

# Kristallstabilisierung mit Kationenaustauscher

## Gleichzeitig Erhöhung der Gesamtsäure

O. Schmidt

Weinstein ist ein Sammelbegriff für auskristallisierte Salze der Weinsäure. Sie sind ungefährlich, stellen aber in abgefüllten Flaschen einen erheblichen optischen Mangel dar. Zur Kristallstabilisierung gibt es viele Möglichkeiten. Kommt ein Kationenaustauscher zum Einsatz, steigt im selben Arbeitsschritt auch die titrierbare Gesamtsäure.

**E**rzeuger mit Direktvertrieb können Weinstein-Ausscheidungen ihren Kunden im Gespräch vielleicht erklären. Aber bei Weinverkauf über Dritte oder im Lebensmitteleinzelhandel kann dies sogar einen kostspieligen Rückruf verursachen. Vor der Abfüllung darf Wein demnach nicht oder nur gering mit Weinstein übersättigt sein. Es gibt zahlreiche Methoden zur Kristallstabilisierung, die je nach betrieblicher Struktur und jeweiliger Anforderung Anwendung finden. Eine relativ neue Methode ist die Kristallstabilisierung mit Ionenaustauschern.

## Weinstein = Salze der Weinsäure

Obwohl Wein eine Vielzahl an Säuren enthält, ist im Grunde nur eine einzige Säure in der Lage, mengenmäßig relevante Mengen an unlöslichen Salzen zu bilden: die Weinsäure. Die Salze der Weinsäure werden als Tartrate bezeichnet. Hierbei sind vor allem das saure Kalium-Salz (Kalium-Hydrogen-Tartrat = KHT) sowie das Kalzium-Salz (Kalzium-Tartrat = CaT)

von Bedeutung. Kalium-Hydrogen-Tartrat wird auch als der „echte Weinstein“ bezeichnet. Kalzium-Tartrat wird oft sprachlich weniger differenziert benannt und global als „Weinstein“ bezeichnet. Für Kunden spielt es bei Reklamationen keine Rolle, ob KHT oder CaT vorliegt – jedoch ist es für den Betrieb von immenser Bedeutung, zu analysieren, welches Kristall vorliegt.

## Analyse auf Weinsteinstabilität

Grundsätzlich wird vor jeder Abfüllung die Stabilität untersucht. Neben  $\text{SO}_2$  und Eiweißstabilität ist auch die Kristallstabilität von großem Interesse. Hierfür stehen unterschiedliche Methoden zur Verfügung. Erprobt sind diese beiden Konzepte:

- ▶ Minikontaktverfahren
- ▶ Sättigungstemperatur

Bewährt hat sich die vollautomatische Messung mittels Analysengeräten wie „Checkstab“. Grundsätzlich wird für KHT beim Minikontaktverfahren ab einer Leitfähigkeitsabnahme von  $>30 \mu\text{S}$  ein Wein als nicht

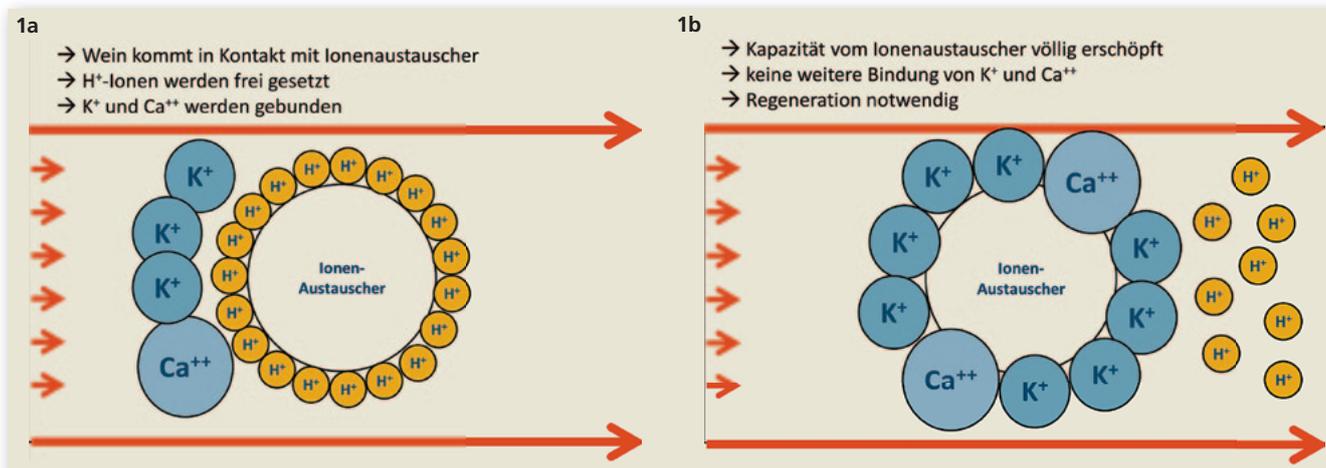
stabil beurteilt. Die Sättigungstemperatur für KHT von als stabil angenommenen Weinen liegt unter den nachfolgenden Werten: Weißwein  $\leq 12^\circ\text{C}$ ; Rotwein  $\leq 15^\circ\text{C}$  und Sektgrundwein  $\leq 10^\circ\text{C}$ .

Für Calcium-Tartrat (CaT) findet das Minikontaktverfahren keine Anwendung, jedoch häufig die Sättigungstemperatur. Hierbei gilt quer über alle Weinarten, dass Sättigungstemperaturen unter  $20^\circ\text{C}$  als stabil angesehen werden. Gleichzeitig sollte der Kalzium-Gehalt unter 80 bis 100 mg/l liegen.

## Methoden der Stabilisierung

Grundsätzlich unterscheidet man zwei grundlegende Verfahrensweisen: Bei den „**Additiven Verfahren**“ wird versucht, durch einen Zusatz von Substanzen, welche die Kristallbildung und/oder das Kristallwachstum verhindern (Inhibitoren), die Bildung von Kristallen zu vereiteln. Hierzu gehören Meta-Weinsäure und CMC. Gummi arabicum hat **keine** Wirkung auf Weinstein.

Abb. 1: Schema des Kationen-Austauschs (Wein fließt von links nach rechts)



Bei den „**Subtraktiven Verfahren**“ werden die Reaktionspartner, welche Kristalle bilden können, aus dem Wein ausgefällt (z.B. Kälte-Kontaktverfahren) oder durch geeignete Gerätschaften entfernt (Elektrodialyse, Ionenaustauscher). Die „Subtraktiven Verfahren“ sind sicherer und haben eine ausgeprägte Langzeitwirkung. Das **Kälte-Kontaktverfahren** ist die am weitesten verbreitete Methode in der oenologischen Praxis. Jedoch kann hiermit nur das Kalium-Kristallproblem gelöst werden. Überschüssiges Kalzium wird hierbei nicht berücksichtigt. Die **Elektrodialyse** ist zwar ein sehr leistungsfähiges Verfahren, aber dafür auch ein sehr aufwändiges. Man kann Weine, die sowohl Kalium als auch Kalzium-Instabilität(!) aufweisen in einem Durchgang sicher stabilisieren. Jedoch sind Elektrodialyse-Anlagen relativ teuer in der Anschaffung, die organischen Membranen sind empfindlich, verschleißend und im Betrieb entstehen daher relevante variable Kosten (Strom, Chemikalien, Wasser).

### Kationenaustauscher zur Weinsteinstabilisierung

Durch die Zulassung der Kationenaustauscher ist mittlerweile eine weitere interessante Möglichkeit gegeben, mit relativ geringem Aufwand Wein sicher gegen Kalium-Hydrogen- und Kalzium-Tartrat zu stabilisieren.

Die Anwendung der Kationenaustauscher ist in Anlage 12 der Verordnung zu Önologischen Verfahren mit den Vorschriften für die Behandlung mit Kationenaustauschern zur Weinsteinstabilisierung geregelt (vgl. Infokasten). Innerhalb dieses rechtlichen Rahmens ist eine sichere Kristallstabilisierung auch von hochgradig instabilen Weinen möglich.

### Rechtlicher Rahmen zur Kristallstabilisierung (Anlage 12 der VO (EG) Nr. 606/2009)

Diese Behandlung dient der Verhinderung der Ausfällung von Kaliumhydrogentartrat und Kalziumtartrat (sowie anderer Kalziumsalze) in Wein.

#### Vorschriften:

1. Die Behandlung muss auf die Beseitigung überschüssiger Kationen begrenzt werden.

► Der Wein kann zuerst kältebehandelt werden.

► Nur ein minimaler Teil des Weins, der zur Stabilität notwendig ist, wird mit Kationenaustauschern behandelt.

2. Die Behandlung erfolgt mit Kationenaustauschharzen, die im sauren Zyklus erneuert werden.

3. Die Durchführung der gesamten Behandlung obliegt einem Önologen oder einem qualifizierten Techniker. Die Behandlung muss in das Regis-

ter gemäß Artikel 112 Abs. 2 der Verordnung (EG) Nr. 479/2008 eingetragen werden.

4. Die Kationharze müssen den Vorschriften der Verordnung (EG) Nr. 1935/2004 des Europäischen Parlaments und des Rates 1, den zu deren Durchführung erlassenen gemeinschaftlichen und nationalen Vorschriften sowie den Analysevorschriften in Anlage 4 der vorliegenden Verordnung entsprechen. Ihre Verwendung darf nicht zu übermäßigen Änderungen des physikalisch-chemischen Aufbaus und der sensorischen Eigenschaften des Weins führen; dabei müssen die Grenzwerte in Nummer 3 der Monografie „Kationenaustauschharze“ des von der OIV veröffentlichten Internationalen Önologischen Kodex eingehalten werden.

### Was sind Ionenaustauscher?

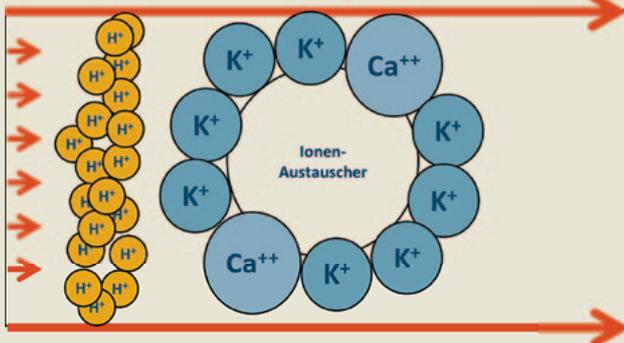
Ionenaustauscher sind selektive Materialien, mit denen in Flüssigkeiten gelöste Ionen durch andere Ionen gleichnamiger Ladung (negative Ladung = Anionen; positive Ladung = Kationen) ausgetauscht werden können. Die auszutauschenden Ionen werden an Ionenaustauschern, welche meist synthetische, selektive Kunstharze mit unterschiedlichen funktionellen Gruppen sind, gebunden. Je nach Spezifikation kann der Ionenaustauscher eine äquivalente Stoffmenge von vorher gebundenen Ionen in die Lösung abgeben. Ionenaustauscher sind in jedem Geschirrspüler für die Wasserenthärtung zu finden (werden mit Spezial-Salz regeneriert)

oder auch für Aufbereitung von Kesselspeisewasser bei Dampferzeugern.

Das **Schema der Funktionsweise** zeigen die Abbildungen 1a bis 1d. Meist sind die Austauscherharze in Form kleiner Kügelchen in Kartuschen mit Steigrohr gepackt. Das System ist vergleichbar dem von Getränke-KEGs. Die zu behandelnde Flüssigkeit fließt durch die Kartusche und strömt an den Harzkügelchen vorbei. Hierbei findet der Austausch statt.

Abb. 1a zeigt das vollständig mit  $H^+$ -Ionen gesättigte Austauscherharz. In Abb. 1b hat das Austauscherharz seine Kapazität an  $H^+$ -Ionen bereits vollständig an den Wein abgegeben. Diese  $H^+$ -Ionen führen zur pH-Wert-Absenkung. Hingegen ist der Austauscher jetzt vollständig mit  $K^+$  und

1c  
→ Kationen-Austauscher belegt mit  $K^+$  &  $Ca^{++}$   
→ Regeneration mit Säure  
→ K & Ca werden von  $H^+$  verdrängt



1d  
→ frisch regenerierter Kationen-Austauscher  
→ gesamte Austauschkapazität wieder hergestellt

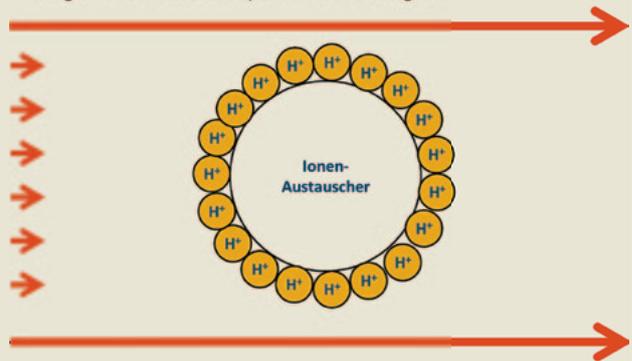




Abb. 2: Manuelle Ionenaustauscher-Anlage Stabymatic 25 (AEB S.p.A.)

Ca<sup>++</sup> belegt. Analytisch erkennt man die Belegung des Harzes am Anstieg des pH-Wertes (Abb. 4). Jetzt wird die Behandlung abgebrochen, der Wein aus der Kartusche verdrängt. Das Austauscherharz muss regeneriert werden.

Abb. 1 c zeigt den Regenerationsvorgang. Hierbei wird im Fall der benutzten Ionenaustauscher mit konzentrierter Schwefelsäure gearbeitet. Die starke Säure bewirkt eine Freisetzung der gebundenen K<sup>+</sup>- und Ca<sup>++</sup>-Ionen, sie werden mit der Säure ausgewaschen und gelangen so ins Abwasser. Danach wird die Säure noch mit Wasser ausgespült bis am Ausgang nur noch Wasser ansteht. Abb. 1 d zeigt den vollständig regenerierten Ionenaustauscher, mit dem jetzt wieder Wein behandelt werden kann.



Abb. 3: Ionenaustauscher-Anlage EVER Stabstar 50 (EVER s.r.l.)

### Versuchsgeräte für Wein

Für die Versuche standen zwei kleine Kationenaustauscher-Systeme der Firmen AEB und EVER zur Verfügung:

- AEB: Stabymatic 25
- EVER: Stabstar Model 50

In beiden Fällen handelt es sich um die kleinsten verfügbaren Anlagen der Hersteller. Sie sind für den Einsatz in Weingütern vorgesehen.

Die Menge an Wein, die pro Kilogramm Austauscherharz stabilisiert werden kann, wird nur ungefähr angegeben. Jedes Harz hat eine spezifische Kapazität an Ionen, die ausgetauscht werden kann. In wässrigen Lösungen kann man diese Kapazität bestimmen. Jedoch ist Wein so heterogen, dass eine exakte Angabe schwierig ist.

Des Weiteren wird vom zu stabilisierenden Wein nur eine Teilmenge behandelt. Je nachdem, ob die Teilmenge 10/20/30 % beträgt, ergibt sich (rechnerisch) eine andere stabilisierte Weinmenge.

In der Praxis beobachtet man beim Stabilisieren den Verlauf des pH-Wertes (Abb. 4). Sobald dieser merklich ansteigt, ist die Kapazität des Austauschers erschöpft, es muss regeneriert werden (Abb. 1 c).

### Ionenaustauscher – nur Teilmenge wird behandelt

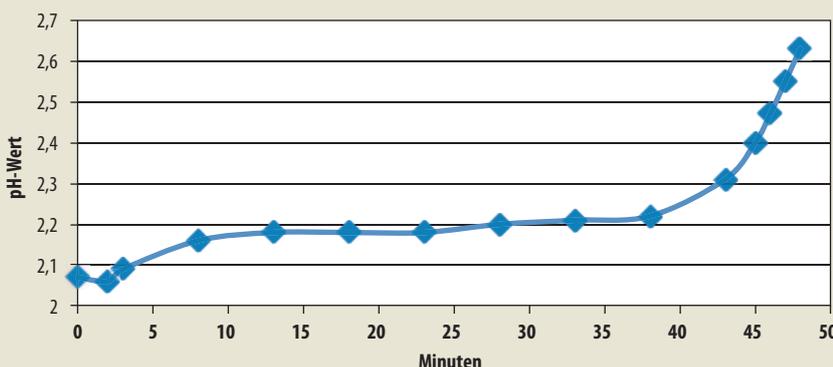
Das Volumen an Wein, welches mit den Anlagen behandelt werden kann, kann nicht pauschal angegeben werden, da nur ein Teil des instabilen Weines mit dem Ionenaustauscher behandelt wird. Aus dieser Teilmenge wird weitgehend Kalium und Kalzium entfernt. Genauer gesagt werden die Kationen K<sup>+</sup> und Ca<sup>++</sup> gegen Wasserstoffionen H<sup>+</sup> ausgetauscht. Dadurch sinkt der pH-Wert der Teilmenge auf Werte um pH 2,0 bis 2,1(!) (Abb. 4). Nach dem Rückverschnitt ist dann in der Gesamtpartie die Kristallstabilität gewährleistet. Diese zu behandelnde Teilpartie liegt in der Regel bei 10 bis 20 % des Gesamtvolumens. Bei sehr großer Instabilität müssen ggf. auch 30 % oder darüber behandelt werden. Dies kann jedoch schon zu einer starken analytischen Veränderung des Weines führen. Üblicherweise sinkt der pH-Wert nach einer sachgerechten Behandlung um 0,1 bis 0,3 Einheiten und die titrierbare Gesamtsäure steigt um 0,5 bis 1,0 g/l an. Dies kann für sehr säurearme Weine durchaus einen Vorteil darstellen (bessere SO<sub>2</sub>-Wirkung, größere Stabilität, intensivere Farbe). Zugleich kann es für Weine mit ohnehin hoher Säure nachteilig sein – vor allem sensorisch.

### Ermittlung der notwendigen Teilmenge

Im Vorfeld der Stabilisierung im Keller wird im Labor eine Teilpartie Wein mit dem Ionenaustauscher behandelt. Anschließend stellt man Verschnitte aus Grundwein ohne Behandlung mit bspw. 20-30-40 % der behandelten Partie zusammen. Anschließend wird mit diesen Verschnitten das Minikontaktverfahren durchgeführt.

Beim Minikontaktverfahren eines sehr instabilen Versuchsweines wurde ersichtlich, dass die unbehandelte Kontrolle eine Abnahme der Leitfähigkeit von rund 120 µS in 240 Sekunden hatte. Nach dem Rückverschnitt des Ausgangsweines (je 100 ml) mit

Abb. 4: Verlauf des pH-Wertes beim Behandeln von Wein. Nach 50 Minuten war der Ionenaustauscher vollständig erschöpft, die Behandlung wird beendet und anschließend wird regeneriert



der Ionenaustauscher-behandelten Variante mit 20-30-40 % ergaben sich drei unterschiedliche Behandlungsstufen. Diese wurden ebenfalls mit Checkstab gemessen und bilden die anderen Linien im Diagramm. Aufgrund der Leitfähigkeits-Abnahme wurde entschieden, den Wein im Keller zu 30 % mit dem Ionenaustauscher zu behandeln. Diese Variante zeigte nach Rückverschnitt noch eine Leitfähigkeitsabnahme von rund 30 µS. Nachdem die zu behandelnde Teilmenge ermittelt ist, kann man im Keller direkt mit der Behandlung beginnen.

## Versuchsweine

Die Versuchsweine wurden von der Genossenschaftskellerei Heilbronn-Erlenbach-Weinsberg, kurz WG Heilbronn, zur Verfügung gestellt. Zum Testen der Technik wurden drei Rotweine aus thermischer Verarbeitung und mit Restzucker ausgewählt. Durch die thermische Verarbeitung der Trauben liegt im Wein ein hoher Kolloidgehalt vor. Auch Restzucker erschwert die Kristallstabilisierung beim Kälte-Kontaktverfahren. Diese Weine wurden von den Mitarbeitern der WG Heilbronn als schwierig zu stabilisieren eingestuft. Deshalb war man besonders gespannt darauf, wie sich die Ionenaustauscher im Vergleich darstellen.

## Versuchsaufbau

Von jedem der drei Versuchsweine wurden vier Varianten wie folgt beschrieben ausgebaut:

- Kontrollwein ohne weitere Stabilisierung

**Tab. 1: Analysen-Übersicht der Versuchsweine**

| Rebsorte           | Trollinger | Trollinger | Trollinger/Lemberger | Mittelwert |
|--------------------|------------|------------|----------------------|------------|
| Jahrgang           | 2013       | 2013       | 2013                 | –          |
| Alkohol g/l        | 90,8       | 92,7       | 96,7                 | 93,4       |
| Restzucker g/l     | 20,9       | 14,7       | 13,9                 | 16,5       |
| pH-Wert            | 3,59       | 3,6        | 3,54                 | 3,58       |
| tit. Gesamtsr. g/l | 4,5        | 4,5        | 4,5                  | 4,5        |
| Weinsäure g/l      | 2,4        | 2,4        | 2,2                  | 2,3        |
| Kalium mg/l        | 1.170      | 1.135      | 1.060                | 1.122      |
| Kalzium mg/l       | 58         | 71         | 67                   | 65,3       |
| Magnesium mg/l     | 72         | 76         | 82                   | 76,7       |
| Tsätt KHT °C       | 23,9       | 21,9       | 22,2                 | 22,7       |
| Tsätt CaT °C       | 28,5       | 23,4       | 25,4                 | 25,8       |

- betriebsübliche Stabilisierung mit Kälte/Kontaktverfahren
- Ionenaustauscher AEB
- Ionenaustauscher EVER

Alle 12 Varianten (3 Weine á 4 Varianten) wurden separat ausgebaut, abgefüllt und analytisch wie sensorisch ausgewertet.

## Ergebnisse

Zunächst ist natürlich von größtem Interesse, wie sich die Ionenaustauscher-Behandlung auf die **Kristallstabilität** auswirkt.

Abb. 5 zeigt die **Konzentrationen** an Kalium, Kalzium und Magnesium in den abgefüllten Weinen. Es ergeben sich signifikante Unterschiede. In jedem Fall ist die Abreicherung durch die Ionenaustauscher sehr deutlich im direkten Vergleich zum Kälte/Kontaktverfahren. Dies ist auch logisch, da ja durch die Ionenaustauscher vornehmlich diese Elemente

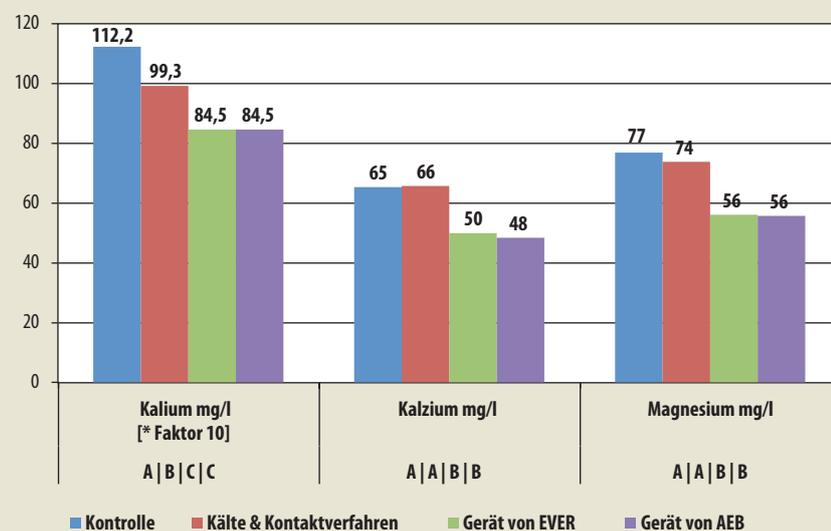
quantitativ entfernt werden. Allein beim Kalium werden rund 275 mg/l durch die Anwendung der Ionenaustauscher entfernt, das entspricht einer Reduzierung von 25 %. Beim Kälte/Kontaktverfahren werden nur rund 11,5 % Kalium entfernt. Kalzium wird – zwar ohne Notwendigkeit – um rund 25 % abgereichert. Bei Weinen mit hohem Kalziumgehalt kann man davon ausgehen, dass auch eine sehr gute Kalzium-Stabilität erreicht werden kann. Magnesium ist für die Kristallstabilität nicht von Belang. Aber es wird als Kation auch von Ionenaustauschern erfasst und reduziert. Magnesium hat für die Authentizität von Wein eine Aussagekraft, da der Magnesiumgehalt von Wein durch fast kein önologisches Verfahren verändert wird.

In Abb. 6 sind die **Sättigungstemperaturen** (Tsätt) eingetragen. Für die Tsätt von Kalzium bzw. Kalziumtriat (CaT) zeigt sich, dass alle behandelten Varianten stabil sind. Stabile Weine haben eine Tsätt von <20 °C. Jedoch ist die Stabilisierung der Ionenaustauscher viel weitgehender als die vom traditionellen Kälte/Kontaktverfahren. Die Unterschiede zwischen den Verfahren sind hoch signifikant.

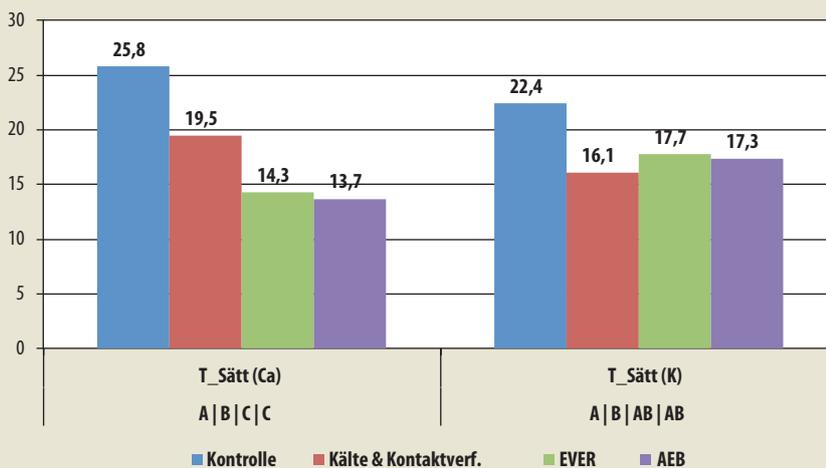
Die Sättigungstemperatur (Tsätt) für KHT soll für stabile Weine unter 15 °C liegen. Im vorliegenden Fall konnten wir jedoch nur eine Tsätt von 16 bzw. 17 °C erreichen. Die Absenkung der Sättigungstemperatur war wegen der geringen Anzahl der Weine sowie den gegebenen Schwankungen nicht signifikant. Aus der Summe der gesammelten Daten und insbesondere dem Ergebnis vom Minikontaktverfahren kann man dennoch ableiten, dass die behandelten Weine kristallstabil sind.

Im Ergebnis einer Analyse des Mini-

**Abb. 5: Mittelwerte der Kalium-, Kalzium- und Magnesium-Konzentrationen der drei Weine á 4 Varianten (Buchstaben geben Signifikanz p = 0,95 Fisher-LSD an)**



**Abb. 6: Mittelwerte der Sättigungstemperaturen der drei Weine á 4 Varianten**  
(Buchstaben geben Signifikanz p = 0,95 Fisher-LSD an)



kontaktverfahrens ist ersichtlich, dass die Kurve mit dem Kälte/Kontakt-Verfahren die geringste Abnahme der Leitfähigkeit hat (~20 µS). Die mit Ionenaustauscher behandelten Varianten zeigen eine Abnahme zwischen 40 bis 45 µS. Die unbehandelte Kontrolle ist hochgradig instabil.

Der geringe Abfall der Leitfähigkeit beim Kälte/Kontakt-Verfahren erklärt sich dadurch, dass es durch die tatsächlich stattgefundenen Auskristallisation zu einer andersartigen Reduzierung der gelösten Extraktstoffe kommt als bei den Varianten nach Ionenaustauscher.

### Säure, Extrakt und Farbe

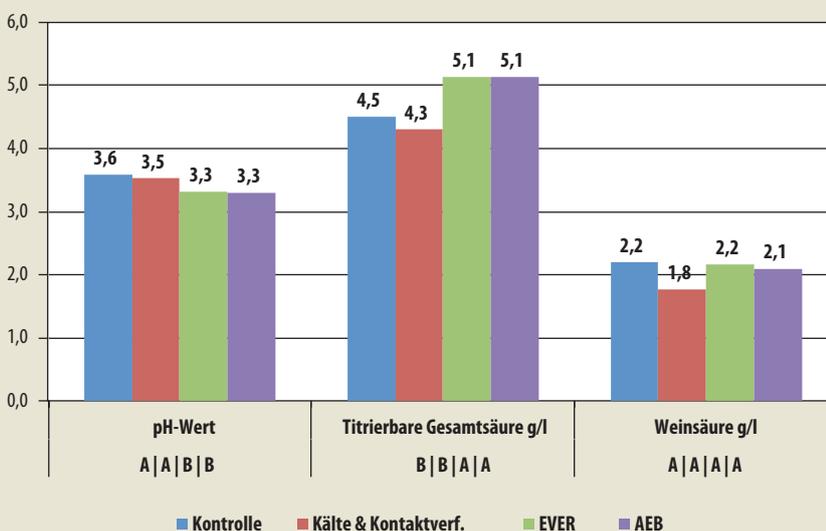
Durch die Auskristallisation wird quantitativ neben den Mineralien die **Weinsäure** im Mittel von 2,2 auf 1,8 g/l

reduziert (siehe Abb. 7). Durch die Reduzierung der Weinsäure, welche einen großen Beitrag zur elektrischen Leitfähigkeit im Wein hat, verringert sich die Leitfähigkeitsabnahme beim Minikontakttest. An gleicher Stelle kann man als Konsequenz der Behandlung beobachten, dass der **pH-Wert** der Ionenaustauscher-Varianten um etwa 0,3 Einheiten sinkt und die **titrierbare Gesamtsäure** durch den Mineralstoffentzug um rund 0,6g/l ansteigt.

Die Veränderung im **Extraktgehalt** zeigt Abb. 8. Die Reduzierung der Extraktstoffe ist durch die Behandlung mit den Ionenaustauschern signifikant.

Durch die selektive Entfernung der Kationen K<sup>+</sup> und Ca<sup>++</sup> ohne die Weinsäure zu entfernen kommt es zur be-

**Abb. 7: Mittelwerte von pH-Wert, tit. Gesamtsäure und der Weinsäure der drei Weine á 4 Varianten**  
(Buchstaben geben Signifikanz p = 0,95 Fisher-LSD an)



reits beschriebenen Absenkung des pH-Wertes. Dies führt zu einer stärkeren Ionisation der Anthocyane im Wein welche dann farbkräftiger werden. Die Verringerung der **Farbtiefe** bei den Kälte/Kontakt-Varianten ist durch den Farbverlust im ausgeschiedenen Weinstein und der pH-Anhebung zu suchen. Der Farbverlust der Kontrolle zu den Kälte/Kontakt-Varianten liegt bei rund -5%. Die Farbzunahme zu den Ionenaustauscher-Varianten liegt bei ca. +7%. Im direkten Vergleich der stabilisierten Varianten haben die Varianten Ionenaustauscher versus Kälte/Kontaktverfahren einen Farbvorteil von rund 12%. Vergleichbare Ergebnisse ergaben sich auch für die Elektrodialyse die den pH-Wert ähnlich wie die Ionenaustauscher senkt.

### Sensorik

Die Verkostung der Varianten wurde unmittelbar nach der Abfüllung durchgeführt – ist aber noch nicht abgeschlossen. Exemplarisch wird das Resultat von einem Trollinger gezeigt. Die Differenzierung der Versuchsweine wurde zunächst im Geruch vorgenommen. Es zeigte sich, dass die Komponente Sauerkirsch in den Ionenaustauscher-Varianten zunimmt, Erdbeere eher etwas reduziert wurde. Die Unterschiede im Geruch waren eher gering.

Beim Geschmack kann signifikant die analytische Zunahme der Säure bei den Ionenaustauscher-Varianten gezeigt werden. Die Säurewahrnehmung wurde sensorisch deutlich verstärkt. In den weiteren Parameter Süße, geschmackliche Fülle und Qualitätszahl nach DLG-5-Punkte ergaben sich keine Signifikanzen.

### Säuerung als weitere Anwendung

Die relativ günstigen Ionenaustauscher-Anlagen finden in Südeuropa neben der Kristallstabilisierung vom fertig ausgebauten Wein noch eine weitere Anwendung. Hierbei werden Moste bzw. Teilmengen vom Most mit dem Ionenaustauscher behandelt und so gezielt der pH-Wert gesenkt und die titrierbare Säure erhöht. Dadurch wird die mikrobiologische Stabilität der Moste als auch jene der Weine in der Gärung verbessert.

### Ionenaustauscher im Most versus Wein

In einem Versuch in 2015 haben wir bei einem Müller-Thurgau die Säuerung mit der Anwendung des Ionen-

austauschers verglichen. Zunächst wurde der Most als Kontrolle ohne Säuerung ausgebaut. Daneben wurde der identische Most mit der maximal für Most zugelassen Menge an Wein-, Äpfel- und Milchsäure versetzt. Des Weiteren wurde bei einer Variante der Most mit Ionenaustauscher behandelt. Hierbei wurden 20% der Variante mit dem Ionenaustauscher behandelt und rückverschnitten. Nach der Gärung wurde der Jungwein der ungesäuerten Variante (01– Kontrolle) abermals aufgeteilt und nach dem gleichen Schema wie im Most behandelt.

### Die Varianten im Überblick

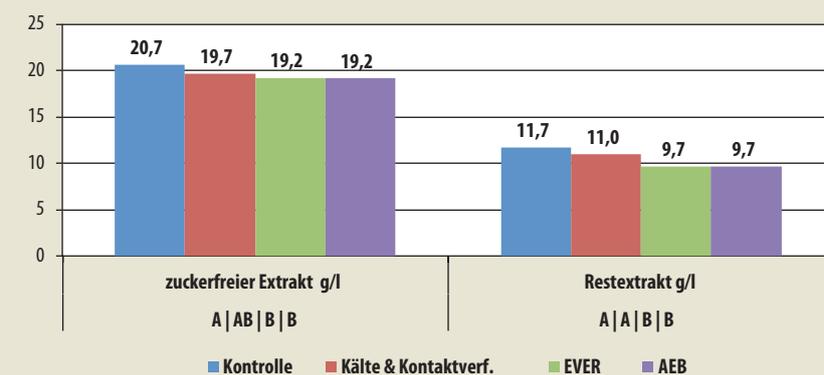
- ▶ 01: Kontrolle
- Mostsäuerung**, dann vergoren:
  - ▶ 02: Most + 1,5g/l Weinsäure
  - ▶ 03: Most + 1,34g/l Äpfelsäure
  - ▶ 04: Most + 1,88 ml/l (80%ige) Milchsäure
  - ▶ 05: vom Most 20% mit Ionenaustauscher behandelt und Rückverschnitt mit Kontrolle
- Weinsäuerung**, von der vergorenen Kontrolle wurde Wein entnommen, aufgeteilt und folgendermaßen behandelt:
  - ▶ 06: Wein + 1,5g/l Weinsäure
  - ▶ 07: Wein + 1,34g/l Äpfelsäure
  - ▶ 08: Wein + 1,88 ml/l (80%ige) Milchsäure
  - ▶ 09: vom Wein 20% mit Ionenaustauscher behandelt und Rückverschnitt mit Kontrolle

### Vergleich der Säuerung Most versus Wein

Da die Ergebnisse dieses Versuches sehr umfangreich sind, kann hier nur auf wenige Daten eingegangen werden. In Abb. 9 sind die resultierenden Werte für die titrierbare Gesamtsäure und die pH-Werte und in Abb. 10 die Sättigungstemperaturen der Weine nach der Abfüllung ersichtlich.

Links ist die Kontrolle zu sehen, die nach der Gärung noch 4,9g/l titrierbare Gesamtsäure und den höchsten pH-Wert hatte. Die Säuerung mit Weinsäure um 1,5g/l im Most führte zu 5,6 und im Wein zu 6,1g/l titrierbarer Gesamtsäure. Bei der Variante „06 – Weinsäurezusatz zum Wein“ steht noch der Weinsteinausfall bevor, wie man in Abb. 10 an der exorbitant hohen Sättigungstemperatur sehen kann. Im Gegenzug hat die Variante „02 – Weinsäurezusatz zum Most“ eine sehr geringe Sättigungstemperatur, was für eine sehr gute Kristallstabilität steht. Durch die Gärung in Anwesenheit der erhöhten

**Abb. 8: Mittelwerte von zuckerfreiem Extrakt und Restextrakt der drei Weine á 4 Varianten** (Buchstaben geben Signifikanz  $p = 0,95$  Fisher-LSD an)



Weinsäure wurde die Kristallisation bzw. das Ausscheiden der Weinsäure mit dem zunehmenden Alkoholgehalt während der Gärung begünstigt. Da die Weinsäure die stärkste Säure ist, sind bei diesen beiden Varianten die pH-Werte am geringsten.

Die Äpfel- und Milchsäure, welche sowohl im Most als auch im Wein zugegeben wurden, führen zu vergleichbaren Säuresteigerungen. Das Säureniveau der beiden Säuren liegt über der Säuerung mit Weinsäure, da diese im Wein stabil sind und nicht als Weinstein ausfallen.

Die Säuerung über Ionenaustauscher führte ebenfalls zu einer moderaten Zunahme der titrierbaren Gesamtsäure. Diese fällt geringer aus als beim echten Säurezusatz. Das ist auch logisch, denn es wird durch den Ionenaustauscher ja nur Kalium und Kalzium entfernt und  $H^+$ -Ionen eingebracht. Die pH-Werte sinken dementsprechend und sind auf einem recht niedrigen Niveau. Indes zeigt sich bei der Betrachtung der Kristallstabilität

in Abb. 10 ein sehr interessantes Bild. Hier erkennt man, dass die beiden Ionenaustauschvarianten (im Most oder im Wein) durch die quantitative Abreicherung von Kalium und Kalzium sehr kristallstabil sind.

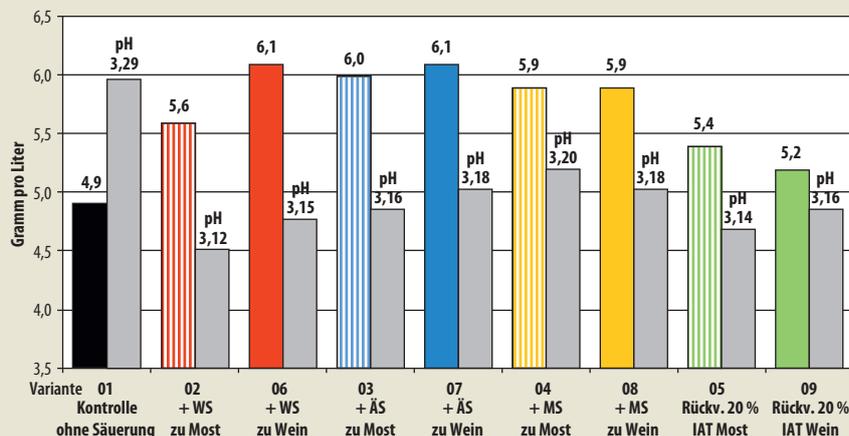
### Zusammenfassung

Kristallstabilisierung ist eine önologische Notwendigkeit. Die Palette der Möglichkeiten ist seit der Zulassung von Ionenaustauschern gewachsen. Um die Leistungsfähigkeit dieser Technologie zu testen, haben wir sie verglichen. Hierfür wurden kommerzielle Rotweine mit starker Kristallinstabilität ausgesucht und in folgende Varianten aufgeteilt:

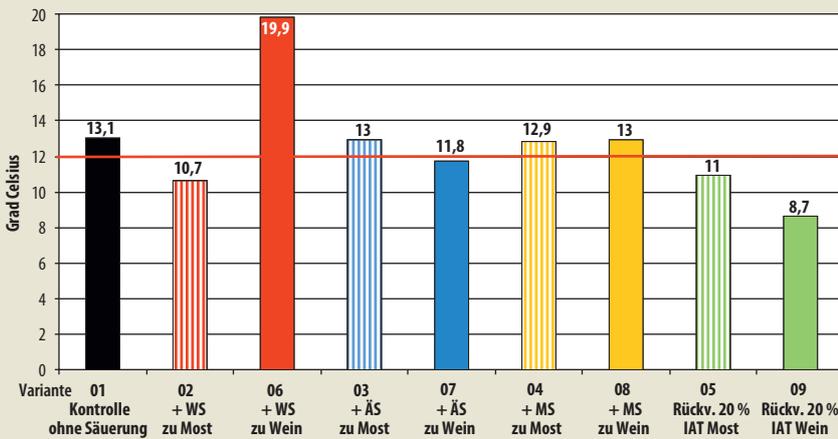
- ▶ Kontrolle
- ▶ betriebsübliches Kälte/Kontaktverfahren
- ▶ Behandlung mit Ionenaustauschern von den Firmen AEB und EVER

Das Prinzip der Stabilisierung durch Ionenaustauscher-Behandlung beruht

**Abb. 9: Titrierbare Gesamtsäure und pH-Wert – Vergleich der Säuerung im Most bzw. Wein bei 2015er Müller-Thurgau**



**Abb. 10: Sättigungstemperatur für KHT – Vergleich der Säuerung im Most bzw. Wein bei 2015er Müller-Thurgau (Weine mit einer Tsätt < 12 °C werden als stabil angesehen)**



auf der Entfernung bzw. dem Austausch der Kationen  $K^+$  und  $Ca^{++}$  im Wein gegen  $H^+$ .

Da die verwendeten Kationenaustauscher sehr effektiv arbeiten, muss man nur eine Teilmenge des instabilen Weines behandeln und dann rückverschneiden. Die Teilmenge liegt je nach Instabilität zwischen 5 und 35 % der Gesamtpartie. Die Ermittlung des prozentualen Anteils der Teilmenge erfolgt üblicher Weise im Labor. In der behandelten Teilpartie sinkt durch die weitgehende Entfernung von Ka-

lium und Kalzium der pH-Wert auf einen Wert nahe 2,0! Nach dem Rückverschnitt ist die gesamte Partie so weit im Kalium- und Kalzium-Gehalt reduziert, dass diese stabil ist.

Das Verfahren ist sehr einfach in der Handhabung, die Technik simpel und relativ robust. Zudem sind die Weine stabil nach der Behandlung. Vorteilhaft ist weiterhin, dass sowohl Kalium-Hydrogen- als auch Kalzium-Tartrat-Kristallausscheidungen (KHT & CaT) sicher verhindert werden können.

Analytisch verändern sich im fertig stabilisierten Wein durch die Ionenaustauscher-Behandlung vornehmlich der **pH-Wert** (minus 0,1–0,3pH-Einheiten) und die **titrierbare Gesamtsäure** (plus 0,5–1,0 g/l). Durch die pH-Absenkung wurde die Farbe der Varianten nach Ionenaustauscher im Vergleich zum Kälte/Kontaktverfahren um rund 12 % intensiver. Sensorisch stellten sich signifikante Unterschiede nur in Hinsicht auf die Wahrnehmung der stärkeren Säure ein.

In einem vergleichenden Versuch mit verschiedenen Säuerungen sowie Ionenaustauscher-Behandlung in Most oder Wein konnte die grundlegende Verbindung der Kristallstabilisierung und der resultierenden Säuerung gezeigt werden. Das Verfahren ist aufgrund der einfachen Anwendung und der sicheren Stabilisierung sehr interessant und wird weiter getestet. #

#### Der Autor

Dr. Oliver Schmidt, Staatliche Lehr- und Versuchsanstalt für Wein- und Obstbau Weinsberg, Deutschland; oliver.schmidt@lvwo.bwl.de

