsbericht 2003. 1. Auflage
Im Auftrag des Bundesministeriums für Gesundheit und Frauen, Sektion
IV, Wien (2003)
- ELMADFA, I. und C. LEITZMANN: Ernährung des Menschen.
Eugen Ulmer Verlag, Stuttgart (1998)
- VERORDNUNG (EG) NR 110/2008:
Verordnung des Europäischen Parlaments und des Rates (2008)
- FISCHER, M: Farbatlas der Obstsorten.
Eugen Ulmer Verlag, Stuttgart (2003)
- GÖLLES, A: Edelbrände; Erzeugung, Beurteilung, Verkostung.
Leopold Stocker Verlag, Graz (1998)
- GUAN, S: Untersuchungen zum Nachlaufcharakter von Destillatfraktionen aus
Obstmaischen. Dissertation, Fakultät I, Allgemeine und Angewandte
Naturwissenschaften der Universität Hohenheim (1997)
- HÄNSEL, H. und W. NEUMANN: Physik: Elektrizität, Optik, Raum und Zeit.
Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg (1993)
- HÄNSEL, H. und W. NEUMANN: Physik: Moleküle und Festkörper.
Spektrum Akademischer Verlag, Heidelberg (1996)
- HERRMANN, K: Inhaltsstoffe von Obst und Gemüse.
B. Behr's Verlag, Hamburg (1995)
- INNERHOFER, G: Das große Buch der Obstverarbeitung.
avBuch, Wien (2005)
- JUNG, O: Kernobstbrände, Fehler vermeiden.
Kleinbrennerei 9 (2003), 11-17
- KAHN, J.H. and H.A. CONNER: Rapid Gas-Liquid Chromatographic
Determination of Phenethyl Alcohols in Alcoholic Distillates.
Journal of the A.O.A.C. 55 (1972), 1155-1158
- KAIN, W. und F. BANDION: Gaschromatographische
Untersuchung von Spirituosen III.:
Über die fraktionierte Destillation und die Ausgiebigkeit von Marillen-,
Apfel-, Birnen-, und Kirschenbrände.
Mitteilungen Rebe und Wein (1970), 375-390

- KEPPEL, H. et al: Obstbau; Anbau und Verarbeitung.
Leopold Stocker Verlag, Graz (1991)
- KLEPPMANN, W: Taschenbuch Versuchsplanung. 3. Auflage
Carl Hanser Verlag, München (2003)
- KOLB, E. et al: Spirituosen-Technologie.
B. Behr's Verlag, Hamburg (2002)
- KRAPF, F: Einfluss der Destillationsgeschwindigkeit, Rektifikation und
Dephlegmation auf die Destillationsqualität von Cornus mas-Bränden.
Diplomarbeit, HBLAWO, Klosterneuburg (2005)
- MACHHOLZ, R. und H. LEWERENZ: Lebensmitteltoxikologie.
Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1989)
- MAITLAND, J: Organic Chemistry.
W.W. Norton & Company, New York (2000)
- MEINL, J: Veränderung der flüchtigen Inhaltsstoffe während der
Herstellung von Obstbränden. Dissertation,
Lehrstuhl für Allgemeine Lebensmitteltechnologie,
Technische Universität München (1995)
- NUSSER, R: Einfluss technologischer Verfahren auf toxikologisch relevante
Inhaltsstoffe von Obstmaischen und daraus hergestellten Destillaten.
Dissertation, Fakultät Wissenschaftszentrum Weihenstephan für
Ernährung, Landnutzung und Umwelt der Technischen Universität
München (2003)
- PFENNINGER, F: Gaschromatographische Untersuchung von
Fuselölen aus verschiedenen Gärprodukten.
Z. Lebensm. Unters. Forschung 1. Mitteilung: 119 (1963), 401-415
- PIEPER, H.J.; E.E. BRUCHMANN und E. KOLB:
Technologie der Obstbrennerei.
Eugen Ulmer Verlag, Stuttgart (1993)
- POSTEL, W., DRAWERT, F., ADAM, L.: Gaschromatographische
Bestimmung der Inhaltsstoffe von Gärungsgetränken.
Chem. Mikrobiol. Technol. Lebensm. 1 (1972) 224-235
- POSTEL, W. und L. ADAM: Gaschromatographische Charakterisierung und
Beurteilung von Spirituosen. Teil I-II.
Alkohol-Industrie 95 (1982), 278-298, 304-306

- RÖNZ, B. und H.G. STROHE: Lexikon Statistik.
Verlag Gabler, Wiesbaden (1994)
- SILBEREISEN, R.; G. GÖTZ und W. HARTMANN:
Obstsorten-Atlas, Kernobst, Steinobst, Beerenobst, Schalenobst.
Eugen Ulmer Verlag, Stuttgart (1996)
- SPONHOLZ, W.R. et al: Die Bildung von flüchtigen Fettsäuren durch
Saccaromyces-Hefen während der Vergärung von Traubemost.
Z. Lebensm. Unters. Forsch. 173 (1981), 297-300
- SPONHOLZ, W.R.; H.H. DITTRICH und N. BAUSCH: Flüchtige
Fettsäuren in Obstweinen, Obstdessertweinen und Obstbranntweinen.
Dtsch. Lebensmittelrundschau 85 (8) (1989), 247-251
- TOGGENBURG, E: Einfluss unterschiedlicher Brennverfahren auf
technologische, analytische und sensorische Kennwerte von
Zwetschkendestillaten.
Diplomarbeit, Department für Lebensmittelwissenschaften und –
technologie, Universität für Bodenkultur, Wien (2005)
- UHL, A. und H. SPRINGER: Handbuch Alkohol – Österreich:
Zahlen, Daten, Fakten, Trends.
Bundesministerium für soziale Sicherheit und Generationen,
Wien (2001)
- VOGT, E. et al: Der Wein; Bereitung, Behandlung, Untersuchung.
Eugen Ulmer Verlag, Stuttgart (1984)
- WOIDICH, H.; W. PFANNHAUSER und R. EBERHART:
Ergebnisse der gaschromatographischen – massenspektrometrischen
Untersuchungen der flüchtigen Inhaltsstoffe von Apfelbränden.
Mitteilungen Klosterneuburg 28 (1978), 56-63
- WTW: Handbuch TetraCon 325, WTW, Weilheim, Deutschland (2004)
- WTW: Handbuch SenTix H/HW, WTW, Weilheim, Deutschland (2006)
- WÜRDIG, G. und R. WOLLER: Chemie des Weines; Handbuch der
Lebensmitteltechnologie. Eugen Ulmer Verlag, Stuttgart (1998)
- WURM, H. et al.: Marillen, Anbau – Pflege – Verarbeitung.
Österreichischer Agrarverlag, Wien (2002)

12. Abbildungsverzeichnis

Abb. 1: Umwandlung von Zucker in Alkohol, Kohlendioxid und Energie.....	-8-
Abb. 2: Verwendete Äpfel	-35-
Abb. 3: Verwendete Marillen.....	-36-
Abb. 4: Edeltank.....	-38-
Abb. 5: Rührwerk.....	-38-
Abb. 6: Kleine Brennanlage.....	-40-
Abb. 7: Große Brennanlage.....	-40-
Abb. 8: Auswertung des Clinitestes.....	-48-
Abb. 9.: Fließschema der Marillendestillatherstellung	-54-
Abb. 10: Fließschema der Apfeldestillatherstellung.....	-56-
Abb. 11: Einmaischen der Marillen.....	-57-
Abb. 12:Walzenmühle von oben, während der Verarbeitung von Marillen	-57-
Abb. 13 Foto der Kühlung des Rührwerks	-58-
Abb. 14: Waschen der Äpfel.....	-59-
Abb. 15: Walzenmühle Seitenansicht	-59-
Abb. 16: Walzenmühle Vorderansicht und Befüllung der Pumpe	-60-
Abb. 17: Verlauf der Destillation des Brandes A2	-65-
Abb. 18: Verlauf der Destillation des Brandes A3	-66-
Abb. 19: Verlauf der Destillation des Brandes A4	-67-
Abb. 20: Verlauf der Destillation des Brandes A5	-68-
Abb. 21: Verlauf der Destillation des Brandes A8.....	-69-
Abb. 22: Verlauf der Destillation des Brandes A13	-70-
Abb. 23: Verlauf der Destillation des Brandes A14	-71-
Abb. 24: Verlauf der Destillation des Brandes A18	-72-
Abb. 25: Verlauf der Destillation des Brandes A19	-73-
Abb. 26: Verlauf der Destillation des Brandes A20	-74-
Abb. 27: Verlauf der Destillation des Brandes A21	-75-
Abb. 28: Verlauf der Destillation des Brandes M1.....	-76-
Abb. 29: Verlauf der Destillation des Brandes M2	-77-
Abb. 30: Verlauf der Destillation des Brandes M6.....	-78-
Abb. 31: Verlauf der Destillation des Brandes M8	-79-
Abb. 32: Verlauf der Destillation des Brandes M10	-80-

Abb. 33: Verlauf der Destillation des Brandes M11	-81-
Abb. 34: Verlauf der Destillation des Brandes M12	-82-
Abb. 35: Verlauf der Destillation des Brandes M14.....	-83-
Abb. 36: Verlauf der Destillation des Brandes M17	-84-
Abb. 37: Verlauf der Destillation des Brandes M19	-85-
Abb. 38: Verlauf der Destillation des Brandes M21.....	-86-
Abb. 39: Verlauf der Destillation des Brandes M22	-87-
Abb. 40: Verlauf der Destillation des Brandes M23.....	-88-
Abb. 41: Verlauf der Destillation des Brandes M24	-89-
Abb. 42: Verlauf der Destillation eines Raubrandes	-90-
Abb. 43: Verlauf der titrierbaren Säure (TA) der Apfeldestillate rund um den N-Punkt	-94-
Abb. 44: Verlauf der titrierbaren Säure (TA) der Marillendestillate rund um den N-Punkt	-94-
Abb. 45: Verlauf der titrierbaren Säure der Marillenbrände (Vergleich der Brenngeräte)	-96-
Abb. 46: Verlauf des pH-Wertes der Apfeldestillate entlang des N-Punktes	-98-
Abb. 47: Verlauf des pH-Wertes der Marillendestillate entlang des N-Punktes	-98-
Abb. 48: Verlauf der Leitfähigkeit I.....	-100-
Abb. 49: Verlauf der Leitfähigkeit II	-100-
Abb. 50: Verlauf der Leitfähigkeit III	-101-
Abb. 51: Verlauf der Leitfähigkeit IV	-101-
Abb. 52: Verlauf der Leitfähigkeit V.....	-102-
Abb. 53: Mittelwerte der Leitfähigkeitsmessungen der Marillendestillate	-104-
Abb. 54: Verlauf des Alkoholgehaltes rund um den N-Punkt der Apfeldestillate....	-106-
Abb. 55: Verlauf des Alkoholgehaltes rund um den N-Punkt der Marillendestillate	-106-
Abb. 56: Verlauf der originalen Trübung der Apfeldestillaten	-106-
Abb. 57: Verlauf der originalen Trübung der Marillendestillaten	-108-
Abb. 58: Trübung am N-Punkt der Apfelbrände der Gegenstromvarianten.....	-108-
Abb. 59: Trübung am N-Punkt der Apfelbrände der Gleichstromvarianten	-110-
Abb. 60: Trübung am N-Punkt der Marillenbrände der Gegenstromvarianten.....	-111-
Abb. 61: Trübung am N-Punkt der Marillenbrände der Gleichstromvarianten	-111-

Abb. 62: Verlauf der Trübung I.....	-112-
Abb. 63: Verlauf der Trübung II	-113-
Abb. 64: Verlauf der Trübung III	-113-
Abb. 65: Verlauf der Trübung IV	-114-
Abb. 66: Verlauf der Geistrohrtemperatur entlang des N-Punktes der Apfeldestillate	-114-
Abb. 67: Verlauf der Geistrohrtemperatur entlang des N-Punktes der Marillendestillate	-115-
Abb. 68: Inhaltsstoffe I	-116-
Abb. 69: Inhaltsstoffe I.....	-118-
Abb. 70: Inhaltsstoffe III	-119-
Abb. 71: Inhaltsstoffe IV	-121-
Abb. 72: Inhaltsstoffe V	-122-
Abb. 73: Inhaltsstoffe VI	-125-
Abb. 74: Inhaltsstoffe VII	-149-
Abb. 75: Vergleich der Destillationsarten I	-150-
Abb. 76: Vergleich der Destillationsarten II	-151-
Abb. 77: Vergleich der Destillationsarten III	-152-
Abb. 78: Mittelwerte der Trübungsbestimmungen am N-Punkt der Marillendestillate	-153-
Abb. 79: Vergleich der Destillationsarten IV	-154-
Abb. 80: Vergleich der Destillationsarten V	-157-
Abb. 81: Vergleich der Destillationsarten VI	-158-
Abb. 82: Vergleich der Destillationsart VII	-159-
Abb. 83: Vergleich der Destillationsgeschwindigkeit	-161-

13 Tabellenverzeichnis

Tab. 1: Alkoholkonsum in Österreich pro Kopf und Jahr	-31-
Tab. 2: Standardeinstellung der Destillationsparameter der kleinen Anlage, bei langsamer Destillation	-42-
Tab. 3: Standardeinstellung der Destillationsparameter der kleinen Anlage, bei schneller Destillation	-42-
Tab. 4: Standardeinstellung der Destillationsparameter der großen Anlage, bei langsamer Destillation	-43-
Tab. 5: Standardeinstellung der Destillationsparameter der großen Anlage, bei schneller Destillation	-43-
Tab. 6: Standardeinstellung bei Raubranddestillation	-44-
Tab. 7: Standardeinstellung der Destillationsanlage bei Gleichstromdestillation mit der großen Anlage	-44-
Tab. 8: Standardeinstellung der Destillationsanlage bei Gleichstromdestillation mit der kleinen Anlage	-44-
Tab. 9: Codierung der Marillendestillate	-52-
Tab. 10: Codierung der Apfeldestillate	-53-
Tab. 11: Gärverlauf der Marillenmaischen	-61-
Tab. 12: Gärverlauf der Apfelmaischen	-61-
Tab. 13: Ergebnisse der sensorischen Nachlaufabtrennung bei Marillendestillaten ...	-91-
Tab. 14: Ergebnisse der sensorischen Nachlaufabtrennung bei Apfeldestillaten	-91-
Tab. 15: Leitfähigkeit der 10 Fraktionen um den N-Punkt nach 48 Stunden	-105-
Tab. 16: Bestimmung der signifikanten Effekte der Apfeldestillate	-132-
Tab. 17: Bestimmung der signifikanten Effekte der Marillendestillate	-133-
Tab. 18: Bestimmtheitsmaß der Marillendestillate entlang des N-Punktes	-136-
Tab. 19: Bestimmtheitsmaß der Apfeldestillate entlang des N-Punktes	-138-
Tab. 20: Bestimmtheitsmaß der Gegenstromvarianten der Marillendestillate entlang des N-Punktes	-141-
Tab. 21: Bestimmtheitsmaß der Gegenstromvarianten der Apfeldestillate entlang des N-Punktes	-143-
Tab. 22: Bestimmtheitsmaß der Gleichstromvarianten der Marillendestillate entlang des N-Punktes	-145-

Tab. 23: Bestimmtheitsmaß der Gleichstromvarianten der Apfeldestillate entlang des N-Punktes	-147-
Tab. 24: Mittelwerte und Standardabweichungen von Marillendestillaten.....	-155-
Tab. 25: Mittelwerte und Standardabweichungen von Apfeldestillaten	-157-
Tab. 26a: Signifikante Korrelation am N-Punkt der Marillendestillate Physikalische Parameter	-163-
Tab. 26b: Signifikante Korrelation am N-Punkt der Marillendestillate 2-Phenylethanol und Monocarbonsäuren	-164-
Tab. 26c: Signifikante Korrelation am N-Punkt der Marillendestillate Ethylsäureester	-165-
Tab. 27a: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Physikalische Parameter	-166-
Tab. 27b: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Trübungen bei 30%vol und 35%vol	-167-
Tab. 27c: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Trübungen bei 40%vol	-168-
Tab. 27d: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate 2-Phenylethanol und Monocarbonsäuren der Reihe C2-C4	-169-
Tab. 27e: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Monocarbonsäuren der Reihe C5 und C6	-170-
Tab. 27f: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Monocarbonsäuren der Reihe C8-C11	-171-
Tab. 27g: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Ethylsäureester bis C14	-172-
Tab. 27h: Signifikante Korrelationen am N-Punkt der Apfeldestillate Ethylsäureester ab C16	-173-
Tab. 28: Gärverlauf der Apfelmaischen.....	-197-
Tab. 29: Gärverlauf der Marillenmaische.....	-198-
Tab. 30: Mittelwerte und Standardabweichungen I	-199-
Tab. 31: Mittelwerte und Standardabweichungen II	-200-
Tab. 32: Mittelwerte und Standardabweichungen III	-201-
Tab. 33 : Mittelwerte und Standardabweichungen IV	-202-

14. Abkürzungen

A	Apfeldestillate
Abb.	Abbildung
BT	Maische bei Raumtemperatur vergoren
bzw.	beziehungsweise
C2-C5	Monocarbonsäuren mit zwei bis fünf Kohlenstoffatomen
C6-C12	Monocarbonsäuren mit sechs bis zwölf Kohlenstoffatomen
°C	Grad Celsius
E	Edelstahltank
FB	Feinbrand
g	Gramm
gg	Gegenstromdestillation
gl	Gleichstromdestillation
h	Stunde
k	Kilo
L	Liter
LF	Leitfähigkeit
LF 1h	Leitfähigkeit gemessen nach 1 Stunde
LF 24h	Leitfähigkeit gemessen nach 24 Stunden
LF 48h	Leitfähigkeit gemessen nach 48 Stunden
μ	10E-6
M	Marillendestillate
mg	Milligramm
min	Minute
mL	Milliliter
MW	Mittelwert
N-Punkt	Umschlagpunkt zwischen Mittellauf und Nachlauf
NP	N-Punkt
°Oe	Grad Öchsle
pH	pH-Wert

R	Rührwerk tank
r.A.	reiner Alkohol (Ethanol)
R ²	Bestimmtheitsmaß
RB	Raubrand
RT	Maische im Rührwerk tank vergoren
S	Siemens
s	Sekunde
sd	Standardabweichung
TA	titrierbare Säure berechnet als Essigsäure
Tab.	Tabelle
TE/F	Trübungseinheit Formazin
TF	Trübungsfaktor
TFa	Trübung bei 30%vol
Tfaa	Trübung bei 30%vol und Kühlung auf 4°C
TFb	Trübung bei 35%vol
TFbb	Trübung bei 35%vol und Kühlung auf 4°C
TFc	Trübung bei 40%vol
TFcc	Trübung bei 40%vol und Kühlung auf 4°C
TG	Temperatur des Geistrohres
%vol	Alkoholgehalt in Volumprozent
vs	versus
z.B.	zum Beispiel

15. Anhang

Tab. 28: Gärverlauf der Apfelmaischen

Datum und Uhrzeit	Rührwertank	Edelstahltank
12.10.06 14:30	pH=3,00	pH=3,01
	17,2°C	17,3°C
	65°O	64°O
13.10.06 09:15	pH=2,98	pH=3,01
	20,7°C	21,2°C
	58°O	59°O
14.10.06 09:00	pH=2,98	pH=3,02
	17,2°C	21,3°C
	54°O	54°O
17.10.06 11:30	pH=2,99	pH=3,02
	16,1°C	22,3°C
	42°O	40°O
18.10.06 09:30	pH=2,96	pH=2,98
	15,8°C	23°C
	38°O	34°O
19.10.06 09:00	pH=3,00	pH=3,01
	18,5°C	22,1°C
	33°O	28°O
20.10.06 09:30	pH=3,00	pH=3,02
	17,5°C	21,7°C
	28°O	20°O
21.10.06 09:00	pH=2,99	pH=3,02
	16,1°C	20,8°C
	22°O	16°O
24.10.06 10:30	pH=2,98	pH=3,03
	15,5°C	18,5°C
	17°O	16°O
25.10.06 08:45	pH=2,99	pH=3,03
	15°C	18,4°C
	17°O	16°O

Tab. 29: Gärverlauf der Marillenmaische

Tag und Zeit	Edelstahltank	Rührwerk tank
Mo 7/8/06 08:30	pH = 3,14	pH = 3,10
	21,6°C	16°C
	45°O	48°O
Di 8/8/06 08:30	pH = 3,13	pH = 3,11
	23,5°C	15,1°C
	33°O	35°O
Mi 9/8/06 08:30 / 15:30	pH = 3,11 / 3,14	pH = 3,13 / 3,11
	24,2°C / 19,4°C	14,8°C / 13,1°C
	25°O / 35°O	28°O / 38°O
Do 10/8/06 08:00	pH = 3,14	pH = 3,11
	28,3°C	22,7°C
	22°O	25°O
Fr 11/8/06 08:30	pH = 3,16	pH = 3,10
	23,7°C	15,3°C
	20°O	22°O
Mo 14/8/06 09:30	pH = 3,17	pH = 3,16
	20,2°C	15°C
	15°O	18°O

Tab. 30: Mittelwerte und Standardabweichungen I

Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der schnellen und langsamen Destillation am N-Punkt von Marillendestillaten der Gegenstromreihe.

MW = Mittelwert,

l = langsame Destillation

s = schnelle Destillation

SD = Standardabweichung

Gelbe Füllfarbe = Signifikanz ist größer als 95%

* Signifikanz ist 95%

** Signifikanz ist 99%

Parameter	MW l	SD	MW s	SD	Signifikanz
Alkoholgehalt %vol	68,4	6,5	65,7	16	0,939
Leitfähigkeit	2,5	0,6	1,7	0,85	0,100
pH-Wert	5	0,5	4,9	0,9	0,488
titrierbare Säure	89,3	44,6	122,3	87,9	0,144
Trübung	6,1	0,4	6,2	1,1	0,085
Trübung 30%vol	8,7	9,3	85,7	32,7	**0,005
Trübung 30%vol, 4°C	103	2,4	117,5	53,1	**0,010
Trübung 35%vol	77,5	3,7	82,5	25,1	**0,003
Trübung 35%vol, 4°C	99	4,7	97,5	28,4	**0,001
Trübung 40%vol	66,2	8,1	64,5	24,3	*0,012
Trübung 40%vol, 4°C	76,2	8,3	74	21,9	**0,003
2-Phenylethanol	3,9	1,4	3,3	1,8	0,417
Essigsäure	48,2	22,5	60,9	38,1	0,383
Propansäure	36,5	25,7	51	30,5	0,144
Milchsäureethylester	531,5	221,9	532	276,6	0,360
Butansäure	0,2	0,2	0,2	0,2	0,859
Isobutansäure	7,3	2,1	6,3	3,1	*0,033
Pentansäure	0,4	0,2	0,3	0,2	0,186
Isopentansäure	31,7	10,3	27	14,3	*0,037
Hexansäure	13	3,6	9,8	5,4	*0,024
Octansäure	32,2	10,6	24,2	14,8	*0,025
Octansäureethylester	9,4	5	32,7	27,3	0,053
Decansäure	53,6	45,7	35,6	23,2	0,056
Decansäureethylester	16,9	39,2	108	87,5	0,066
Dodecansäure	14,8	5,6	11,1	6,9	0,095
Dodecansäureethylester	32,5	25,2	40,8	27,6	0,062
Tetradecansäureethylester	8,6	4,5	8,7	3,8	*0,017
Hexadecansäureethylester	38,2	4,8	39,2	14,1	*0,026
Linolsäureethylester	24,5	6,5	21,6	9,9	0,501
Linolensäureethylester	7,6	2,6	6,4	3,2	0,602

Tab. 31: Mittelwerte und Standardabweichungen II

Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der Destillation mit der kleinen und der großen Anlage am N-Punkt von Marillendestillaten der Gegenstromreihe.

MW = Mittelwert,

150lt = Destillation mit der großen Anlage

50lt = Destillation mit der kleinen Anlage

SD = Standardabweichung

Gelbe Füllfarbe = Signifikanz ist größer als 95%

* Signifikanz ist 95%

Parameter	MW 150lt	SD	MW 50lt	SD	Signifikanz
Alkoholgehalt %vol	73,5	5,9	60,9	8,9	*0,048
Leitfähigkeit	2	0,6	2,2	0,4	0,620
pH-Wert	5,4	0,6	4,8	0,5	0,081
titrierbare Säure	53,7	40,7	108,6	78,4	*0,046
Trübung	5,4	104	5,9	0,9	0,786
Trübung 30%vol	74	37,1	59,7	33,6	0,556
Trübung 30%vol, 4°C	92,3	56,9	78,3	38	0,567
Trübung 35%vol	66,7	26,5	60,6	32,9	0,822
Trübung 35%vol, 4°C	79	32,5	79	35,7	0,687
Trübung 40%vol	51	21,2	53,8	29,1	0,341
Trübung 40%vol, 4°C	58,7	22,9	62	30,3	0,316
2-Phenylethanol	2,2	1,3	42	1,2	*0,035
Essigsäure	38,6	23,9	54,4	34,7	0,119
Propansäure	49,4	26,2	18,6	17,2	*0,022
Milchsäureethylester	363,9	224,2	560,8	200,3	0,165
Butansäure	0,1	0,3	0,3	0,3	0,070
Isobutansäure	4,3	2,7	6,2	3,6	0,065
Pentansäure	0,1	0,1	0,4	0,1	*0,034
Isopentansäure	18,2	12,1	26,9	15,9	0,072
Hexansäure	7,3	4,9	10,5	5,5	0,152
Octansäure	16,1	13	26	16,1	0,073
Octansäureethylester	26,2	23,2	5,8	3,8	0,088
Decansäure	24	20,2	38	22,5	0,106
Decansäureethylester	86	85,5	22,5	18,9	*0,037
Dodecansäure	79	5,8	12,9	6,6	0,065
Dodecansäureethylester	36,9	32,8	12,4	10,8	*0,021
Tetradecansäureethylester	7,9	5,9	4,5	3,1	0,068
Hexadecansäureethylester	32,8	12,8	30,5	16,1	0,646
Linolsäureethylester	19,4	6,8	23	9,2	*0,029
Linolensäureethylester	5,9	2,5	7,3	2,7	*0,034

Tab 32: Mittelwerte und Standardabweichungen III

Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter der schnellen und langsamen Destillation am N-Punkt von Apfeldestillaten der Gegenstromreihe.

MW = Mittelwert,

l = langsame Destillation (Fließgeschwindigkeit 7lt/h)

s = schnelle Destillation (Fließgeschwindigkeit 13lt/h)

SD = Standardabweichung

Gelbe Füllfarbe = Signifikanz ist größer als 95%

* Signifikanz ist 95%

Parameter	MW l	SD	MW s	SD	Signifikanz
Alkoholgehalt %vol	80,8	3,5	76,8	4,1	*0,050
Leitfähigkeit	1,25	0,5	1,5	0,6	0,414
pH-Wert	5,7	0,4	5,6	0,4	0,866
titrierbare Säure	24,6	11,8	33,2	11,0	0,295
Trübung	3,7	0,6	4,6	0,9	0,188
Trübung 30%vol	34,2	10,6	29,5	2,9	0,109
Trübung 30%vol, 4°C	46,5	9,7	40,2	2,7	0,179
Trübung 35%vol	28,5	8,9	26,0	5,5	0,279
Trübung 35%vol, 4°C	48,0	13,1	36,2	2,7	0,121
Trübung 40%vol	17,8	2,9	15,9	2,8	0,826
Trübung 40%vol, 4°C	29,0	3,5	25,2	3,3	0,105
2-Phenylethanol	3,9	2,0	6,4	3,3	0,569
Essigsäure	10,5	5,3	13,8	3,1	*0,031
Propansäure	0,5	0,2	0,5	0,2	0,547
Milchsäureethylester	93,0	49,4	91,7	47,9	0,897
Butansäure	0	0	0,1	0,1	0,111
Isobutansäure	1,8	0,7	2,2	1,2	0,163
Pentansäure	0	0	0	0	0
Isopentansäure	2,6	1,1	3,2	1,6	0,152
Hexansäure	4,5	2,1	6,9	2,6	0,196
Octansäure	12,8	7,3	16,1	8,1	0,278
Octansäureethylester	60,3	51,5	55,1	42,4	0,416
Decansäure	14,1	7,5	16,9	8,9	0,414
Decansäureethylester	106,6	60,9	61,9	41,5	0,100
Dodecansäure	4,4	2,2	5,4	2,8	0,711
Dodecansäureethylester	39,9	25,3	22,1	2,5	0,075
Tetradecansäureethylester	3,9	2,9	2,6	1,6	0,299
Hexadecansäureethylester	11,3	5,5	10,9	4,5	0,937
Linolsäureethylester	9,4	6,3	12,8	6,5	0,685
Linolensäureethylester	2,5	1,7	3,7	1,7	0,563

Tab. 33: Mittelwerte und Standardabweichungen IV

Mittelwerte und Standardabweichungen der einzelnen Parameter am N-Punkt der Apfeldestillate der Gegenstromreihe aus unterschiedlich vergorenen Maischen.

MW = Mittelwert,

16°C = Maische bei 16°C vergoren

20°C = Maische bei 20°C vergoren

SD = Standardabweichung

Gelbe Füllfarbe = Signifikanz ist größer als 95%

* Signifikanz ist 95%

Parameter	MW 16°C	SD	MW 20°C	SD	Signifikanz
Alkoholgehalt %vol	76,99	8,9	75,74	4,1	0,765
Leitfähigkeit	1,6	0,5	1	0	*0,024
pH-Wert	5,8	0,4	5,6	0,4	0,528
titrierbare Säure	29,9	13,7	22,8	10,6	0,345
Trübung	4,1	1,1	4,5	0,4	0,399
Trübung 30%vol	25,5	8	30,9	10,6	0,365
Trübung 30%vol, 4°C	36,8	12,7	41,8	12,1	0,52
Trübung 35%vol	19,7	6,9	29	7,6	0,064
Trübung 35%vol, 4°C	33,5	12,7	41,7	14,8	0,356
Trübung 40%vol	14,5	4,2	18,4	3,9	0,151
Trübung 40%vol, 4°C	23,2	7,8	26	6	0,522
2-Phenylethanol	6,1	4,3	4,8	2,4	0,583
Essigsäure	14,5	5,5	7,6	4,5	0,209
Propansäure	0,4	0,3	0,5	0,2	0,564
Milchsäureethylester	109,9	49,9	67,9	19,1	0,116
Butansäure	0,1	0,1	0,5	0,2	0,428
Isobutansäure	2,1	1,3	1,3	0,6	0,277
Pentansäure	0	0	0	0	0
Isopentansäure	2,8	1,8	2,1	1,1	0,446
Hexansäure	4,2	2,7	4,9	2,4	0,681
Octansäure	10,1	6,9	15,0	8,4	0,336
Octansäureethylester	57,2	62,5	24,9	30,5	0,330
Decansäure	12,1	7,9	15,6	8,6	0,518
Decansäureethylester	71,5	53,4	63,7	70,5	0,849
Dodecansäure	4,3	2,7	4,9	2,6	0,697
Dodecansäureethylester	20,3	11,6	29,6	28,7	0,518
Tetradecansäureethylester	1,3	1,5	4,2	2,2	*0,042
Hexadecansäureethylester	7,1	4,3	14,5	3,2	*0,015
Linolsäureethylester	7,1	4,5	16,8	5,9	*0,019
Linolensäureethylester	2,1	1,3	4,7	1,7	*0,032

Lebenslauf

Name	Christiane Donabaum geb. Heiderer
Geburtsdatum	12.09.1979
Geburtsort	Melk/Donau NÖ.
Wohnort	Langenloiser Straße 13/66 3500 Krems
Telefon	06766127818
E-Mail	donabaum@ktv-krems.at



Ausbildungsweg

Juni 1998	Erlangung der Matura, Bundesoberstufenrealgymnasium, Krems
Oktober 1998	Beginn des Studiums „Ernährungs- und Haushalteswissenschaften“ an der Universität Wien
Seit 1998	Angestellte in der Gastronomie Derzeitiger Arbeitgeber Gastwirtschaft Ruine Aggstein, F. Heiderer, Aggstein,
August 2000	Praktikum im Rahmen des Studiums im Bereich Landwirtschaft bei der Firma Penz, Landwirtschaft und Großhandel
Oktober 2003	Praktikum am Institut für Mikrobiologie u. Hygiene der Universität Wien
August 2003	Praktikum im Rahmen des Studiums im Bereich der Fleisch- und Wurstwarenerzeugung bei der Firma Artner, Mautern
September - Dezember 04	Praktikum im Bereich Qualitätskontrolle und Analytik, Freie Weingärtner Wachau, Winzergenossenschaft Dürnstein
Oktober 2005 – Jänner 2006	Beschäftigung im Bereich Qualitätskontrolle und Analytik, Freie Weingärtner Wachau, Winzergenossenschaft Dürnstein
Seit Februar 2006	Verheiratet mit Johann Franz Donabaum, Oenologe
Juli 2006	Beginn der Diplomarbeit mit dem Titel „Evaluierung chemischer und physikalischer Parameter zur Nachlaufabtrennung bei Stein- und Kernobstdestillaten“
Sommersemester 2009	voraussichtliche Diplomprüfung