

Research Note

Nachweis und Bestimmung von „Furaneol“ (2,5-Dimethyl-4-hydroxy-3-furanon) in Weinen von *Vitis vinifera*-Sorten

A. RAPP und L. ENGEL

Zusammenfassung: 2,5-Dimethyl-4-hydroxy-3-furanon (Furaneol), die Komponente, die in amerikanischen Wild- und Kulturreben und den älteren pilzresistenten Rebsorten die unerwünschte Erdbeernote verursacht, konnte erstmals auch in Weinen von *V. vinifera*-Sorten nachgewiesen werden. Die durch zweidimensionale Gaschromatographie ermittelten Gehalte liegen bei <1 bis 30 ppb. Durch Maischeerwärmung hergestellte Rotweine enthalten deutlich höhere Gehalte als die entsprechenden durch Maischegärung erzeugten Produkte.

Summary: Furaneol® (2,5-dimethyl-4-hydroxy-3-furanone), typical for the strawberry taste of wines from American hybrids and wild vines as well as fungus resistant new crossings could be detected for the first time in wines from *Vitis vinifera* grapes. Analysis by two dimensional gaschromatography showed contents in the range of < 1 to 30 ppb. Heat treatment of mash leads to increased furaneol level in red wine.

Key words: wine, *Vitis vinifera*, furaneol, analysis.

Einleitung: 2,5-Dimethyl-4-hydroxy-3-furanon („Furaneol“) wurde als die Komponente identifiziert, die den unerwünschten Erdbeerton in Weinen von amerikanischen Wildreben (z. B. *V. labrusca*) und einigen pilzresistenten Neuzüchtungen verursacht (RAPP *et al.* 1980). Je nach Zusammensetzung des Weines (Extrakt, Zuckergehalt, Weinbukett) liegt die Geschmacksschwelle zur Erkennung des Erdbeertones bei 80–150 ppb Furaneol. Da nach Anreicherung und gaschromatographischer Analyse noch Gehalte von 2 ppb bestimmt werden können, ist die analytische Qualitätsbeurteilung zur Selektion neuer pilzresistenter Rebsorten, die geschmacklich frei sind von der unerwünschten Erdbeernote, wesentlich empfindlicher und präziser als die von vielen Faktoren beeinflusste sensorische Beurteilung.

Ziel vorliegender Arbeit war es, mit dieser empfindlichen Analysetechnik zu überprüfen, inwieweit ein Nachweis von Furaneol auch in *Vitis vinifera*-Sorten möglich ist, bei denen bisher diese Komponente noch nicht festgestellt werden konnte.

Material und Methoden: Weine verschiedener Rebsorten (*Vitis vinifera*, amerikanische Wild- und Kultursorten, pilzresistente Neuzüchtungen) werden nach Zusatz eines Standards (250 ml Wein + 2,5 µl einer 1 %igen Lösung von 3-Decanol in Ethanol) in der von RAPP *et al.* (1976) beschriebenen Apparatur mit einem Gemisch von Trichlorfluormethan und Dichlormethan (9+1) extrahiert (RAPP *et al.* 1985). Nach einer Extraktionsdauer von 20 h wird das Lösungsmittel-Extrakt-Gemisch bis zur GC-Analyse bei -30 °C aufbewahrt.

Bundesanstalt für Züchtungsforschung an Kulturpflanzen, Institut für Rebenzüchtung Geilweilerhof, D-76833 Siebeldingen, Deutschland

Gaschromatographische Auftrennung: Vor der gaschromatographischen Analyse werden 10 ml der bei -30 °C aufbewahrten Proben in einem Spitzkölbchen bei 30 °C im Wasserbad über eine Vigreux-Kolonne (25–30 cm) vorsichtig auf 50–100 µl eingeeengt. Nach Abkühlen des Extraktionsrückstandes (auf -30 °C) werden mit einer gekühlten Injektionspritze 1 µl auf die Trennsäule aufgegeben.

GC-Bedingungen: Multidimensionaler GC Synchronat II –Trennsäulen: Säule I: 30 m DB-Wax; 0,32 mm Ø; Säule II: 30 m DB-5; 0,32 mm Ø – Einspritzmenge: 1 µl mit Split 1:30 – Temperaturprogramm Säule I: 80–210 °C mit 3 °C/min; Säule II: bis 44,5. min 60 °C, Cut 42.–44,5. min, dann mit 27 °C/min auf 100 °C, danach 100–160 °C mit 2 °C/min.

Die quantitative Auswertung erfolgt über die Messung der Peakhöhen oder Peakflächen. Diese werden mit Eichlösungen geeicht. Durch Relativierung der Meßwerte von Probe und Eichlösung auf jeweils die gleiche Intensität des zugesetzten Standards, kann der Fehler bei der Anreicherung und gaschromatographischen Analyse korrigiert werden. Nachweisgrenze: 2 ppb.

Die Identifizierung der Komponenten erfolgte durch Vergleich der Retentionsdaten der entsprechenden Referenzsubstanz und mit Hilfe der Massenspektrometrie. Durch Injektion von 50–150 µl der Extraktproben (Kalt-aufgabetechnik) und der Detektion mit dem SIM-Verfahren (Einzelionenmassenspektrometrie mit den Fragmenten 128, 57, 85) gelingt es, Furaneol auch im Spurenbereich eindeutig (Abb. 1) zu identifizieren (Nachweisgrenze <1 ppb).

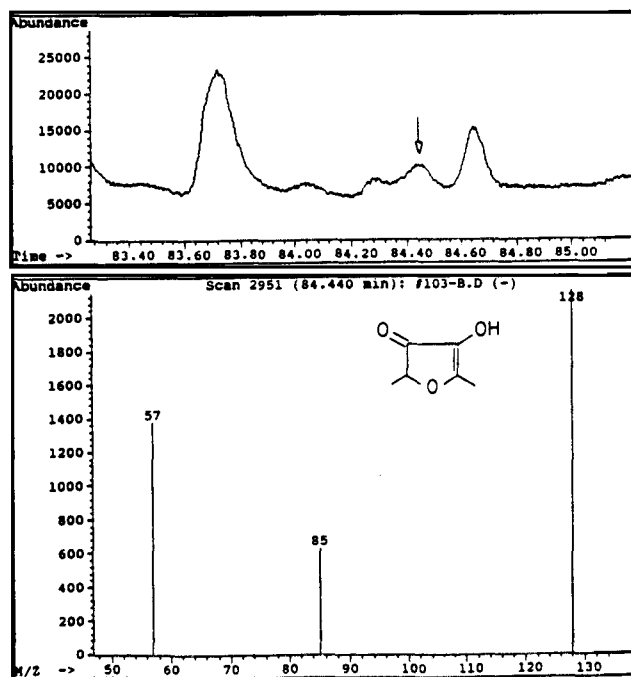


Abb. 1: Auftrennung und Identifizierung von Furaneol in Weinen der Rebsorte Riesling.

Separation and identification of furaneol from Riesling wine.

Ergebnisse und Diskussion: Durch Anwendung der zweidimensionalen gaschromatographischen Analyse gelingt es, Furaneol einwandfrei aus dem komplexen Aroma-

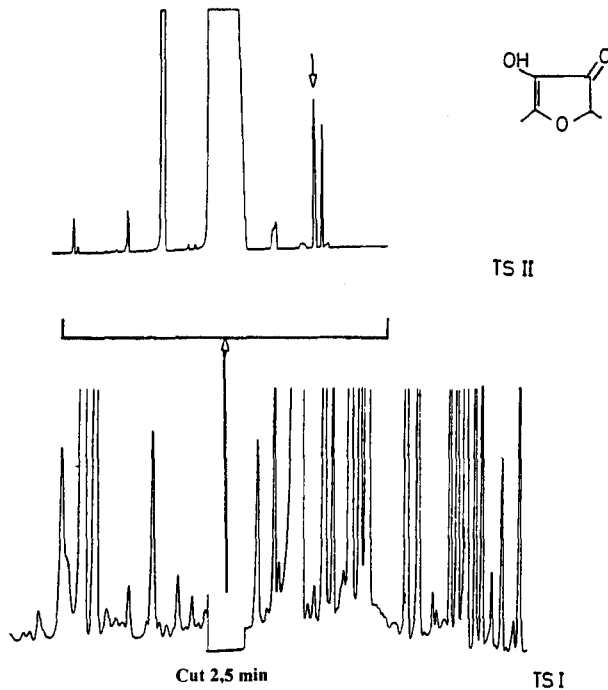


Abb. 2: Zweidimensionale Gaschromatographie zur Auftrennung und Bestimmung von Furaneol (2,5-Dimethyl-4-hydroxy-3-furanon) aus Wein (TS I: DB-Wax; TS II: DB-5).

Separation and identification of furaneol in wine by two dimensional gas chromatography (TS I = column I: DB-Wax; TS II = column II: DB-5).

konzentrat abzutrennen und quantitativ aus der Peakhöhe/ Peakfläche zu bestimmen. Hierzu wird der Extrakt (Proben-aufgabe 1 µl) zunächst auf einer polaren Trennsäule (Säule I vorgetrennt. Nach einer Analysenzeit von 42 min (Cut) wird für 2,5 min (Retentionsbereich von Furaneol) das Eluat der Trennsäule I auf die bei 60 °C (getrennter Ofen) eingestellte apolare Trennsäule II überführt (Abb. 2) und sofort das Temperaturprogramm gestartet. Während auf Trennsäule I die Analyse fortgeführt wird, wird auf Trennsäule II eine einwandfreie Abtrennung von Furaneol von den im Cut mit überspülten Komponenten (Abb. 2) erreicht. Nur durch Anwendung dieser zweidimensionalen Kapillarchromatographie mit unterschiedlich polaren Trennsäulen ist es möglich, aus dem komplexen Stoffgemisch, wie es ein Weinextrakt darstellt, Furaneol von den übrigen Komponenten abzutrennen und quantitativ zu bestimmen. Bei der Bestimmung von Furaneol hat sich die Kombination Trennsäule I polar (Trennung der Komponenten nach Polarität) - Trennsäule II apolar (Trennung der Komponenten nach Siedepunkt) als beste Lösung ergeben. Mit dieser Methode ist eine einwandfreie quantitative Bestimmung von Furaneol auch im Spurenbereich möglich (Abb. 2). Eine Überlagerung mit anderen Komponenten ist mit dieser Mehrstufentechnik auszuschließen und somit ist diese Methode für die Auftrennung von komplexen Stoffgemischen der einstufigen Kapillarchromatographie eindeutig überlegen.

In der Tabelle sind die Furaneolgehalte einiger Weine verschiedener Rebsorten dargestellt. In Weinen aus amerikanischen Wild- und Kulturreben (Gruppe A) liegen die Gehalte im ppm-Bereich. Auch in Weinen der älteren pilz-

resistenten Rebsorten wie u. a. Castor oder Bacchus x A 100-3 sind die Gehalte so hoch, daß die Weine eine deutlich wahrnehmbare Erdbeernote besitzen (Gruppe B). In den heutigen pilzresistenten Rebsorten aus der Abstammung Villard blanc x Bacchus (Phoenix) oder Villard blanc x Optima (Orion) liegen die Gehalte im unteren ppb Bereich (Gruppe C) und unter der sensorischen Schwellengrenze, so daß in diesen Weinen keine unerwünschte Erdbeernote erkannt werden kann. Mit der verbesserten Analyse-methode konnte erstmals auch in Weinen aus *V. vinifera* Rebsorten (Gruppe D) Furaneol nachgewiesen werden. Die Gehalte liegen in der Größenordnung wie die der neuen pilzresistenten Rebsorten (Gruppe C), die in der sonstigen

Tabelle

Furaneolgehalte in Weinen verschiedener Rebsorten
Furaneol content in wines of different grapevine cultivars

Rebsorte	Gruppe	Furaneol ppb	Erdbeernote erkennbar
1992 Isabella rong (V. Labrusca)	A	2340	+
1992 Noah (V. Labrusca x V. riparia)		1350	+
1992 Bacchus x A 100-3*	B	620	+
1992 Castor*		325	+
1991 Phönix*	C	10	-
1991 Orion*		6	-
1994 Regent* (Rotwein)		5	-
1993 Phönix x 75-63-93*		6	-
1992 Müller-Thurgau	D	13	-
1992 Riesling		7	-
1993 Scheurebe		21	-
1992 Morio-Muskat		< 1	-
1993 Silvaner		< 1	-
1992 Spätburgunder MG**		8	-
1992 Spätburgunder ME***		84	-

* pilzresistente Neuzüchtungen, Institut für Rebenzüchtung Geilweilerhof

** Maischegärung

*** Maischeerwärmung (20 min Standzeit bei 70°C)

Aromazusammensetzung wie auch in der geschmacklichen Beurteilung den *V. vinifera*-Sorten sehr ähnlich sind (RAPP *et al.* 1989).

Eine Freisetzung von eventuell glykosidisch gebundenem Furaneol in Weinen von *V. vinifera*-Rebsorten durch Enzymbehandlung beim Weinausbau (Pektinase, Glucanase) konnte nicht festgestellt werden. Jedoch ist bei Rotweinen eine deutliche Zunahme von Furaneol durch technologische Maßnahmen beim Weinausbau festzustellen: Rotweine die durch Maischeerwärmung (20 min Standzeit bei 70 °C) erzeugt werden, haben deutlich höhere Gehalte als die entsprechenden durch Maischegärung erzeugten Produkte.

RAPP, A.; KNIPSER, W.; ENGEL, L.; ULLEMEYER, H.; HEIMANN, W.; 1980: Fremdkomponenten im Aroma von Trauben und Weinen interspezifischer Rebsorten. Die Erdbeernote. *Vitis* **19**, 13-23.

--; HASTRICH, H.; ENGEL, L.; 1976: Gaschromatographische Untersuchungen über die Aromastoffe von Weinbeeren. I. Anreicherung und kapillar-chromatographische Auftrennung. *Vitis* **15**, 29-36.

--; GÜNTERT, M.; 1985: Beitrag zur Charakterisierung des Weines der Rebsorte Weißer Riesling. II. Untersuchung der Aromastoffzusammensetzung deutscher Weißweine der Rebsorten Weißer Riesling, Müller-Thurgau und Silvaner. *Vitis* **24**, 139-150.

--; RINGLAGE, S.; 1989: Vergleichende gaschromatographische Untersuchungen über die Aromastoffzusammensetzung der Weine verschiedener *Vitis-vinifera*- und pilzresistenter Rebsorten. *Vitis* **28**, 21-29.