



# Minimierung der Aromaverschleppung im Rahmen der Abfüllung aromatisierter weinhaltiger Getränke

Ulrich Fischer, Jörg Gottmann

**Dienstleistungszentrum Ländlicher Raum (DLR) Rheinpfalz**

Institut für Weinbau und Oenologie

Breitenweg 71, 67435 Neustadt an der Weinstraße



11.11.2021

Folie 1



FORSCHUNGSKREIS DER  
ERNÄHRUNGSINDUSTRIE E.V.



# Boom der aromatisierten weinhaltigen Getränke

*Weinhaltige Getränke*

## Hochkonjunktur für Kreativwerkstätten

Während der hiesige Markt für Stillweine, Schaum- und Perlweine auf hohem Niveau stagniert oder sogar schrumpft, zeigt die Absatzkurve für weinhaltige Getränke nach oben. Getrieben wird die Aufwärtsentwicklung in erster Linie von prickelnden weinhaltigen Cocktails. Neue Kreationen sollen dem Segment nun weitere Impulse geben. Und einige Marktteilnehmer versuchen sogar, mit außergewöhnlicher Weinschorle oder Sangria zu punkten.



*bio Sommergenuss*

Knackpunkt: Hugo, Sprizz & Co. stehen unter gewaltigem Wettbewerbs- und Preisdruck. So verscherte Metro Anfang Mai unter dem Aktionsmotto „FRÜHJAHURRA“ Hugo, Hugo Rosato und O-Sprizz für je 1,18 Euro pro 0,75-l-Flasche.



*FRÜHJAHURRA*  
JUBELANGEBOTE ZUM FRÜHLING!

*TOP-HIT*  
0,99\*  
(1,18)

Weinhaltige aromatisierte Cocktails sind im deutschen Handel fest etabliert – auch bei Aldi Süd, wo ab 21. Mai Fratellini Hugo Lemon und Hugo Rhabarber (Hauser über Aldi-Lieferant Schenk) für je 1,59 Euro in der Aktion standen. Sogar Bio Frizzante mit Wein und wahlweise Quittensaft, Johannisbeersaft oder Holundersaft kam für je 2,99 Euro zum Aktionseinsatz.

„Mit über 114 Mio. Flaschen [...] und über 260 Mio. Euro Umsatz in 2014 – das sind **Steigerungen** in der Menge von **knapp 18%** [...] – zeigen die **weinhaltigen Cocktails** nach IRI-Marktforschungszahlen eine **höchst dynamische Entwicklung** im deutschen LEH.“

„Über 110 Mio. verkaufte Flaschen in 2014 seien [aromatisierte weinhaltige Cocktails] zu einem neuen Eckartikel im LEH geworden – mit weiteren **Wachstumsperspektiven**.“





# Boom der aromatisierten weinhaltigen Getränke

„Für viele Verbraucher kamen die Sekt-Cocktails, [...], als willkommene **Alternative zu Sekt**[...]. Bei einem lockeren Treffen mit Freunden und einfach so zwischendurch zu Hause sind die **aromatischen Cocktails** mit **Sekt oder Secco** beliebter.“



Der Markt für Sekt ist hierzulande in den zurückliegenden Jahren um einiges geschrumpft. Und aktuelle Zahlen deuten darauf hin, dass die Marktorte auch 2015 kleiner geworden ist. Ganz so negativ sehen das führende Anbieter allerdings nicht. Sie notieren eher Stabilisierung, Stagnation oder Konsolidierung auf hohem Niveau und gehen zuversichtlich ins absatzträchtige Jahresendgeschäft.

„Während **klassischer Sekt** eher **rückläufig** war, verbuchten **Schaumwein-Cocktails** in den vergangenen Jahren ein **zweistelliges Wachstum**.“

weinhaltige Getränke  
Kochkonjunktur für Kreativwerkstätten

bio Sommergenuss.

FRÜHJAHURRA  
Jubiläumsgüter zum Frühling

TOP-HIT  
0,99 €

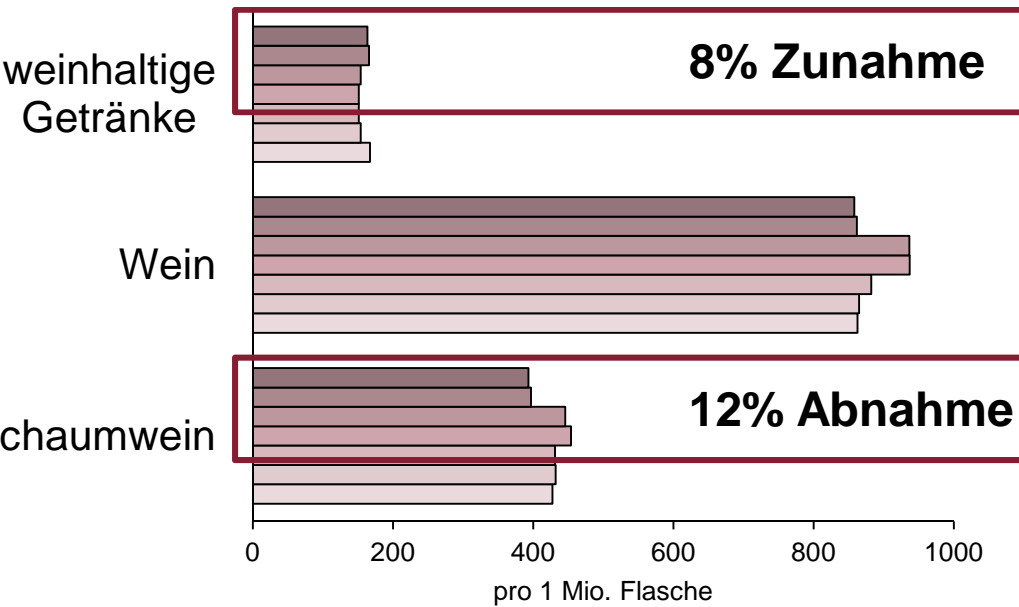
Weinhaltige aromatisierte Cocktails sind im deutschen Handel fest etabliert – auch bei Aldi Süd, wo ab 21. Mai Fratellini Hugo Lemon und Hugo Rhabarber (Hauser über Aldi Lieferant Schenk) für je 1,59 Euro in der Aktion standen. Sogar Bio Frizzante mit Wein und wahlweise Quittensaft, Johannisbeersaft oder Himmlersaft kam für je 2,99 Euro zum Aktionsseinsatz.

Markt 06/2015, Wein+Markt 10/2015

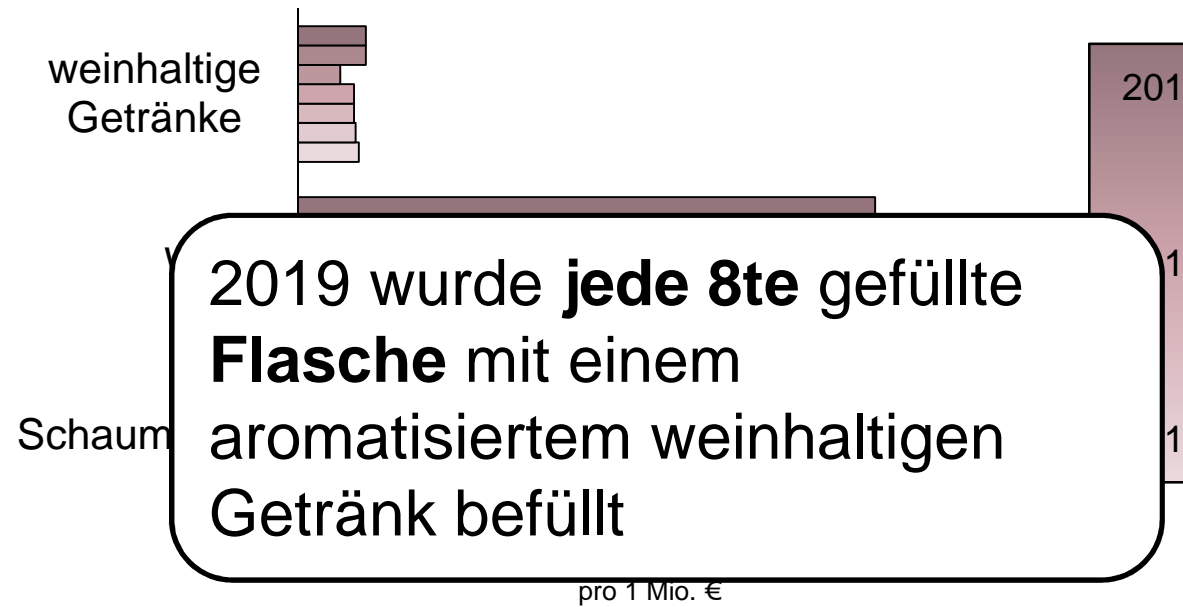
# Wirtschaftliche Bedeutung im Lebensmittel-Einzelhandel (LEH) (2013-2019)



## Flaschenabsatz (0,7 L) im LEH



## Umsatz im LEH



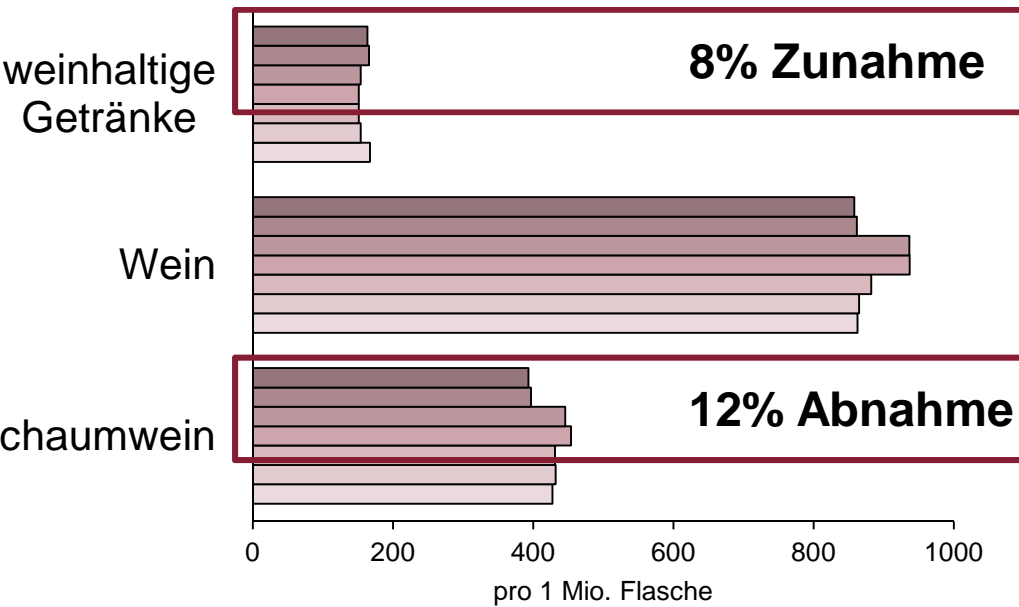
Daten aus der Alkoholwirtschaft 2015-2020; Lebensmittel-Einzelhandel (LEH) ohne Kaufhäuser, Fachhandel



# Wirtschaftliche Bedeutung im Lebensmittel-Einzelhandel (LEH) (2013-2019)



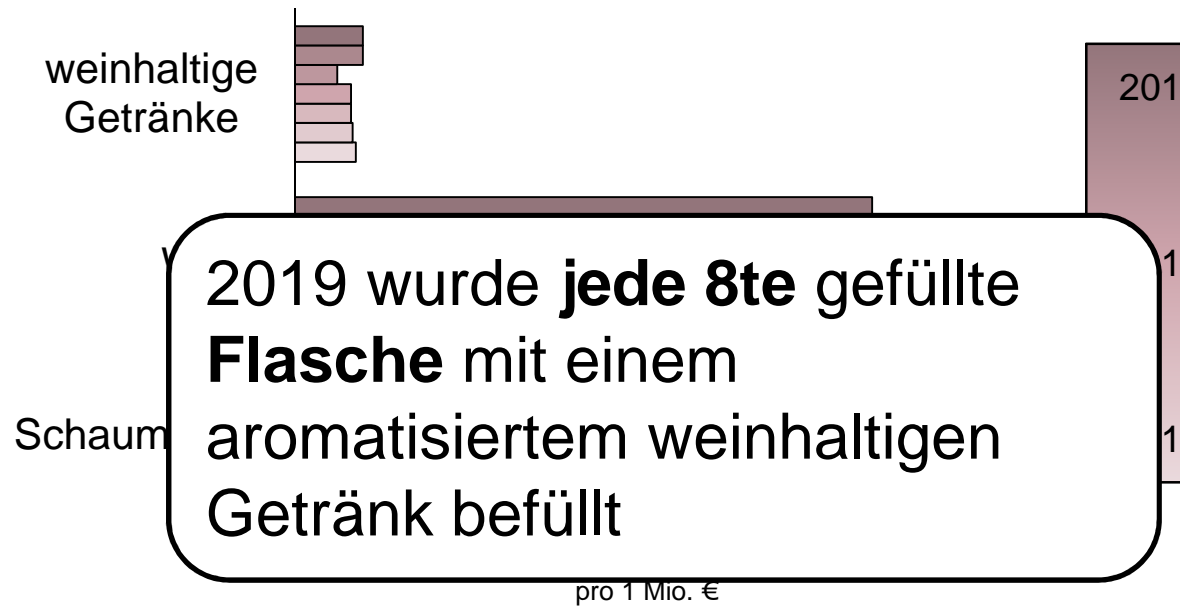
Flaschenabsatz (0,7 L) im LEH



**8% Zunahme**

**12% Abnahme**

Umsatz im LEH



2019 wurde **jede 8te** gefüllte **Flasche** mit einem aromatisiertem weinhaltigen Getränk befüllt



Daten aus der Alkoholwirtschaft 2015-2020; Lebensmittel-Einzelhandel (LEH) ohne Kaufhäuser, Fachhandel



# Aromatisierte Weinhaltige Getränke

Aromatisierte Weinerzeugnisse: 1,2–22 %vol. [VO (EU) Nr. 251/2014]

 Alkoholzusatz  
Farbstoffzusatz  
Aromazusatz  
Süßung

exotisch Maracuja  
Mango



Himbeere  
rote Früchte



Hugo



weihnachtliche  
Gewürze



Glühwein





# Benchmarking aromatisierte Weinhaltige Getränke

exotisch  
Mango  
Maracuja

Hugo

Himbeere  
rote Früchte

Glühwein

Aromakonzentrationen in Getränke  
überschreiten Geruchsschwellen massiv

weihnachtliche  
Gewürze



	max Konz.	Geruchsschwelle
linalactone	6 812 µg/L	279 µg/L
linalactone	500 µg/L	417 µg/L
linalactone	667 µg/L	48 µg/L

	max Konz.	Geruchsschwelle
α-ionone	448 µg/L	11 µg/L
ethyl 2-methylbutanoate	3 232 µg/L	2 332 µg/L

	max Konz.	Geruchsschwelle
Eugenol	37 838 µg/L	13 µg/L
trans-cinnamaldehyde	6 000 µg/L	1 600 µg/L

Geruchsschwellenwerte einzelner Aromastoffe in Weißwein im Rahmen des Projektes erfasst;



# Problemstellung aromatisierte Getränke

Erhöhtes Risiko der **Aromaverschleppung** bei der **Abfüllung** von aromatisierten Weinerzeugnissen

**Migration** von **Aromastoffen** **in** und folge dessen **aus** **Dichtungsmaterialien** der Abfüllanlagen in abgefüllte Produkte

- EPDM (Ethylen-Propylen-Dien Kautschuk)
- FKM (Fluor Kautschuk)



**Aktueller Gesetzesstand untersagt** eine **Aromatisierung** von Wein

→ Rechtliche Lage sieht eine **Trennung der Abfüllung** vor

- Erfassung der **Absorptions-** sowie **Desorptionskinetik**
- Minimierung der **Aromaverschleppung**
- Ermittlung der **sensorischen Relevanz der migrierten Aromastoffe**



# Leitfaden gute fachliche Praxis zur Verhinderung von technisch vermeidbaren Aromaverschleppungen bei Wein



Bundesministerium  
für Ernährung  
und Landwirtschaft

Referat 414 (Wein, Bier, Getränkewirtschaft)

BEARBEITER/IN OAR Lutz van Elk

HAUSANSCHRIFT Rochusstraße 1, 53123 Bonn

AZ 414-45012/0001

DATUM 19. Juli 2019

## Leitfaden der guten fachlichen Praxis zur Verhinderung von technisch vermeidbaren Aromaverschleppungen bei Wein

im Hinblick und auf Basis von § 13 Absatz 2 Weingesetz:

*„Ein unbeabsichtigtes und bei guter fachlicher Praxis technisch unvermeidbares Übergehen nicht zugelassener Stoffe von Gefäßen, Geräten, Schläuchen und anderen dem Verarbeiten, Abfüllen, Verschließen oder Lagern dienenden Gegenständen auf Erzeugnisse ist **kein Zusetzen**, soweit es sich um gesundheitlich, geschmacklich und geruchlich unbedenklich geringe Anteile handelt.“*

# Leitfaden gute fachliche Praxis zur Verhinderung von technisch vermeidbaren Aromaverschleppungen bei Wein



Rheinland-Pfalz

Dienstleistungszentrum  
Ländlicher Raum  
Rheinpfalz

Institut für Weinbau und Oenologie

Anschreiben des BMEL vom 19.07.2019



Bundesministerium  
für Ernährung  
und Landwirtschaft

....

Das zukünftige Verfahren würde, vereinfacht gesagt, so aussehen:

- Lebensmittelunternehmer füllt oder verarbeitet aromatisierte Getränke und Wein.
- Bei sensorischem **Verdacht** durch die **Weinkontrolle** (bereits eines/r Sachverständigen) erfolgt Untersuchung auf Aromastoffe.
- Bei festgestellten weinfremden Aromastoffen wird die Einhaltung des Leitfadens überprüft, Rückstellproben entnommen und ein wissenschaftlich anerkanntes Sensorikverfahren durchgeführt.
- Wurde der **Leitfaden eingehalten** und bei der zuvor genannten sensorischen Prüfung kein wahrnehmbarer Gehalt an Aromastoffen festgestellt, liegt eine **technologisch unvermeidbare** Aromaverschleppung vor.

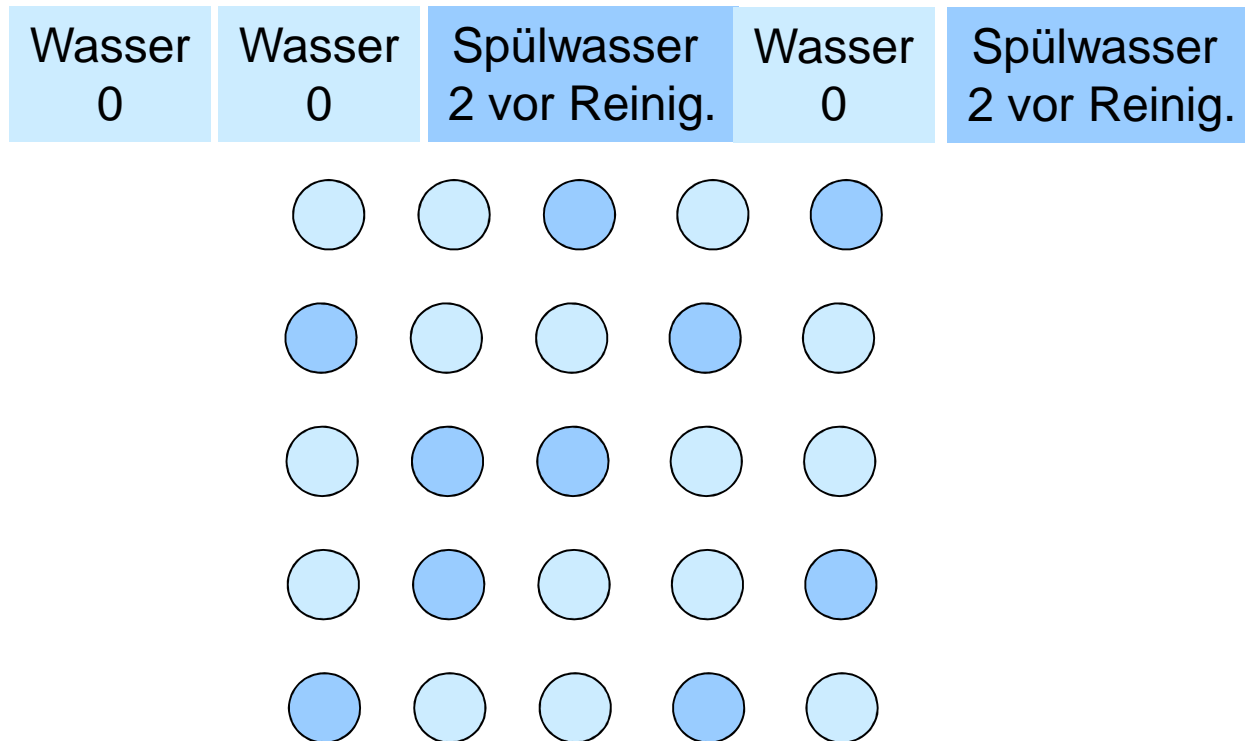
Ich wäre Ihnen dankbar, wenn sie diese Informationen zusammen mit dem Leitfaden innerhalb der Weinbranche bekannt machen würden.

gez. Dr. Koehler (Referatsleiter)



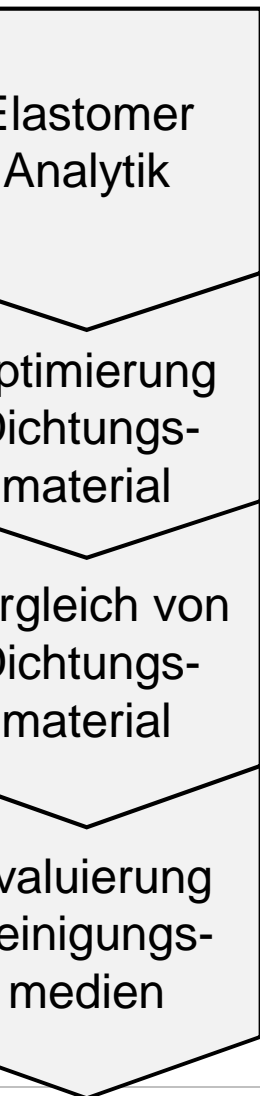


# 2 out of 5 Test mit minimal 3 Prüfern





# Gliederung



# Konzeption Versuch

Elastomer  
Analytik

Optimierung  
Nichtungs-  
material

Vergleich von  
Nichtungs-  
material

Valuierung  
Reinigungs-  
medien

## Repräsentative Aromastoffe

- Eugenol (Glühwein)
- Zimtaldehyd (Glühwein)
- $\alpha$ -Ionon (Himbeere)
- Ethyl 2-methylbutyrate (Apfel)
- $\gamma$ -Decalacton (Pfirsich)
- $\delta$ -Decalacton (Pfirsich)
- $\gamma$ -Undecalacton (Pfirsich)



Rheinland  
DIENSTLEISTUNGSZENTRIERTER  
LÄNDLICHER RAUM  
RHEINLAND-PALZ  
Innovativ. Nachhaltig. Barock.



# Konzeption Versuch



Elastomer Analytik

Optimierung Dichtungsmaterial

Vergleich von Dichtungsmaterial

Validierung Reinigungsmedien

## Repräsentative Aromastoffe

- Eugenol (Glühwein)
- Zimtaldehyd (Glühwein)
- $\alpha$ -Ionon (Himbeere)
- Ethyl 2-methylbutyrate (Apfel)
- $\gamma$ -Decalacton (Pfirsich)
- $\delta$ -Decalacton (Pfirsich)
- $\gamma$ -Undecalacton (Pfirsich)

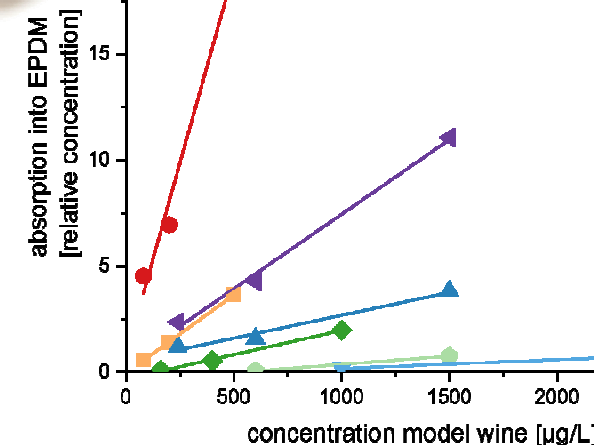
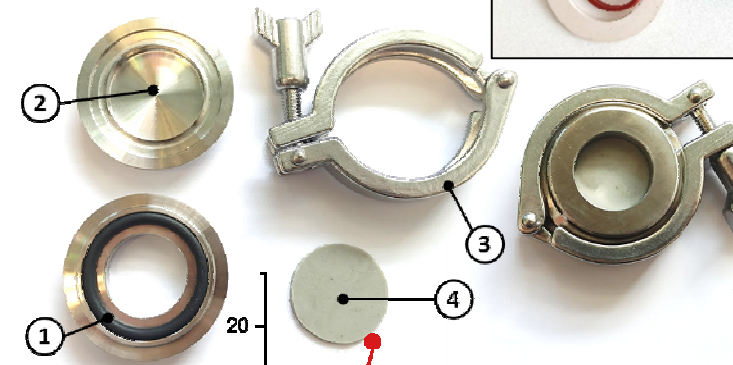
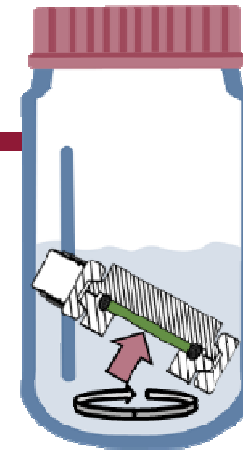
## Beladung des Elastomers

- EPDM Dichtungen

## TD-GC-MS

Direkte **Thermodesorption** von Elastomere gekoppelt an eine **Gas chromatografische Auftrennung** sowie **massenspektrometrische Detektion**

- Konzeptionierung
- Optimierung
- Validierung



Gottmann et al. 2021 – Uptake and Release of Aroma (<https://doi.org/10.1021/acs.jafc.1c04565>)



# Optimierung Elastomer

Elastomer Analytik

Optimierung Richtungs-material

Vergleich von Richtungs-material

Waluierung Reinigungsmethoden

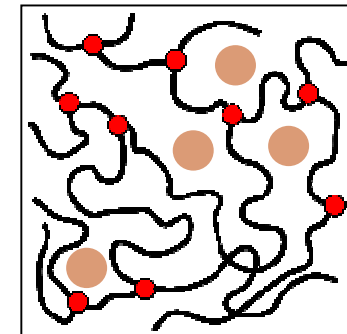
## Optimierungsparameter EPDM

- Ethylen Anteil im EPDM Rohkautschuk
- Vernetzungsgrad des Elastomers
- Füllstoffmaterial
  - Aktifit VM (Gemisch aus Kieselsäure und Kaolin)
  - Mikro-Cellulose
  - Talkum
  - Kaolin
  - Kork
  - Glasflakes
  - Ruß N220
  - Ruß N990

**Aromastoffaufnahme**

**Mechanische Prüfung (IKW)**

## Institut für Kunststofftechnik Westpfalz

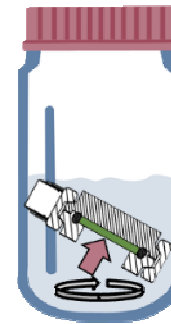
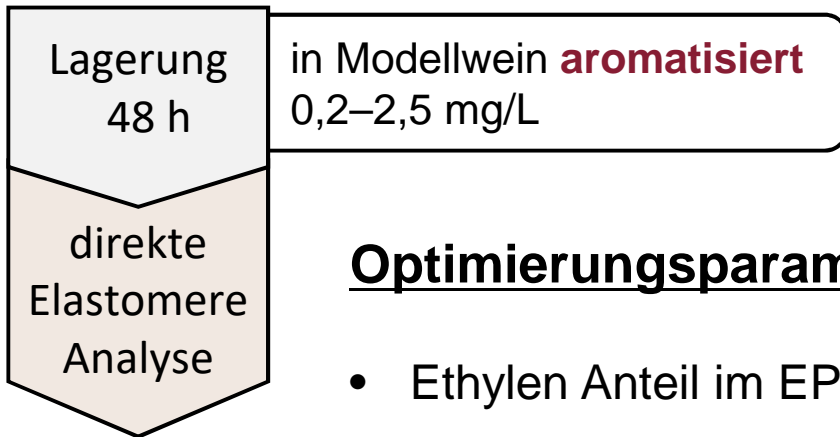
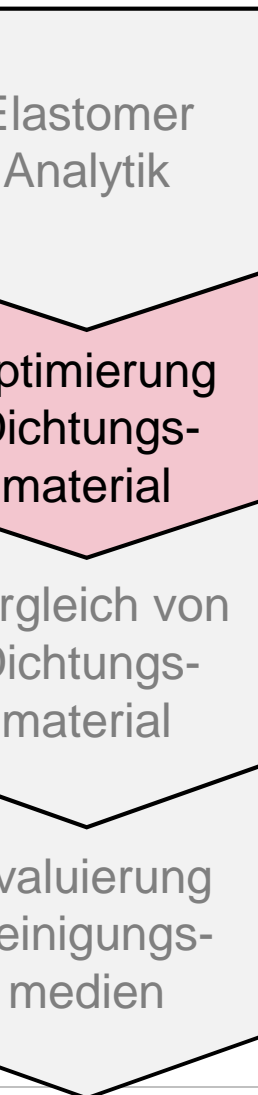


Schematische Darstellung eines Elastomers



Probenplatten

# Optimierung Elastomer



## Optimierungsparameter

- Ethylen Anteil im EPDM Rohkautschuk
- Vernetzungsgrad des Elastomers
- Füllstoffmaterial

Hoher Ethylen Anteil

Hoher Vernetzungsgrad

EPDM  
Kaolin

EPDM  
Cellulose

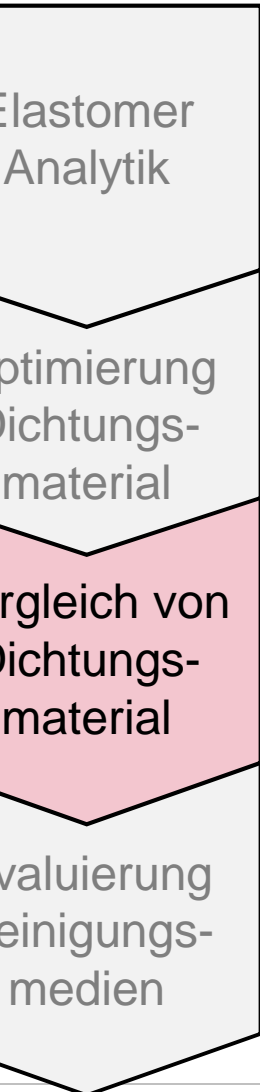


Aromastoffaufnahme

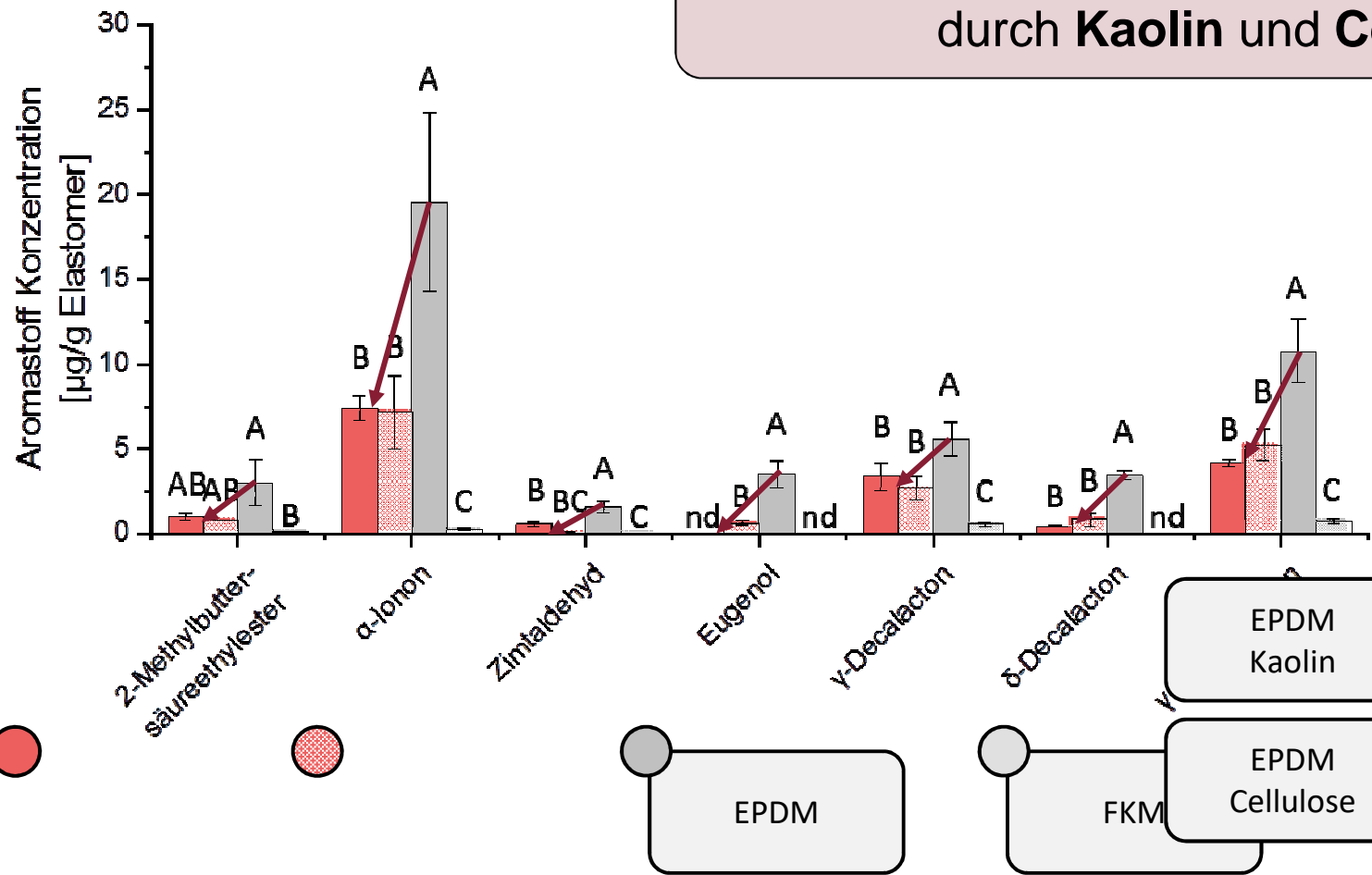
größter Einflussfaktor

Mechanische Prüfung (IKW)

# Vergleich optimierter Varianten mit Referenzmaterial



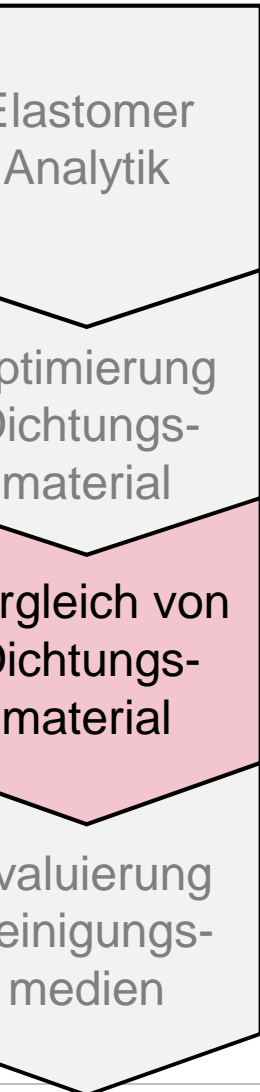
Signifikante **Reduktion** der Aromastoffaufnahme durch **Kaolin** und **Cellulose**



Je Variante n= 3 Versuchswiederholungen mit 2 Messwiederholungen

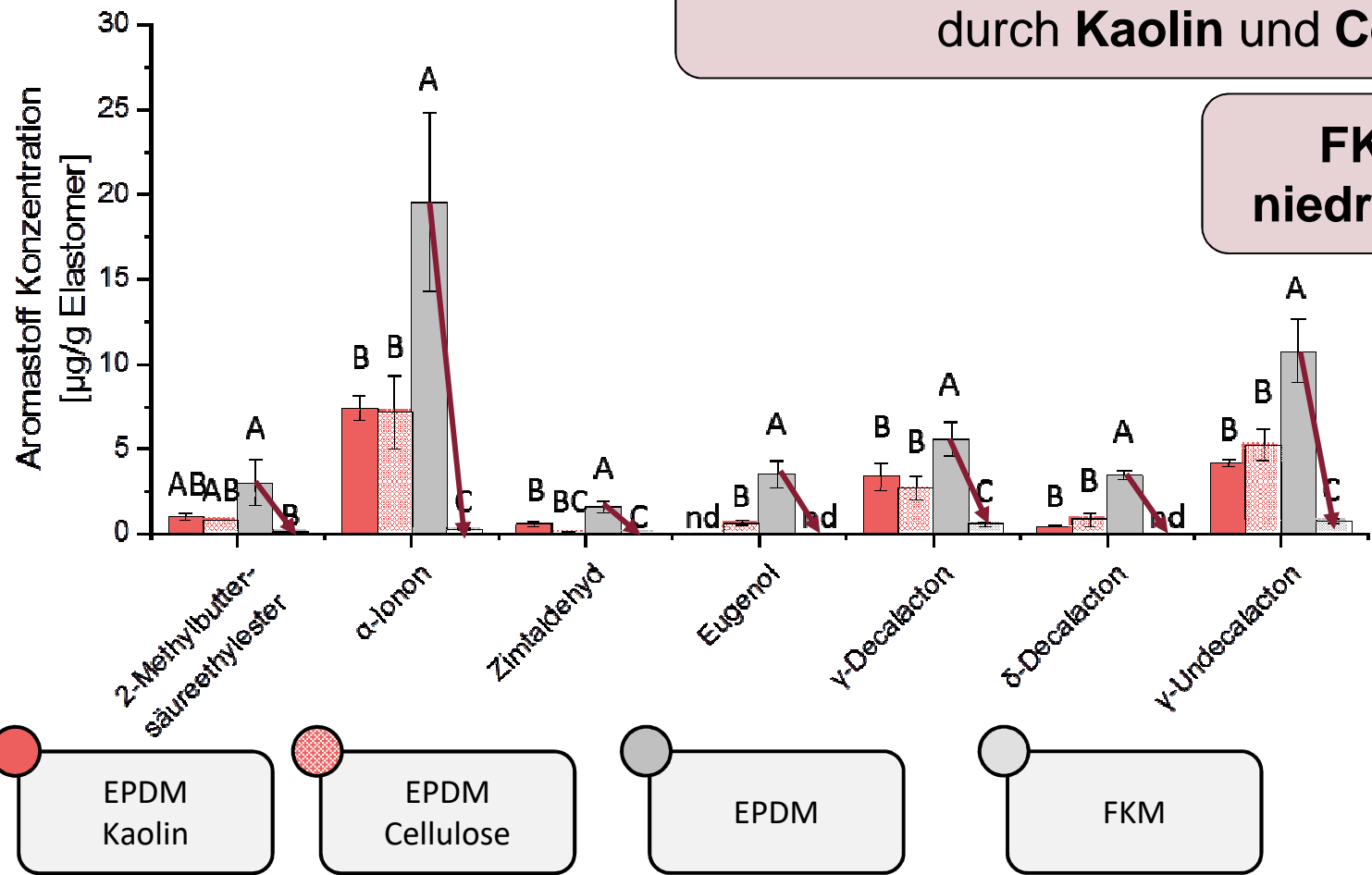


# Vergleich optimierter Varianten mit Referenzmaterial



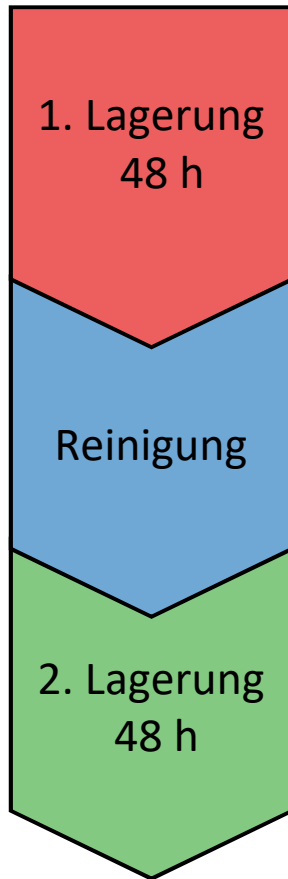
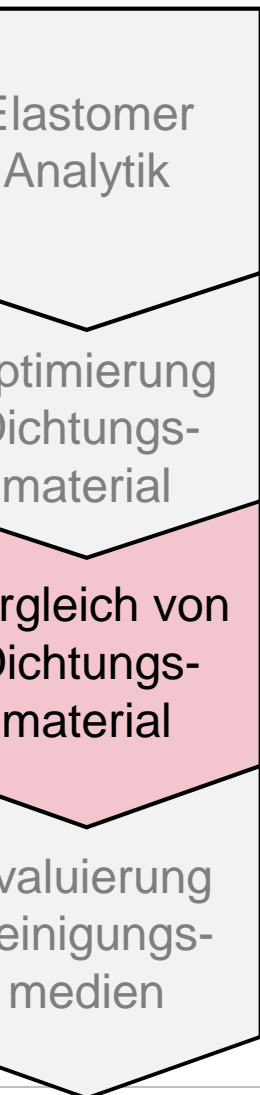
Signifikante **Reduktion** der Aromastoffaufnahme durch **Kaolin** und **Cellulose**

**FKM** signifikant **niedrigere Aufnahme**

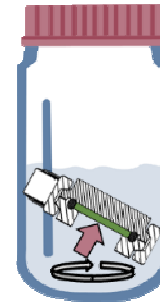


Je Variante n= 3 Versuchswiederholungen mit 2 Messwiederholungen

# Simulation einer Reinigung und 2ten Abfüllung



in Modellwein **aromatisiert**  
0,2–2,5 mg/L



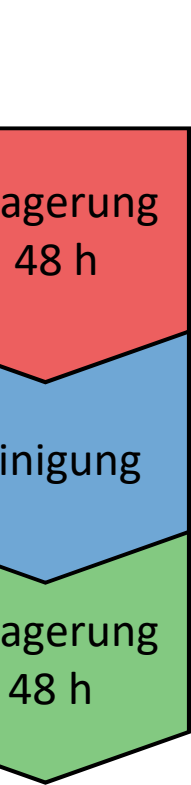
## Reinigung nach Leitfaden zur Minimierung der Aromaverschleppung (BLE 2017)

H <sub>2</sub> O	NaOH 1,5%	H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> O	Citronensäure 1,5%	H <sub>2</sub> O
Kalt	<b>85°C</b>	<b>80°C</b>	kalt	35°C	kalt
10 min	20 min	15 min	10 min	15 min	10 min

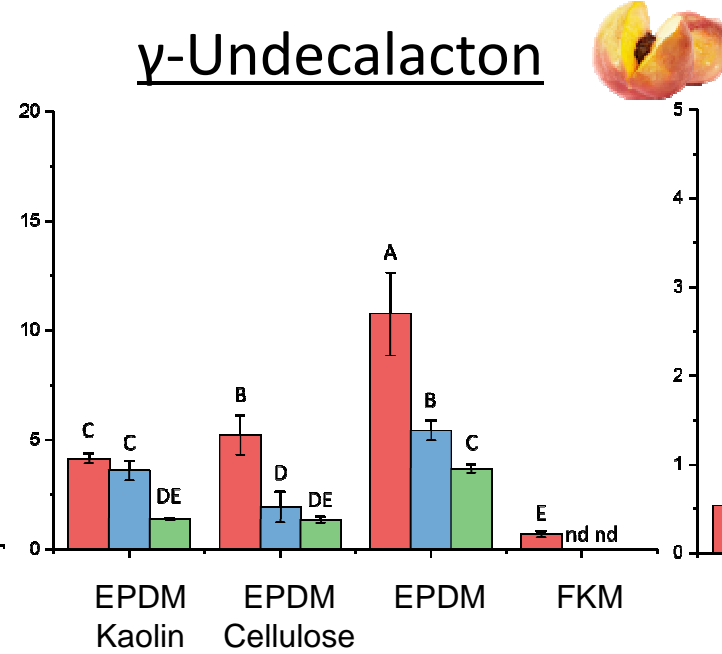
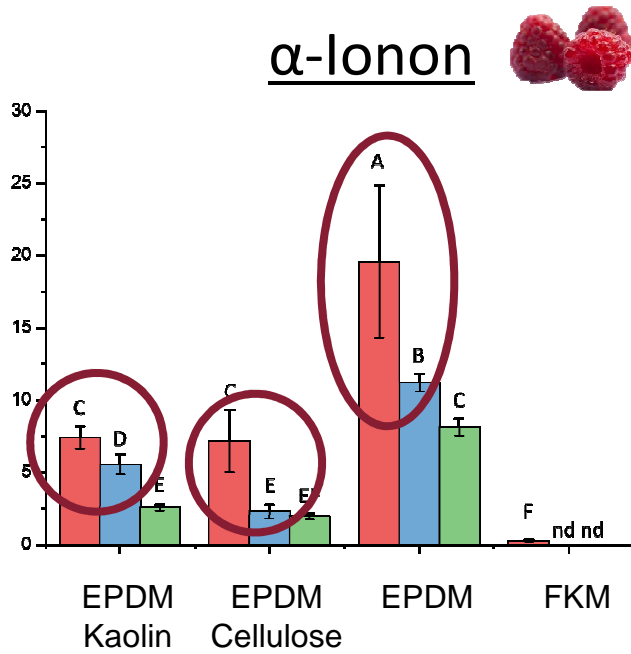
in Modellwein **frei von Aromastoffen**

BLE 2017, Leitfaden der guten fachlichen Praxis zur Verhinderung von technisch vermeidbaren Aromaverschleppung

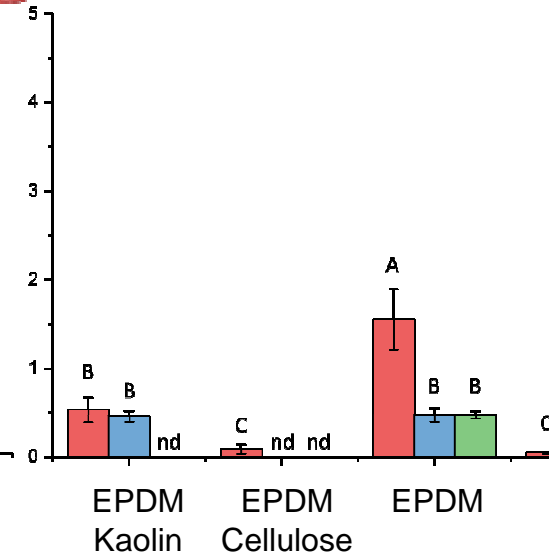
# Simulation einer Reinigung und 2ten Abfüllung



**Elastomer**  
Aromastoff Konz. [ $\mu\text{g/g}$ ]



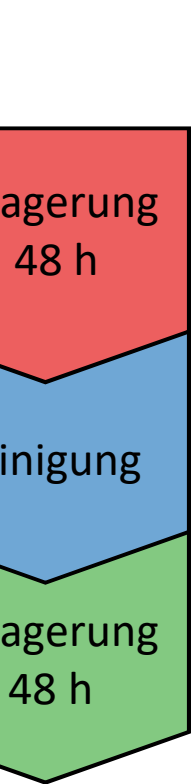
## Zimtaldehyd



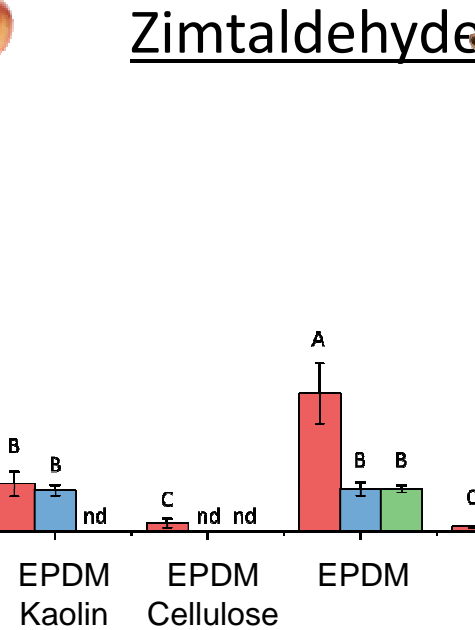
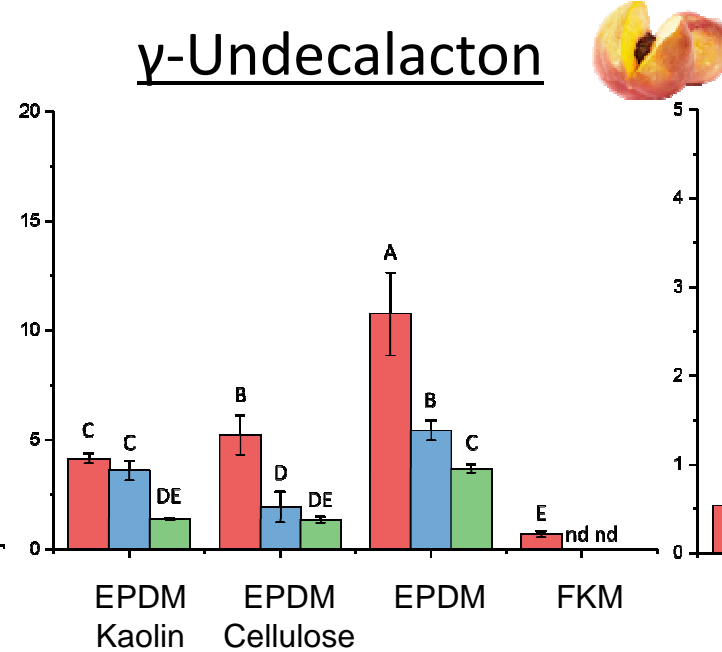
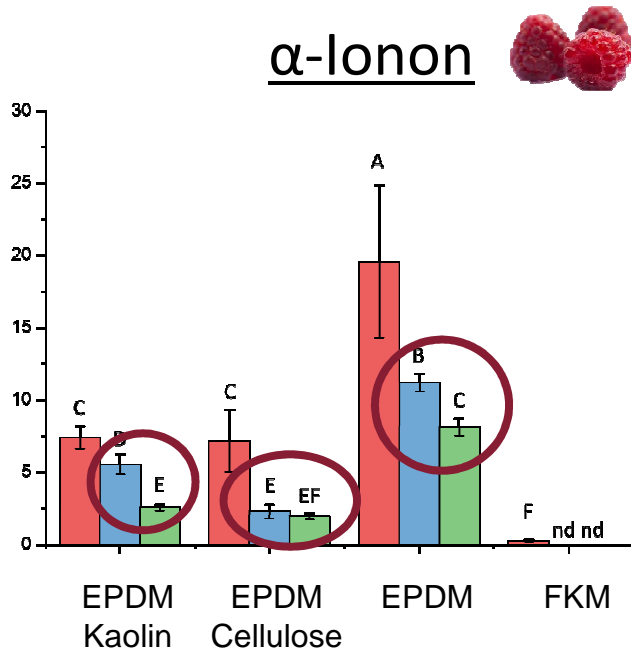
**Reinigung** reduziert zwischen 10–70%  
in Abhängigkeit des Aromastoffes

Je Variante n= 3 Versuchswiederholungen mit 2 Messwiederholungen

# Simulation einer Reinigung und 2ten Abfüllung



**Elastomer**  
Aromastoff Konz. [µg/g]



**Reinigung** reduziert zwischen **10–70%** in Abhängigkeit des Aromastoffes

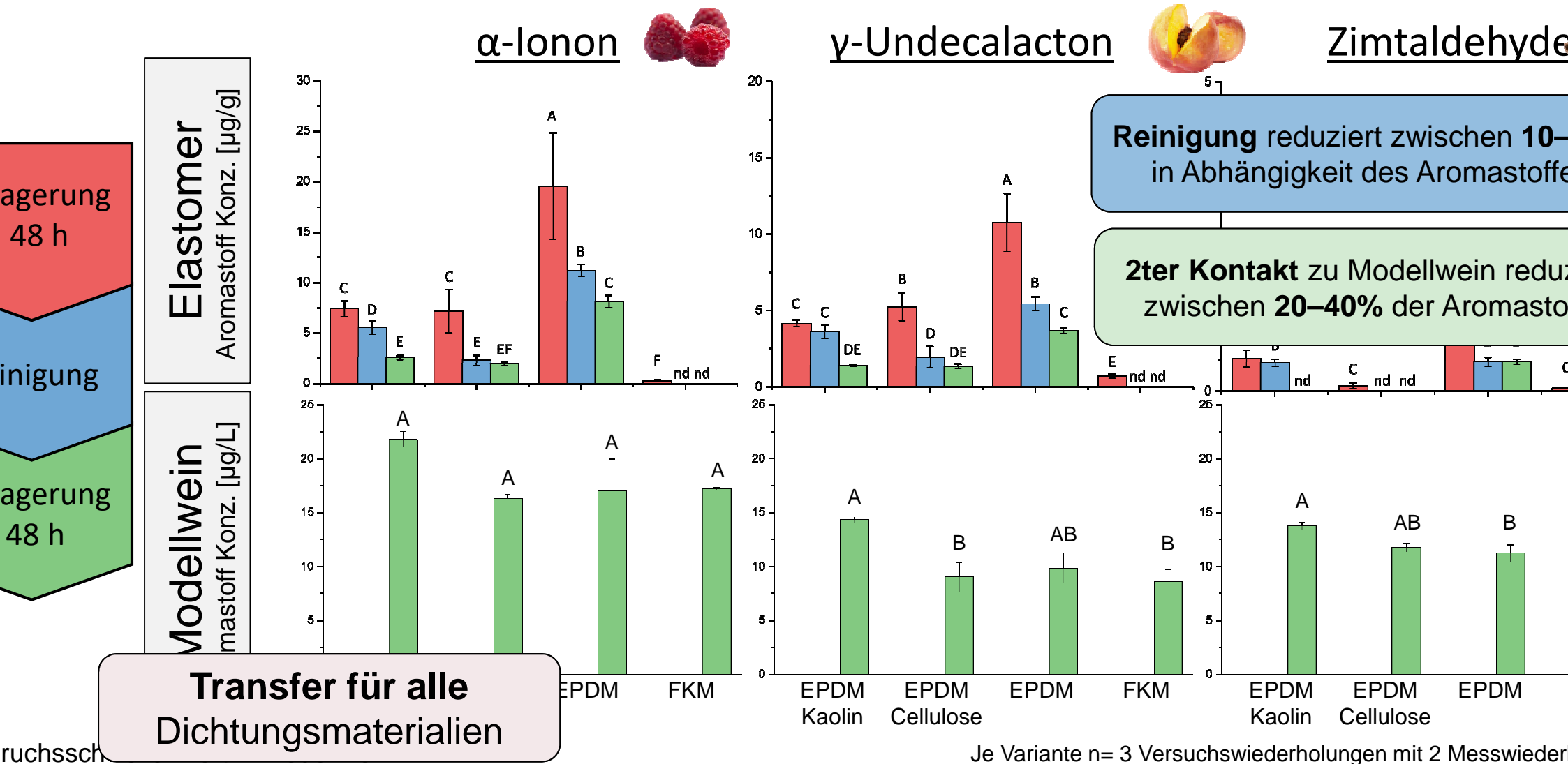
**2ter Kontakt** zu Modellwein reduziert zwischen **20–40%** der Aromastoffe

Je Variante n= 3 Versuchswiederholungen mit 2 Messwiederholungen



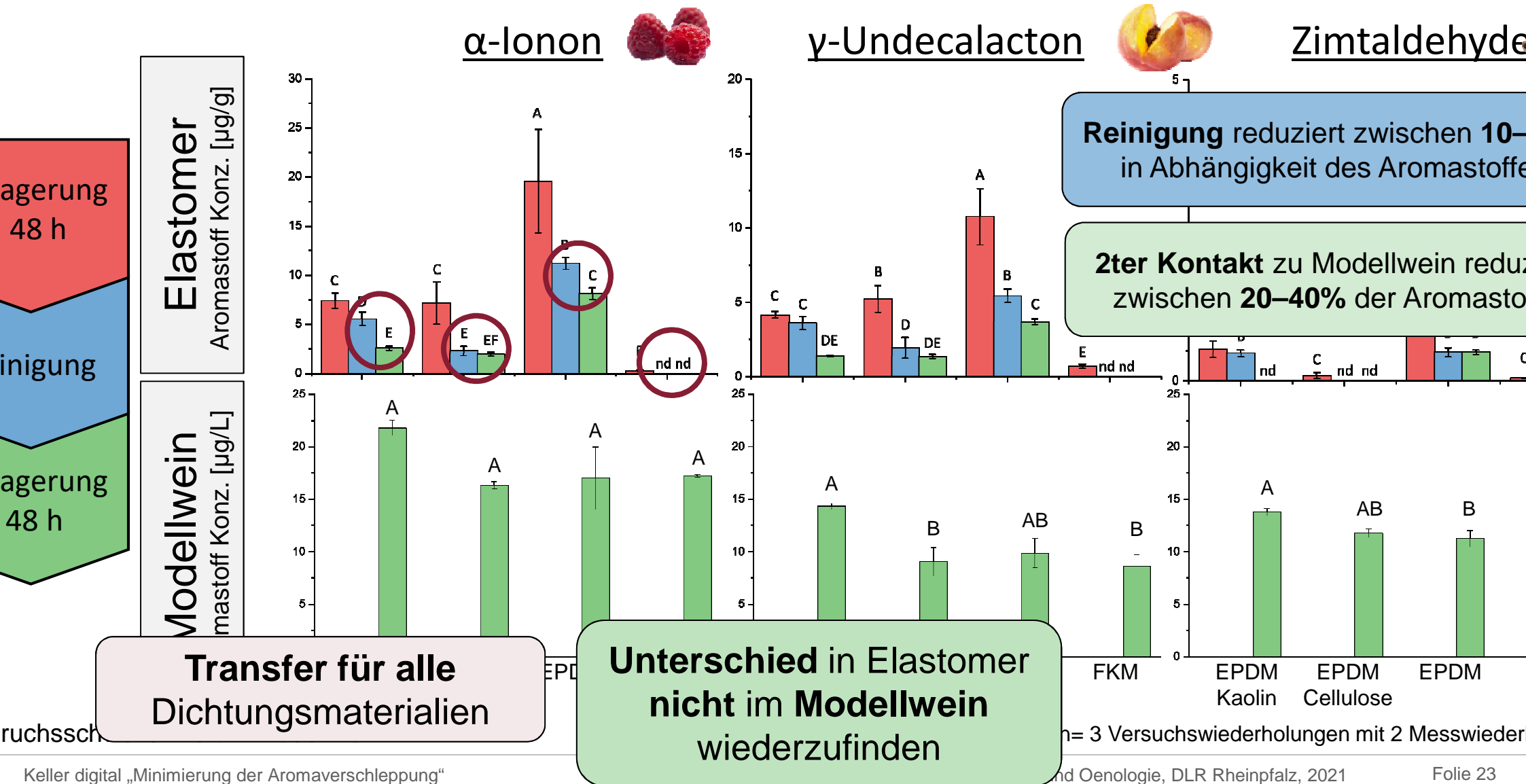


# Simulation einer Reinigung und 2ten Abfüllung



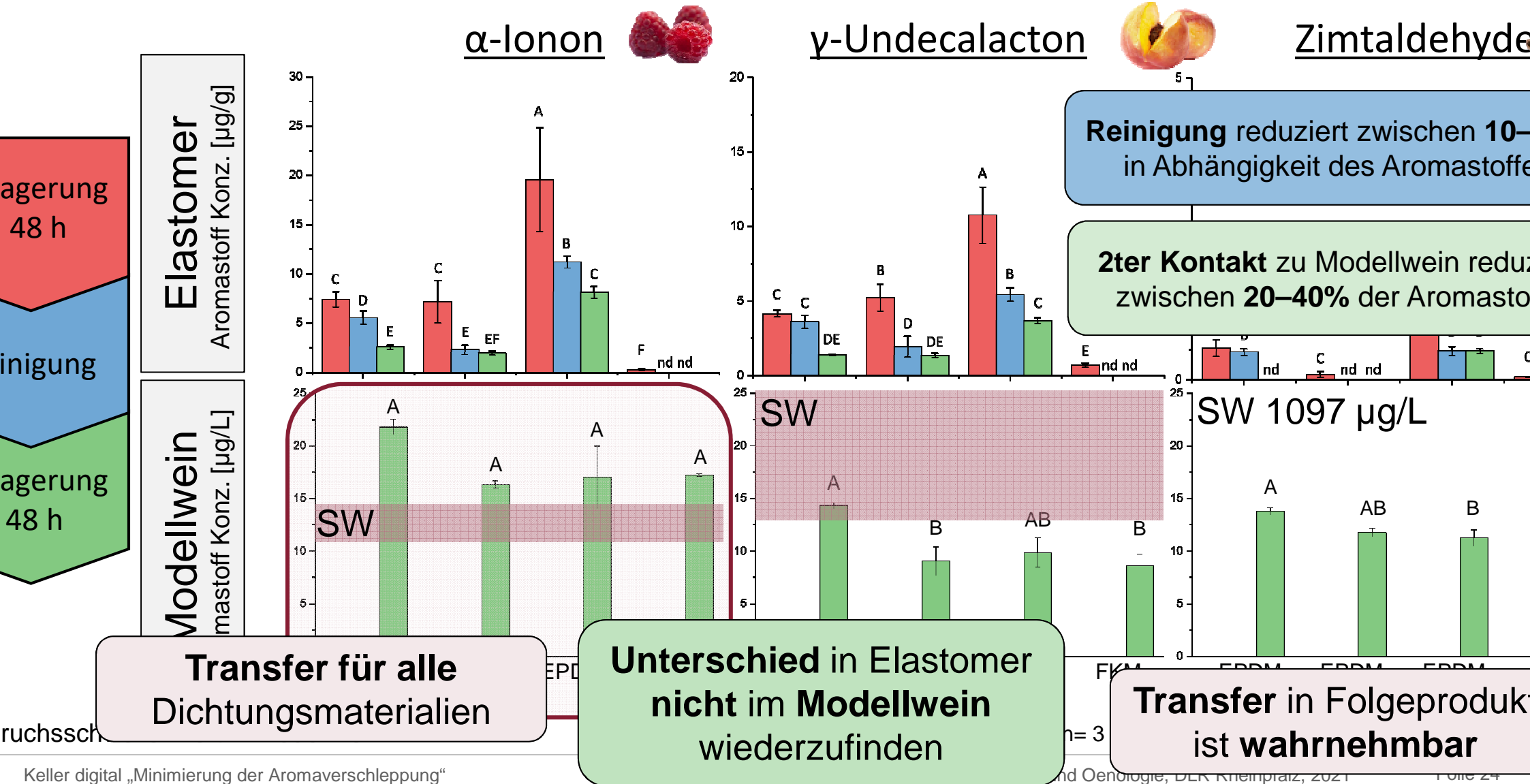


# Simulation einer Reinigung und 2ten Abfüllung





# Simulation einer Reinigung und 2ten Abfüllung



# Detaillierter zeitlicher Verlauf der Aromastoffe im Polymer



**CULTURAL AND CHEMISTRY** Article

## Uptake and Release of Aroma Compounds by an Ethylene Propylene Diene Monomer Rubber Sealing Polymer: Investigating Carryover in a Model Wine System

Gottmann, Jochen Vestner, David Müller, Jens Schuster, and Ulrich Fischer\*

<https://doi.org/10.1021/acs.jafc.1c04565> [Read Online](#)

Metrics & More | Article Recommendations | Supporting Information

aromatized wines and regular table wines are often filled on the same bottling line. Sealing polymers in the filling line from aromatized wines and may migrate due to insufficient cleaning into the subsequently bottled regular wine. Carryover of volatiles may lead to accusation of illegal aromatization of wine. Absorption, cleaning efficacy, and release of volatiles into ethylene propylene diene monomer rubber were investigated in a model system. Direct thermal chromatography–mass spectrometry analysis of seven aroma compounds monitored variation in the polymer ( $\mu\text{g/g}$ ) volatiles was mostly driven by their octanol/water partition coefficients. Cleaning of polymers removed 11 to 62% of volatiles. Subsequent immersion of cleaned polymers into model wine revealed migration of 20 to 57% of the volatiles. Sensory tests suggested the impact of transferred volatiles into subsequent model wine. For  $\alpha$ -ionone, an odor LOD indicated a potential sensory impact.

*Keywords:* wine, aroma compounds, absorption, migration, cleaning, GC–MS, odor aroma value

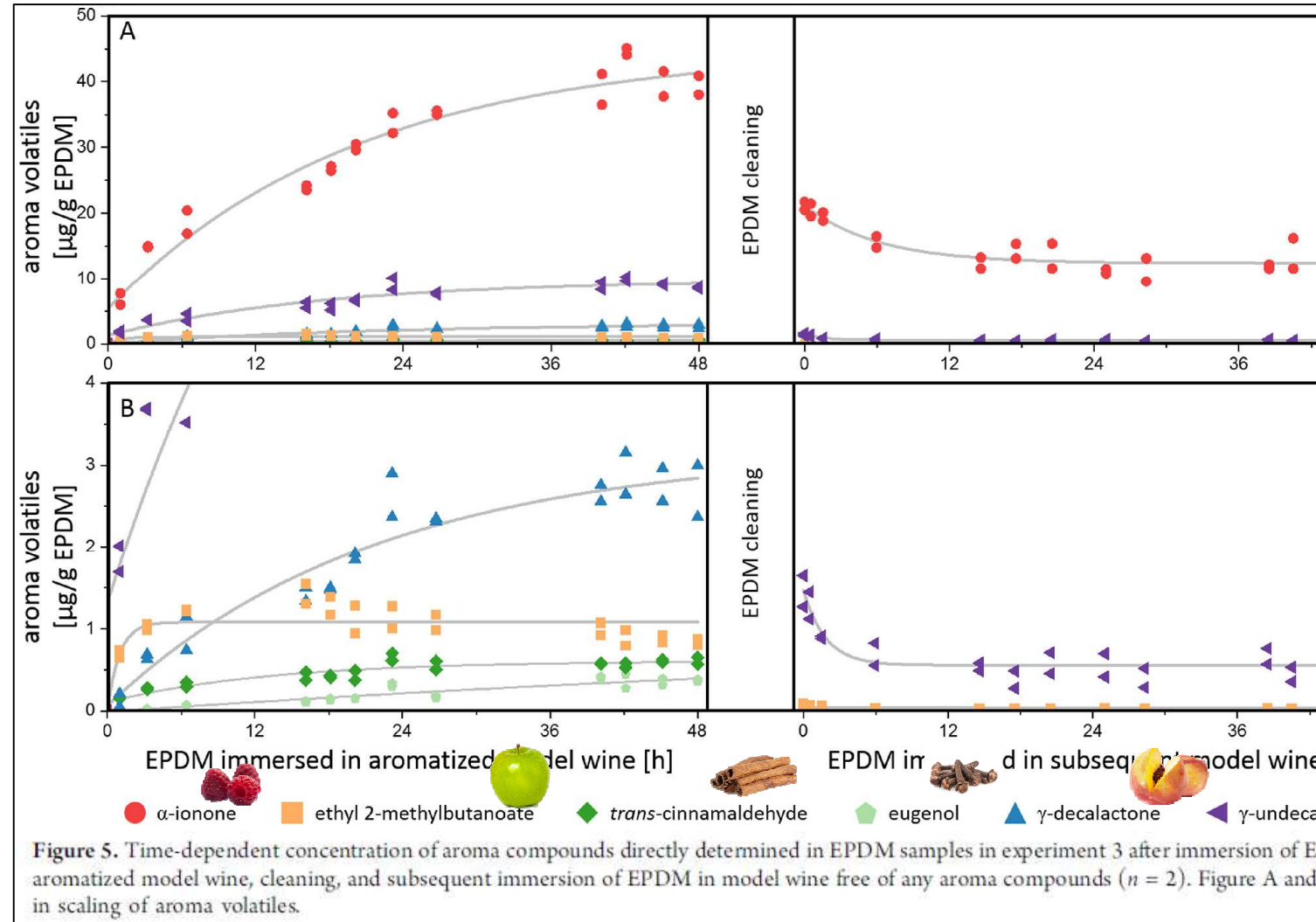
**ABSTRACT**

Carbonated alcoholic beverages such as traditional wine-based cocktails are usually filled on the same bottling lines on which regular wines are also bottled. The filler absorb volatiles to varying degrees in wine beverage. When a conventional wine is bottled, volatiles may migrate from the sealing polymer into the wine. Despite the application of industry standard (CIP) procedures, the concentrations of volatiles in subsequent bottled wine may exceed the detection (LOD).<sup>1</sup> These circumstances will be examined via their natural distribution of aromas for a limited number of chiral aroma compounds. No limits for unintentional carryover of aromastoffe into regular wine are set by legislature. Moreover, very high added concentrations (mg/L) in aromatized wine-based beverages are the chance for aroma carryover.<sup>2</sup> Contaminants is well-studied in food packaging. Scalping describes the absorption of aroma compounds from foodstuff by polymer materials. Leaching of contaminants from polymer materials into

diene monomer rubber (EPDM), saturated or hydrogenated nitrile butadiene rubber (NBR/HNBR), and highly fluorinated rubber (FKM). Each material exhibits varying degrees of beneficial properties such as inertness, flexibility, and stability against temperature and the filling medium but also disadvantageous properties such as stiffness and high price. Due to its flexibility, chemical resistance, and low price, EPDM is the most frequently used sealing material in beverage processing.<sup>3,9</sup>

Recent studies investigated sorption of aroma compounds into polymer materials,<sup>10–21</sup> but the bidirectional scalping and leaching of aroma compounds have not yet been studied in depth for sealing polymers. Direct and indirect analytical approaches are commonly applied to determine scalping of aroma compounds from packaging materials. Methods for the indirect determination of scalping quantify the loss of aroma compounds from foodstuff or beverages due to absorption into polymers during storage. Extraction methods such as liquid–liquid extraction followed by gas chromatography (GC) as a function of time are commonly applied.<sup>11,15,17,22</sup> Indirect quantitation of aroma scalping in the product can be erroneously influenced by other factors contributing to decreasing aroma compounds such as hydrolysis, oxidation, or loss by volatilization.<sup>23</sup> In contrast, direct quantitation of

Received: July 28, 2021



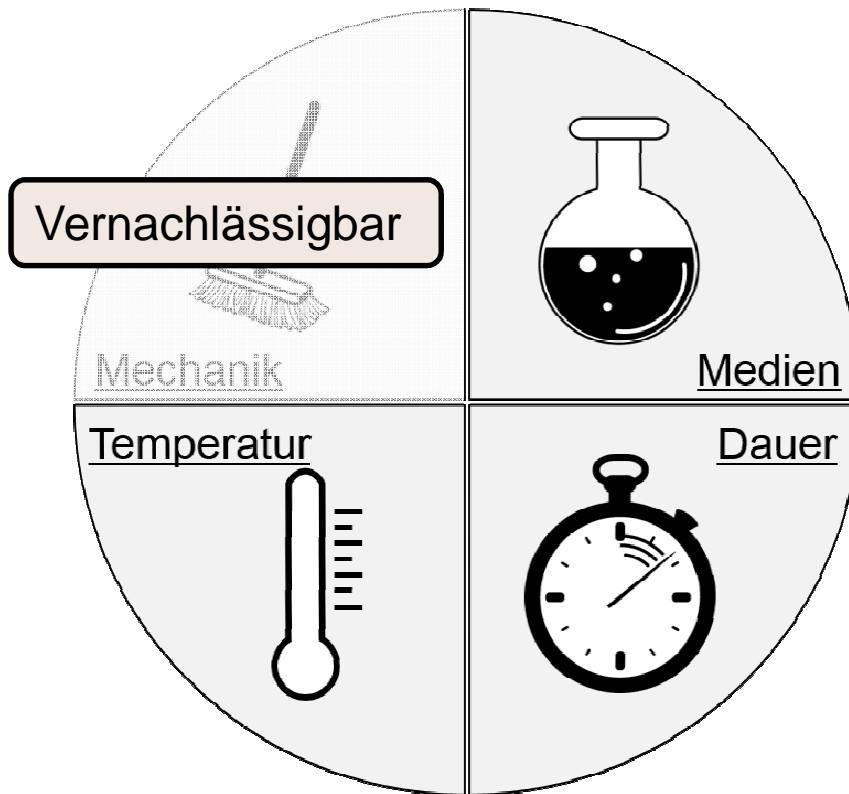
Gottmann et al. 2021 – Uptake and Release of Aroma (https://doi.org/10.1021/acs.jafc.1c04565)



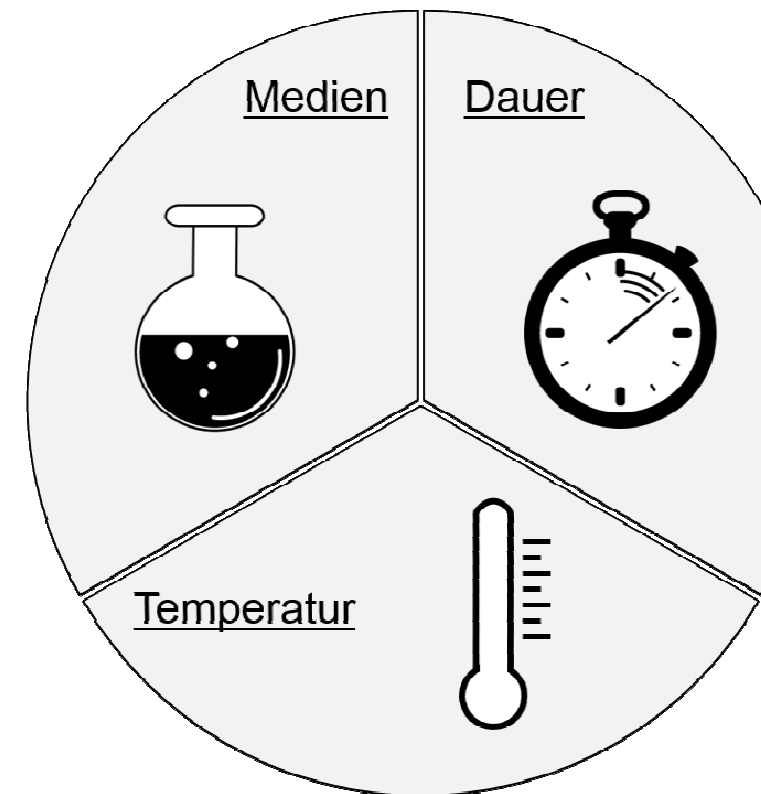
# Evaluierung verschiedener Reinigungsmedien

Elastomer Analytik  
Optimierung Reinigungsmaterial  
Vergleich von Reinigungsmaterial  
Evaluierung Reinigungsmedien

## Sinnerscher Kreis



## Reinigungsfaktoren



Über das Waschen mit Haushaltswaschmaschinen [...] (Sinner 1960)

# Evaluierung verschiedener Reinigungsmedien im Modell



## Reinigungsfaktoren

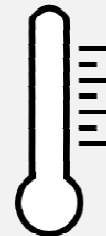
- Wasser
- Säure (Citronensäure 1,5%)
- Lauge (NaOH 1,5%)
- Karbonisiertes Wasser
- Wein
- Oxidative Reiniger

### Reinigungskinetik

- Reinigung Medien
- Ausdauer Dauer

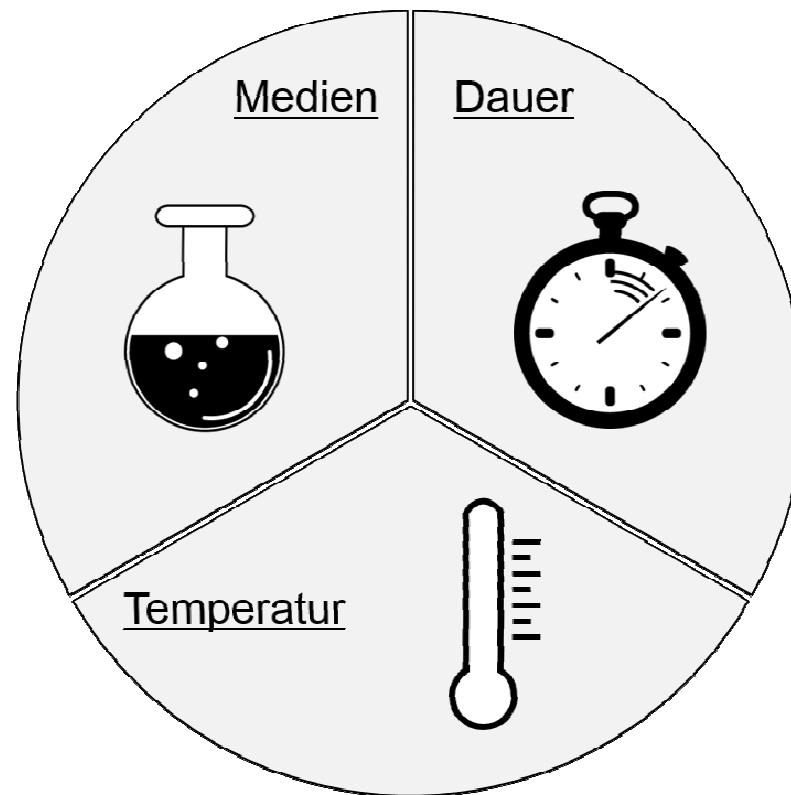


### Temperatur

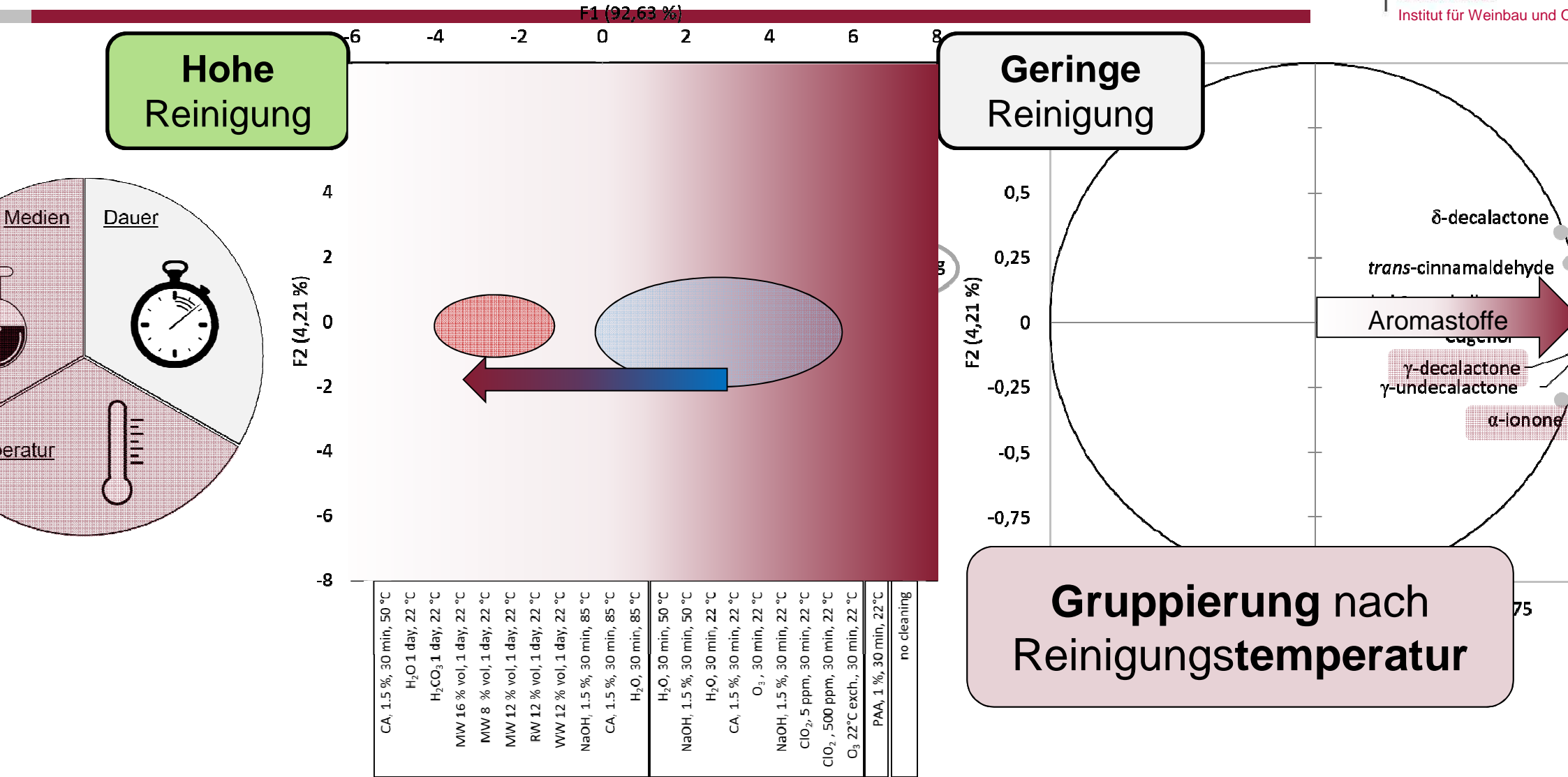


- 22°C
- 55°C
- 85°C

# Evaluierung verschiedener Reinigungsmedien im Modell

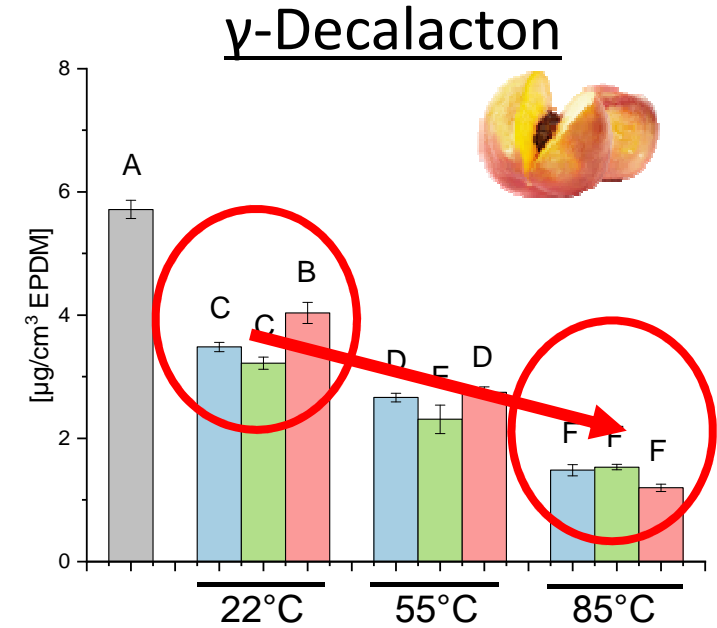
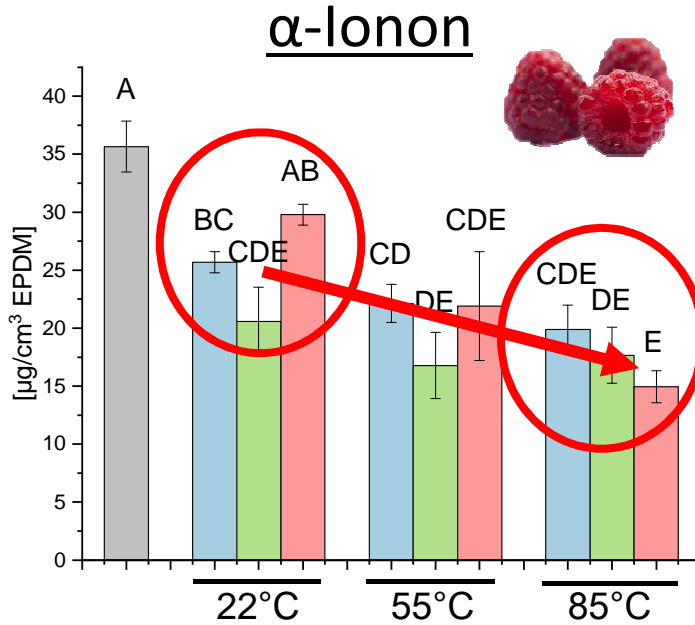
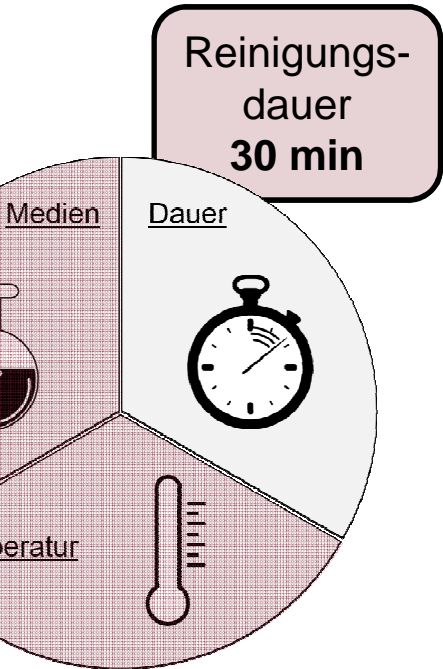


# Evaluierung verschiedener Reinigungsmedien im Modell



Essigsäure 1,5%, NaOH Natronlauge 1,5%, ClO<sub>2</sub> Chlordioxid Lösung, PAA Peressigsäure 1%, O<sub>3</sub> Ozoniertes Wasser, MW Modellwein, RW Rotwein, WW Weißwein, H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> karbonisiertes Wasser

# Einfluss der Temperatur und des Reinigungsmedium auf die Reinigungseffizienz



- Kein Reinigungsmittel
- Wasser
- Citronensäure
- NaCl 1,5%

Citronensäure zeigt bei niedriger Temperatur bessere Reinigung

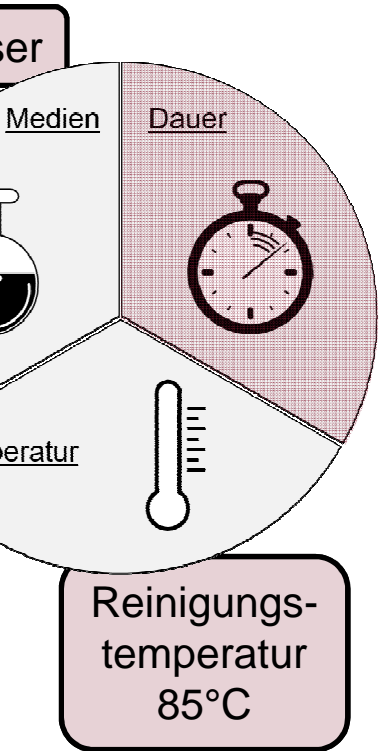
Hohe Temperatur führt zu einer besseren Reinigung

Hohe Temperatur zeigt Lauge eine Tendenz zur besseren Reinigung

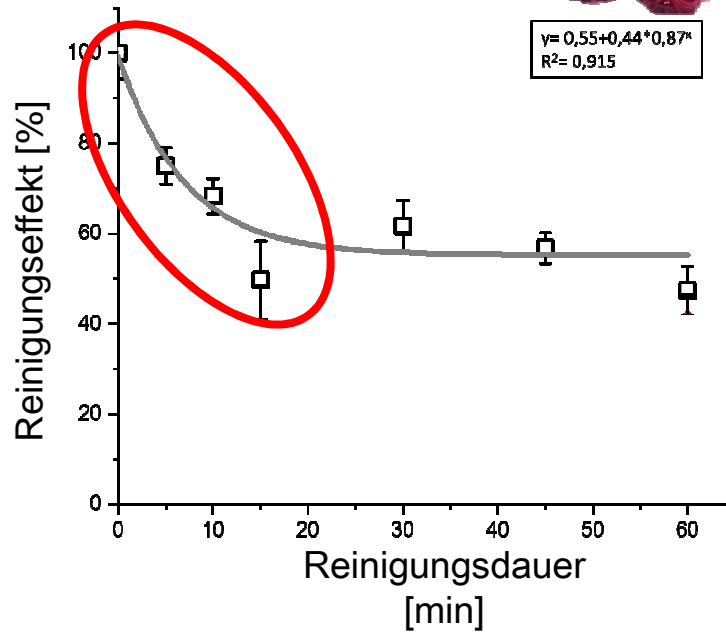
Vergleich, Tukey HSD test,  $\alpha = 5\%$ , verschiedene Buchstaben geben signifikant unterschiedliche Konzentrationen an (n = 3)



# Einfluss der Reinigungsdauer auf absorbierte Aromastoffe

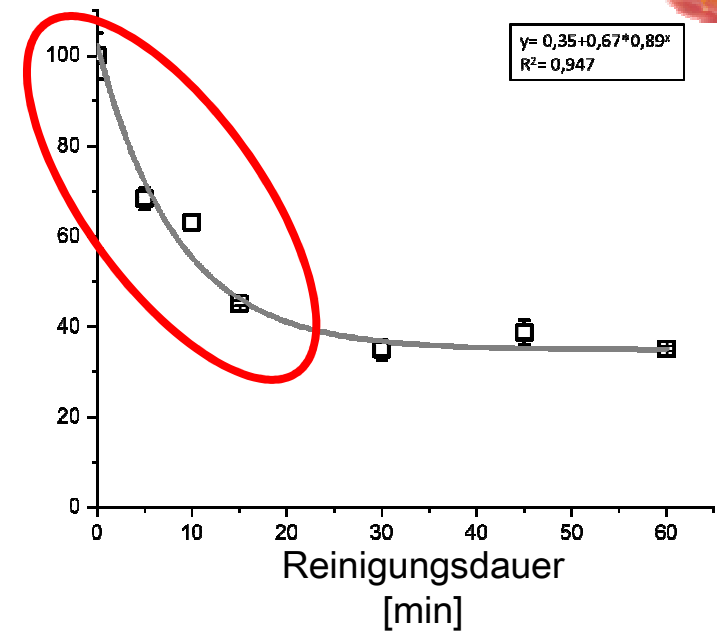


## α-Ionon



hoher Reinigungseffekt  
in ersten 20 min

## γ-Decalacton



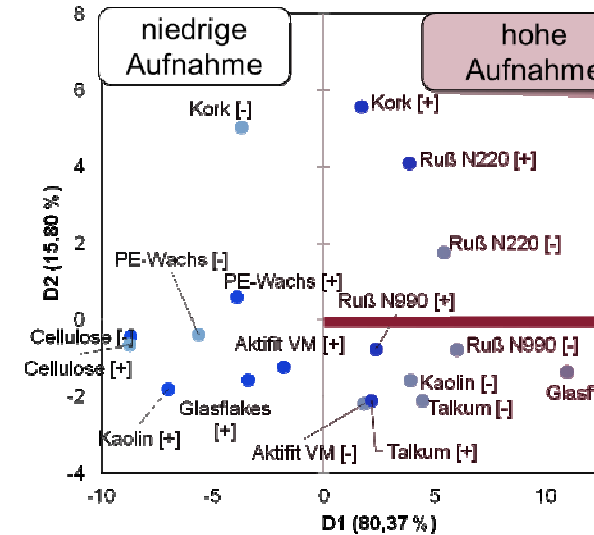
Keine erhöhte  
Reinigungseffizienz durch  
Mediums Austausch

# Fazit

## Minimierung der Aromastoffaufnahme

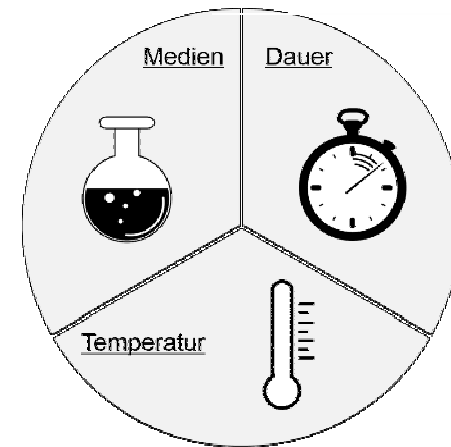
- Deutliche **Reduzierung** in der **Aufnahme** von **Aromastoffen** mit bis zu 70% durch Einbringen von den **Füllstoffen Kaolin** und **Cellulose**.
- **FKM** signifikant **niedrigere** Aufnahme an Aromastoffen
- **Übertrag** im Modellsystem zeigt sich **unabhängig** vom **Dichtungsmaterial**. Modifizierte Varianten zeigen **keine Verringerung** im Übertrag der Aromastoffe.

Beobachtungen (Achsen D1 und D2: 96,17 %)

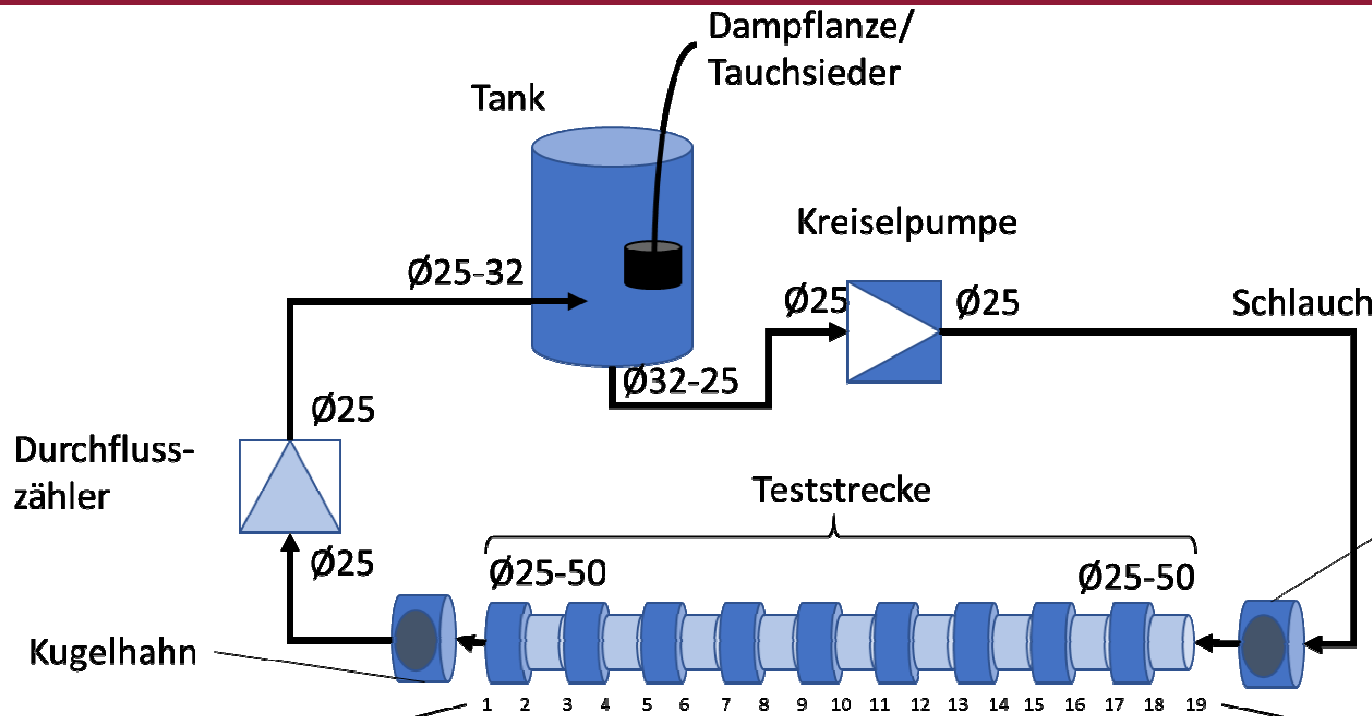


## Evaluierung der Reinigung

- **Reinigungsmedium** zeigte **keinen Einfluss**
- **Reinigungstemperatur** von 85 °C erzielte beste Reinigung
- **Hoher Reinigungseffekt** in den ersten **20 min**



# Ausblick: Versuchstand



9 Doppelvater Milchgewinde  
9 Doppelmutter Milchgewinde

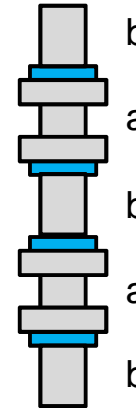
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19
Probenahme	EPDM Kaolin	EPDM Freud.	EPDM Kaolin	FKM Freud.	FKM Freud.	EPDM Kaolin	EPDM Kaolin	EPDM Freud.	EPDM Freud.	FKM Freud.	FKM Freud.	EPDM Freud.	EPDM Kaolin	EPDM Freud.	FKM Freud.	FKM Freud.	EPDM Kaolin	EPDM Freud.	Platzhalter
	1. Füllung					1. Füllung		1. Füllung			1. Füllung			1. Füllung	1. Füllung				/
		Reinigung	Reinigung		Reinigung		Reinigung									Reinigung		Reinigung	/
			2. Füllung					2. Füllung	2. Füllung				2. Füllung				2. Füllung		/

# Ausblick

## Verifizierung auf einem praxisnahen Versuchstand

Verbau von Milchgewinde

➤ Analyse Elastomer und der Weine



## Praxisversuch in der Abfüllung eines aromatisierten Weinerzeugnisses

Verbau von konsekutiven O-Ringen in einer Abfüllanlage

➤ Analyse der Elastomere und der einzelnen Produkte



Besonderer Dank gilt allen Projektbeteiligten, David Müller, Anna Becker, Michael Wacker, Jochen Vestner und Dominik Dietz.



FORSCHUNGSKREIS DER  
ERNÄHRUNGSINDUSTRIE E.V.